Sensibilité à l'eau et résistance au gel-dégel des enrobés bitumineux avec granulats de verre recyclé

par

Éric LACHANCE-TREMBLAY

THÈSE PAR ARTICLES PRÉSENTÉE À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DU DOCTORAT EN GÉNIE
Ph. D.

MONTRÉAL, LE 17 JUILLET 2018

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

Éric Lachance-Tremblay, 2018

Cette licence Creative Commons signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Daniel Perraton, directeur de thèse
Département de Génie de la Construction à l'École de technologie supérieure

M. Michel Vaillancourt, codirecteur de thèse
Département de Génie de la Construction à l'École de technologie supérieure

M. Hervé Di Benedetto, codirecteur de thèse
École Nationale des Travaux Publics de l'État – Université de Lyon

M. Éric David, président du jury
Département de Génie Mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Alan Carter, membre du jury
Département de Génie de la Construction à l'École de Technologie supérieure

M. Didier Lesueur, examinateur externe
Lhoist

M. Jean-Pascal Planche, examinateur externe indépendant
Western Research Institute

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

LE 15 MAI 2018

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Dans un premier temps, je tiens à remercier mon directeur de thèse de l'ÉTS, M. Daniel Perraton pour m'avoir transmit la passion pour la recherche et pour son soutien tout au long de cette thèse. Je tiens à remercier mon codirecteur de recherche, M. Michel Vaillancourt, pour son soutien et pour sa confiance lors de la réalisation de cette thèse. Je remercie également mon codirecteur, M. Hervé Di Benedetto de l'ENTPE d'avoir accepté de contribuer à cette thèse. Ces connaissances et commentaires m'ont été d'une grande aide et je suis très honoré d'avoir pu travailler au sein de son équipe.

Je remercie M. Éric David, professeur au département de génie mécanique à l'ÉTS, d'avoir accepté la présidence de ce jury. Également, je remercie M. Alan Carter, M. Didier Lesueur et M. Jean-Pascal Planche d'avoir accepté d'évaluer cette thèse, j'en suis très honoré.

Je tiens aussi à remercier mes collègues du LCMB qui m'ont apporté de l'aide et du support moral lors de la réalisation de ce projet. Notamment, M. Francis Bilodeau pour son assistance technique dans la réalisation des essais et M. Sébastien Lamothe pour ces connaissances. Enfin, je remercie l'ensemble de mes collègues de l'ÉTS qui ont contribué de près ou de loin à ce projet.

Je remercie également mes parents, Rémi et Élaine et ma sœur Anne qui m'ont toujours encouragé dans la poursuite de mes études. Finalement, je remercie ma copine, Geneviève, sans qui cette thèse n'aurait pas pu aboutir. Merci Geneviève pour ton soutien, tes encouragements et ta patience. Finalement, je dédie cette thèse à ma fille, Justine, qui m'a grandement motivé à terminer la rédaction avant sa naissance!

SENSIBILITÉ À L'EAU ET RÉSISTANCE AU GEL-DÉGEL DES ENROBÉS BITUMINEUX AVEC GRANULATS DE VERRE RECYCLÉ

Éric LACHANCE-TREMBLAY

RÉSUMÉ

Le verre peut être recyclé de façon infinie en le réutilisant dans la fabrication de nouveaux produits de verre. Or, au Québec le processus de cueillette des matières recyclables fait en sorte que les différents types de verre se brisent et se mélangent aux autres matières recycles tels que le carton, le papier, le plastique, etc. Pour réutiliser le verre dans la fabrication de nouveaux produits, le verre doit être exempt de détritus et classé en fonction du type de verre et de la couleur. La majorité des centres de tri en Amérique du Nord ne disposent pas de l'équipement requis pour obtenir un verre propre et le classer en fonction de la couleur, on utilise alors le verre recyclé comme matériau de recouvrement journalier dans les sites d'enfouissement. Des projets de recherche sont à l'étude afin de trouver des alternatives à l'enfouissement du verre. L'idée d'utiliser du verre comme granulats dans les enrobés est à l'étude au Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux (LCMB) de l'École de Technologie Supérieure (ÉTS).

Il est connu que l'ajout de granulats de verre rend les enrobés bitumineux plus sensible au dommage dû à l'eau. L'hypothèse de base pour expliquer ce phénomène est que l'adhérence entre le bitume et les granulats de verre est inférieure à celle entre le bitume et les granulats conventionnels. Le travail entrepris dans le cadre de cette thèse visait à étudier la sensibilité à l'eau ainsi que la résistance au gel-dégel d'enrobés avec granulats de verre. Pour ce faire, l'étude s'est divisée en deux volets. Dans un premier temps, le potentiel d'adhérence de différentes combinaisons bitume-granulat a été mesuré au moyen d'un essai d'arrachement. Les combinaisons ont été testées en condition sèche et après 7 jours de conditionnement humide (60°C). Par la suite, l'évaluation des propriétés viscoélastiques linéaires (VEL) d'éprouvettes d'enrobés avec différents dosages en verre et en chaux hydratée s'est fait au moyen de l'essai de module complexe suivant différent conditionnements (sec, après conditionnement humide, après cycles de gel-dégel répétés). Les résultats d'essais d'arrachement ont montré que les combinaisons bitumes polymères et granulats de verre étaient moins sensible au vieillissement (oxydation) que les combinaisons bitumes pur et granulats de verre. Pour les essais de module complexe, la modélisation des résultats expérimentaux en condition sèche avec le modèle rhéologique 2S2P1D s'est faite avec une bonne approximation. De plus, la comparaison des résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D s'est avérée très efficace pour apprécier l'effet des divers conditionnements sur les propriétés VEL. Notamment, les résultats ont montré que la chaux hydratée améliore significativement la résistance au dommage dû à l'eau et aux cycles de gel-dégel.

Mots-clés : enrobés bitumineux, verre recyclé, module complexe, viscoélastique linéaire, gel-dégel, sensibilité à l'eau

MOISTURE SUSCEPTIBILITY AND FREEZE-THAW RESISTANCE OF ASPHALT MIXTURES WITH RECYCLED GLASS AGGREGATES

Éric LACHANCE-TREMBLAY

ABSTRACT

Glass can be recycled infinitely by reusing it in the production of new glass products. In the province of Quebec, the collect of recyclable materials is done in a way that glass containers break during transportation and all recyclable materials such as cardboard, plastic, paper and glass are mixed together. To reuse recycled glass to manufacture new glass products, the recycled glass must be exempt from any source of contamination and separated/classified according to the type and color. However, most of the recycling sorting facilities in North America doesn't have the equipment required to produce a recycled glass quality that meets the needs of the recycling companies. Therefore, the recycled glass is often used as a daily cover material in the landfills. Some research projects are trying to find alternatives to disposal in landfills for recycled glass. The idea of using recycled glass as an aggregate in asphalt mixture is under study at the Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux (LCMB) of the École de Technologie Supérieure (ÉTS).

It is well known that using glass aggregates in asphalt mixture increases the moisture susceptibility (i.e. decrease the resistance to water damage). The basic assumption to explain this phenomenon is that adhesion between bituminous binder and glass aggregates is lower than the adhesion between bituminous binder and conventional aggregates. The work done in this thesis was aimed to study the moisture susceptibility as well as the freeze-thaw resistance of asphalt mixtures with glass aggregates. To do so, the study was separated into two parts. First, the adhesion potential of different bituminous binder-aggregate combinations was measured using a pull-off test. The various combinations were tested under dry condition and after a 7 days wet conditioning (60°C). Subsequently, the evaluation of the linear viscoelastic properties (LVE) of asphalt mixtures with different glass and hydrated lime content was done with the complex modulus test following different conditioning (dry, after wet conditioning, after repeated freeze-thaw cycles). The pull-off test results have shown that combinations of polymer modified binders and glass aggregates are less sensitive to aging (oxidation) than combinations of pure binders and glass aggregates. Regarding the complex modulus test, the modelling of the experimental results under dry condition with the 2S2P1D model was done with a good approximation. Moreover, the comparison of experimental data with 2S2P1D simulated values was proven to be very effective to assess the effect of the various conditioning on LVE properties. The results have shown that hydrated lime significantly improve the resistance to water damage and freeze-thaw cycles.

Keywords : asphalt mixture, glass, recycling, pavement materials

TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE 5
1.1 Rôle d'un enrobé bitumineux dans une chaussée bitumineuse.....5
1.2 Description des constituants d'un enrobé bitumineux 5
1.2.1 Granulats 6
1.2.2 Liant bitumineux 6
1.3 Comportement des enrobés bitumineux.....6
1.4 Comportement viscoélastique linéaire des enrobés bitumineux 8
1.4.1 Chargement cyclique sinusoïdal : l'essai de module complexe..... 9
1.4.2 Principe d'équivalence temps-température..... 11
1.4.3 Modélisation du comportement viscoélastique linéaire..... 13
1.5 Effet de l'eau sur les caractéristiques des enrobés.....15
1.5.1 Description du phénomène de sensibilité à l'eau..... 16
1.5.2 Description du phénomène de gel-dégel..... 17
1.5.3 Adhésion bitume-granulat..... 17
1.5.3.1 Ancrage mécanique..... 18
1.5.3.2 Attraction électrostatique 18
1.5.3.3 Liaison chimique..... 18
1.5.3.4 Énergie de surfaces libres 19
1.5.4 Effet de l'eau sur l'adhérence bitume-granulat..... 20
1.5.5 Amélioration de l'adhérence bitume-granulat 23
1.5.6 Essais de caractérisation de l'effet de l'eau sur les caractéristiques des EB 25
1.6 Utilisation du verre dans les enrobés bitumineux 28
1.6.1 Historique..... 28
1.6.2 Sommaire des résultats des recherches menées jusqu'à présent sur les enrobés avec verre..... 29

CHAPITRE 2 OBJECTIFS DE LA RECHERCHE, MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE ET ORGANISATION DU DOCUMENT 33
2.1 Objectifs de la recherche.....33
2.2 Méthodologie expérimentale 33
2.2.1 Étude à l'échelle de la microstructure – volet Bitume 33
2.2.2 Étude à l'échelle de la macrostructure – volet Enrobé 35
2.3 Organisation du document 37

CHAPITRE 3 COMPARISON OF THE MOISTURE DAMAGE OF BITUMINOUS BINDER COUPLED WITH GLASS AND LIMESTONE SUBSTRATE USING PULL-OFF TEST 41
3.1 Abstract 41

3.2 Introduction 42
3.3 Experimental program 44
3.3.1 Tested materials 44
3.3.2 Pull-off strength test procedure 45
3.3.3 Samples preparation 47
3.4 Pull-off strength test results and analysis 48
3.4.1 Test results for dry condition 48
3.4.2 Test results for wet condition 49
3.4.3 Variation of the pull-off strength after water conditioning 51
3.4.4 Effect of water conditioning on failure surface 52
3.4.5 Measurement of the stress-strain evolution 54
3.5 Statistical analysis of the test results 57
3.6 Conclusion 59

CHAPITRE 4 LINEAR VISCO-ELASTIC (LVE) PROPERTIES OF ASPHALT MIXTURES WITH DIFFERENT GLASS AGGREGATES AND HYDRATED LIME CONTENT 61
4.1 Abstract 61
4.2 Introduction 62
4.3 Background 64
4.4 Preparation of materials and specimens 65
4.5 Complex modulus for linear viscoelastic materials 68
4.5.1 Testing procedure and apparatus 68
4.5.2 2S2P1D model 68
4.5.3 Repeatability of the complex modulus test 71
4.6 Experimental results and analysis 73
4.6.1 Cole-Cole plot and Black diagram 73
4.6.2 2S2P1D model parameters 75
4.6.3 Master curves and experimental shift factors 77
4.6.4 Normalized complex modulus results 79
4.6.5 Comparison of the complex modulus experimental data with the 2S2P1D simulated values 81
4.7 Conclusion 85

CHAPITRE 5 DEGRADATION OF ASPHALT MIXTURES WITH GLASS AGGREGATES SUBJECTED TO FREEZE-THAW CYCLES 87
5.1 Abstract 87
5.2 Introduction 88
5.3 Experimental program 89
5.4 Materials and Samples Preparation 90
5.4.1 Materials 90
5.4.2 Samples Preparation 92
5.4.3 Samples Conditioning 92
5.5 Complex modulus test results and analysis 93
5.5.1 Introduction and modelling 93

5.5.2 Results and analysis 96
5.5.2.1 Cole-Cole plots and Black diagrams 96
5.5.2.2 Normalized Complex Young's Modulus 98
5.5.2.3 Master Curves of Complex Modulus Norm 100
5.5.2.4 Evolution of a_{TE} values 101
5.5.3 Damage with a number of FT 103
5.5.3.1 Water and freeze-thaw effect on E* 103
5.5.3.2 Comparison of Reference and Glass Asphalt Mixture Using 2S2P1D Simulated Values 104
5.6 Conclusion 105

CHAPITRE 6 EFFECT OF HYDRATED LIME ON LINEAR VISCOELASTIC PROPERTIES OF ASPHALT MIXTURES WITH GLASS AGGREGATES SUBJECTED TO FREEZE-THAW CYCLES 107
6.1 Abstract 107
6.2 Introduction 107
6.3 Experimental program 109
6.3.1 Tested materials 109
6.3.2 Samples preparation and conditioning 111
6.3.3 Complex modulus test 114
6.4 2S2P1D Linear viscoelastic model 116
6.5 Test results and analysis 118
6.5.1 Cole-Cole and Black diagrams 118
6.5.2 Master curves of the complex modulus norm 121
6.5.3 Experimental shift factor 125
6.6 Conclusion 128

CHAPITRE 7 SOMMAIRE DES RÉSULTATS DE MODULE COMPLEXE PUBLIÉS 131
7.1 Sommaire des résultats d'essais de module complexe sur EB avec bitume PG70-28 131
7.1.1 Normalisation des résultats expérimentaux de module complexe 132
7.1.2 Courbes maîtresses et facteurs de translation 133
7.1.3 Modélisation et comparaison des résultats avec les valeurs 2S2P1D simulées 135

CHAPITRE 8 PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS NON-PUBLIÉS 137
8.1 Analyse complémentaire des résultats d'essais de module complexe sur EB avec bitume PG70-28 137
8.1.1 Résultats de module complexe normalisés Cole-Cole 137
8.1.2 Différences entre résultats expérimentaux et valeurs simulées 2S2P1D (EB avec chaux) 139
8.1.3 Différences entre résultats expérimentaux et valeurs simulées 2S2P1D (EB sans chaux) 142

8.1.4 Sommaire des différences de comportement pour les EB avec/sans chaux hydratée (bitume PG70-28) 146
8.1.5 Effet du séchage 147
8.2 Présentation et analyse des résultats des essais de module complexe des EB avec bitume PG58-28 149
8.2.1 Plan Cole-Cole et diagramme de Black 149
8.2.2 Normalisation des résultats expérimentaux 153
8.2.3 Comparaison des résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D 154
8.3 Sommaire des différences de comportement entre les bitumes PG70-28 et PG58-28 157

CONCLUSION 161

RECOMMANDATIONS 167

ANNEXE I CARACTÉRISTIQUES DE FORMULATION ET DISTRIBUTION GRANULOMÉTRIQUE DES ENROBÉS ET DES GRANULATS DE VERRE UTILISÉS 169

ANNEXE II REPRÉSENTATION GRAPHIQUE DES RÉSULTATS DES ESSAIS DE MODULE COMPLEXE ET PARAMÈTRES DE MODÉLISATION 2S2P1D 173

ANNEXE III RÉSULTATS DES ESSAIS DE CARACTÉRISATION CHIMIQUE SARA ET ÉNERGIES DE SURFACE DES BITUMES 183

ANNEXE IV LVE PROPERTIES OF ASPHALT MIXTURES WITH GLASS AGGREGATES SUBJECTED TO WATER EXPOSURE AND FREEZE-THAW CYCLES 187

ANNEXE V EVALUATION OF THE IMPACT OF RECYCLED GLASS ON ASPHALT MIXTURE PERFORMANCES 197

ANNEXE VI USING COMPLEX MODULUS (E*) TEST TO EVALUATE MOISTURE DAMAGE OF HOT MIX ASPHALT (HMA) WITH GLASS AGGREGATES 225

ANNEXE VII LINEAR VISCOELASTIC PROPERTIES, LOW TEMPERATURE AND FATIGUE PERFORMANCES OF ASPHALT MIXTURE WITH RECYCLED GLASS 243

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 259

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 1.1 Relation entre les mécanismes d'adhésion bitume-granulat et les mécanismes de dégradation de l'adhérence 21

Tableau 2.1 Types de bitume étudié pour les essais de mesure de la force d'arrachement 35

Tableau 2.2 Description des différents essais de module complexe réalisé sur les éprouvettes d'enrobés étudiés dans le cadre de cette thèse....37

Tableau 3.1 Performance grade (PG), crude source and polymers content of the tested bituminous binder 45

Tableau 3.2 Heating temperature used to prepare each binder-substrate samples 47

Tableau 3.3 Average pull-off strength and coefficient of variation for all binder-aggregate combination tested in dry condition 48

Tableau 3.4 Average pull-off strength and coefficient of variation for all binder-aggregate combination tested in wet condition....50

Tableau 3.5 Failure surface pictures of all tested binder-substrate combination in dry condition and after water conditioning 53

Tableau 3.6 Results of the ANOVA analysis performed at a confidence level of 95 % 59

Tableau 4.1 PG70-28 binder characteristics 66

Tableau 4.2 Specimens identification, binder content and voids content....67

Tableau 4.3 2S2P1D parameters and WLF constants for all mixtures (T_{ref} = 15°C) 77

Tableau 5.1 PG70-28 binder characteristics 91

Tableau 5.2 Mixture characteristics and volumetric properties....92

Tableau 5.3 Hydrated lime characteristics....92

Tableau 5.4 2S2P1D parameters and WLF constants for the reference and the glass asphalt mixture (T_{ref} = 10°C) 98

Tableau 5.5 E_0 and E_{00} values used for normalization for both mixtures and all testing conditions 100

Tableau 6.1 PG 70-28 Binder Characteristics 110

Tableau 6.2 Voids content of the specimen and proportions of the different aggregates used 111

Tableau 6.3 Summary of the complex modulus (E*) test sequence performed on each sample 113

Tableau 6.4 Testing temperatures and frequencies used for the complex modulus tests 113

Tableau 6.5 Voids content, 2S2P1D parameters and WLF constants for tested samples (T_{ref} = 15°C) 120

Tableau 7.1 Identification et teneur en vides des enrobés ESG-10 avec bitume PG70-28 132

Tableau 8.1 Valeurs des paramètres E_{00} et E_0 utilisés pour la normalisation des enrobés REF, 20G et 60G-HL 138

Tableau 8.2 Caractéristiques du bitume PG58-28 149

Tableau 8.3 Identification et teneur en vides des éprouvettes testés pour les enrobés bitumineux avec bitume PG58-28 149

Tableau 8.4 Paramètres 2S2P1D des enrobés avec bitume PG58-28 testé en condition sèche.....153

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Comportement type des enrobés bitumineux, (ε) déformation et (N) nombre de cycles de chargements....7

Figure 1.2 Variation de la contrainte et de la déformation lors d'un essai de module complexe réalisé à une fréquence de 1 Hz (T° = 14.6°C)....10

Figure 1.3 Courbes isotherme des résultats de module complexe pour l'enrobé REF-HL avec bitume PG70-28....11

Figure 1.4 Élément de Maxwell (a) et de Kelvin-Voigt (b)....13

Figure 1.5 Représentation du modèle 2S2P1D....14

Figure 1.6 Différents modes de pénétration de l'eau dans la structure d'une chaussée....15

Figure 1.7 Modes de rupture de la liaison bitume-granulat....16

Figure 1.8 Schéma des liaisons non saturées en surface....19

Figure 2.1 Appareillage utilisé pour l'essai d'arrachement....34

Figure 2.2 Enrobés bitumineux testés dans le cadre du volet Enrobé – Étude à l'échelle de la macrostructure de cette thèse....36

Figure 3.1 Pull-off test adhesion device used : automatic portable *Elcometer* adhesion tester....46

Figure 3.2 Brass pull stub (50 mm diameter) with 4 cuts (13 mm) along the perimeter edge and 0.3 mm edge....46

Figure 3.3 Variation of the pull-off strength after wet conditioning for all binder-substrate combination....51

Figure 3.4 Retained cohesive surface percentage of all binder-substrate combination tested after water conditioning....54

Figure 3.5 Modification of the pull-off test device to include two LVDT for displacement measurements....55

Figure 3.6 Relation between displacement and time during pull-off test: identification of the two different evolution phase 1 and phase 2....56

Figure 3.7 Stress-strain relation for PG58-28 binder tested with glass substrate in DRY and WET condition 57

Figure 3.8 Stress-strain relation for PG64-22 source 2 binder tested with glass and limestone substrate in DRY and WET condition 57

Figure 4.1 Domains of behaviour for bituminous materials (ε: strain amplitude, N: number of cycles) (Di Benedetto, 1990) 63

Figure 4.2 ESG-10 reference mixture gradation curve 66

Figure 4.3 Analog representation of the 2S2P1D model.....69

Figure 4.4 Representation of the 2S2P1D model parameters in the Cole-Cole plan.....71

Figure 4.5 Relative difference values between |E*| experimental data and |E*| 2S2P1D simulated values to assess the E* test repeatability.....72

Figure 4.6 Complex modulus experimental results and 2S2P1D model curves in the Cole-Cole plot 74

Figure 4.7 Complex modulus experimental results and 2S2P1D model curves in the Black diagram 74

Figure 4.8 Experimental data of 20G specimen in the Black diagram.....75

Figure 4.9 Relation between glassy modulus (E_0) and voids content (HL: hydrated lime) 76

Figure 4.10 Relation between glassy modulus (E_0) and glass content (HL: hydrated lime) 76

Figure 4.11 Experimental norm of the complex modulus isotherms and master curves (T_{ref} = 15°C) for 20G specimen.....78

Figure 4.12 Master curves of the norm of the complex modulus at a reference temperature of 15°C 78

Figure 4.13 Experimental shift factors (a_{TE}) for a reference temperature of 15°C 79

Figure 4.14 Normalized complex modulus data in the Cole-Cole plot.....80

Figure 4.15 Normalized complex modulus data in the Black diagram 80

Figure 4.16 Normalized master curves of the norm of complex modulus with τ_0 = 0.005 81

Figure 4.17 Difference between experimental norm of the complex modulus and the 2S2P1D simulated values calibrated with REF specimen (T_{ref} = 15°C) 84

Figure 4.18 Difference between experimental norm of the complex modulus (specimens with hydrated lime) and the 2S2P1D simulated values calibrated with their respective specimens without hydrated lime (T_{ref} = 15°C) 84

Figure 5.1 Testing and conditioning procedure: Four complex modulus (E*) tests were performed for each sample after various conditioning 90

Figure 5.2 ESG10 control mixture gradation curve with control points and suggested restriction zone 91

Figure 5.3 Analogical representation of the 2S2P1D model 95

Figure 5.4 Complex modulus experimental results and 2S2P1D "DRY" model curves condition: **a)** Cole-Cole plot of Reference mixture; **b)** Cole-Cole plot of Glass asphalt mixture; **c)** Black diagram for Reference mixture; **d)** Black diagram for Glass asphalt mixture 97

Figure 5.5 E* experimental results in DRY condition and after 10FT for the Glass asphalt mixture 98

Figure 5.6 Cole-Cole plan of the normalized complex Young's modulus data after different conditioning (cf. Figure 5.1): a) Reference mixture; b) Glass asphalt mixture 99

Figure 5.7 Master curves of the complex modulus norm at reference temperature of 10°C: **a)** Reference mixture; **b)** Glass asphalt mixture 101

Figure 5.8 Shift factor a_{tE} at reference temperature of 10°C: **a)** Reference mixture; **b)** Glass asphalt mixture 102

Figure 5.9 a) distinct aTE-T° relationships fitted on each side of the freezing point used to calculate $a_{TE\text{-}JUMP}$; b) $a_{TE\text{-}JUMP}$ versus the number of FT cycles for Reference and Glass asphalt mixture 102

Figure 5.10 Difference between experimental test results and 2S2P1D simulated values calibrated with samples tested in DRY condition: **a)** Norms of the complex modulus of reference mixture; **b)** Norms of the complex modulus of glass asphalt mixture; **c)** Phase angle of the complex modulus for reference mixture; **d)** Phase angle of the complex modulus for glass asphalt mixture 104

Figure 5.11 Difference between experimental test results after 10 FT for reference and glass asphalt mixture with 2S2P1D simulated values calibrated with reference mixture tested in DRY condition: **a)** Complex modulus norm; **b)** Phase angle of the complex modulus norm 105

Figure 6.1 ESG-10 reference mixture gradation curve 110

Figure 6.2 Details of the testing and conditioning procedure 114

Figure 6.3 Complex modulus (E*) test procedure : temperature (θ) variation and stabilization, relaxation at σ = 0 and solicitation sequence which includes solicitation at 50 μm/m, return to σ = 0 and rest 116

Figure 6.4 Analogical representation of the 2S2P1D model.....117

Figure 6.5 Complex modulus (E*) experimental results in Cole-Cole plots (c.f. Tableau 6.3): a) DRY condition with 2S2P1D model simulations (according to Tableau 6.5); dotted lines for samples without hydrated lime, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT cycles.....119

Figure 6.6 Complex modulus (E*) experimental results in Black diagrams (c.f. Tableau 6.3): a) DRY condition with 2S2P1D model simulations (according to Tableau 6.5); dotted lines for samples without hydrated lime, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT cycles.....121

Figure 6.7 Master curves of the complex modulus norm at a reference temperature of 15°C in DRY condition with 2S2P1D model simulations 122

Figure 6.8 Normalized master curve of the complex modulus norm with τ_0 = 0.005 in DRY condition.....123

Figure 6.9 Normalized master curve of the complex modulus norm with τ_0 = 0.005 in WET condition 123

Figure 6.10 Normalized master curve of the complex modulus norm with τ_0 = 0.005 after 3 freeze-thaw cycles 124

Figure 6.11 Normalized master curve of the complex modulus norm with τ_0 = 0.005 after 10 freeze-thaw cycles 125

Figure 6.12 Experimental shift factors (a_{TE}) at a reference temperature of 15°C (c.f. Tableau 6.3), dashed red line for 20G): a) DRY condition, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT 126

Figure 6.13 Partial master curves of the complex modulus norm for 20G sample for DRY and 10 FT testing condition at a reference temperature of 15°C 127

Figure 6.14 Ratio between experimental shift factors (a_{TE}) at a given testing condition with a_{TE} from WLF function in DRY condition (c.f. Tableau 6.3): a) DRY condition, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT 128

Figure 7.1 Diagramme de Black de l'enrobé REF avec bitume PG70-28 testé en condition sèche....133

Figure 8.1 Résultats expérimentaux de module complexe normalisés dans le plan Cole-Cole pour les enrobés REF, 20G et 60G-HL 138

Figure 8.2 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG70-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche, b) angle de phase (ϕ_E) en condition sèche, c) |E*| en condition humide vs sec, d) ϕ_E en condition humide vs sec, e) |E*| en condition humide vs 3 FT, f) ϕ_E en condition humide vs 3 FT 141

Figure 8.3 Résultats expérimentaux en condition sèche et modélisation 2S2P1D dans le diagramme de Black pour l'enrobé 20G-HL 142

Figure 8.4 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés sans chaux hydratée et bitume PG70-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche, b) angle de phase (ϕ_E) en condition sèche, c) |E*| en condition humide vs sec, d) ϕ_E en condition humide vs sec, e) |E*| en condition humide vs 3 FT, f) ϕ_E en condition humide vs 3 FT 145

Figure 8.5 Écarts entre les résultats expérimentaux et les valeurs simulées pour l'angle de phase des enrobés REF et 20G : discontinuité observée au point de gel 146

Figure 8.6 Différences entre les valeurs expérimentales |E*| et ϕ_E et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés bitumineux sans chaux hydratée et bitume PG70-28 : a) |E*| en condition 3 FT vs 10 FT, f) ϕ_E en condition 3 FT vs 10 FT.....146

Figure 8.7 Différences entre les valeurs expérimentales des normes du module complexe (|E*|) et des angles de phase (ϕ_E) et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour l'enrobé 20G: a) |E*| en condition séchée (DRYED) vs DRY et 10 FT, b) ϕ_E en condition séchée (DRYED) vs DRY et 10 FT 148

Figure 8.8 Résultats expérimentaux des essais de module complexe et modélisation 2S2P1D en condition sèche des enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 présentés dans le plan Cole-Cole : a) Enrobé de référence, b) Enrobé avec 20% de verre, c) Enrobé avec 60% de verre 151

Figure 8.9 Résultats expérimentaux des essais de module complexe et modélisation 2S2P1D en condition sèche des enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 présentés dans le diagramme de Black : a) Enrobé de référence, b) Enrobé avec 20% de verre, c) Enrobé avec 60% de verre 152

Figure 8.10 Diagramme de Black de l'enrobé REF avec bitume PG58-28 testé en condition sèche.....153

Figure 8.11 Résultats normalisés des essais de module complexe en condition sèche pour les enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 : a) plan Cole-Cole, b) diagramme de Black 154

Figure 8.12 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche, b) angle de phase (ϕ_E) en condition sèche, c) |E*| en condition humide vs sec, d) ϕ_E en condition humide vs sec, e) |E*| en condition humide vs 3 FT, f) ϕ_E en condition humide vs 3 FT 156

Figure 8.13 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec bitume PG70-28 comparé avec les enrobés avec bitume PG58-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche (DRY) vs humide (WET) pour les enrobés de référence, b) angle de phase (ϕ_E) en condition DRY vs WET pour les enrobés de référence, c) |E*| en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 20 % verre, d) ϕ_E en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 20 % verre, e) |E*| en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 60 % verre, f) ϕ_E en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 60 % verre.....159

Figure 8.14 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec bitume PG70-28 comparé avec les enrobés avec bitume PG58-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition humide (WET) vs 3 cycles de gel-dégel (3 FT) pour les enrobés de référence, b) angle de phase (ϕ_E) en condition WET vs 3 FT pour les enrobés de référence,) |E*| en condition WET vs 3 FT pour les enrobés avec 20 % verre, d) ϕ_E en condition WET vs 3 FTpour les enrobés avec 20 % verre, e) |E*| en condition WET vs 3 FTpour les enrobés avec 60 % verre, f) ϕ_E en condition WET vs 3 FTpour les enrobés avec 60 % verre.....160

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

2S2P1D Combinaison de deux ressorts, deux patins et un amortisseur (*2 springs, 2 parabolic elements, 1 dashpot*)

20G Enrobé avec 20 % de granulats de verre

60G Enrobé avec 60% de granulats de verre

AASHTO *American Association of State Highway and Transportation Officials*

ANOVA *Analysis of variance*

ASTM *American Society for Testing and Materials*

COV Coefficient de variation

CTAA *Canadian Technical Asphalt Association*

DRY Essai réalisé en condition sèche

DSR *Dynamic shear rheometer*

E* Essai de module complexe

EB Enrobé bitumineux

ÉEQ Éco-entreprise Québec

ENTPE École Nationale des Travaux Publics de l'État

ESG Enrobé semi-grenu

ÉTS École de technologie supérieure

FT *Freeze-thaw cycles* : Cycle de gel-dégel

FHWA *Federal Highway Administration*

HL *Hydrated lime* : Chaux hydrate

HMA *Hot mix asphalt*

ISAP *International Society for Asphalt Pavements*

LC	Laboratoire des chaussées
LCMB	Laboratoire sur les Chaussées et Matériaux Bitumineux
LCPC	Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
LVDT	*Linear variable differential transformer*
LVE	*Linear viscoelastic*
MLPC	Matériel du Laboratoire des Ponts et Chaussées
MMC	Mécanique des milieux continus
MTQ	Ministère des Transports du Québec
MSCR	*Multiple Stress Creep Recovery*
PATTI	*Pneumatic adhesion tensile testing instrument*
PSTT	Principe de superposition temps température
PSTTP	Principe de superposition temps température partiel
PCG	Presse à cisaillement giratoire
PG	Grade de performance d'un bitume (*Performance Grade*)
RMPD	*Road Materials and Pavement Design*
RAP	*Reclaimed asphalt pavement*
RAS	*Recycled asphalt shingles*
REF	Enrobé de référence
SGC	*Superpave gyratory compactor*
TSR	*Tensile strength ratio*
TSRST	Essai de résistance au retrait thermique empêché (*Thermal Stress Restrained Specimen Test*)
TTSP	*Time temperature superposition principle*

PTTSP	*Partial time temperature superposition principle*
VEL	Viscoélastique linéaire
WET	Essai réalisé en condition humide
WLF	Fonction de William-Landel-Ferry

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

%	Pourcentage
°	Degré
°C	Degré Celsius
ω	Pulsation
α	Surface spécifique
ϕ	Angle de déphasage
ϕ_E	Angle de déphasage entre la contrainte sinusoïdale et la déformation sinusoïdale
β	Constante sans dimension pour le modèle 2S2P1D
δ	Constante sans dimension pour le modèle 2S2P1D
a_T	Facteur de translation
b (%)	Bitume d'ajout
σ	Contrainte
σ_0	Contrainte initiale
C_1	Constante qui dépend du matériau testé pour la loi de WLF
C_2	Constante qui dépend du matériau testé pour la loi de WLF
d_{gb}	Densité du granulat brut
d_{mm}	Densité maximale
ε	Déformation
ε_0	Déformation initiale
$\lvert\varepsilon\rvert$	Amplitude de déformation
E*	Module complexe

$\|E^*\|$	Norme du module complexe
E_0	Module vitreux
E_{00}	Module statique
E_1	Composante élastique
E_2	Composante visqueuse
fr	Fréquence
f_{eq}	Fréquence équivalente
G*	Module complexe de cisaillement
h	Constante sans dimension pour le modèle 2S2P1D
Hz	Hertz
IQ	Indice de qualité (%)
k	Constante sans dimension pour le modèle 2S2P1D
kPa	Kilopascal
kN	Kilo Newton
N	Nombre de cycles de chargement
n	Nombre de cycles
N	Newton
N.A.	Non applicable
N.D.	Non disponible
m	Mètre
mm	Millimètre
µm	Micromètre (10^{-6} m)
µdef	Microdéformation (µm/m)

µstrain	Microdéformation (µm/m)
MPa	Méga pascal
Pa	Pascal
Rad	Radians
R^2	Coefficient de qualité d'une régression linéaire
s	Seconde
t	temps
t_{lag}	Temps de déphasage entre deux signaux
T°	Température
T_{ref}	Température de référence
T_e	Température élevée de caractérisation du bitume
T_b	Température basse de caractérisation du bitume
τ_0	Temps de relaxation
V_{be}	Volume de bitume effectif
V_{ba}	Volume de bitume absorbé
V_i	Vides interstitiels

INTRODUCTION

De nos jours, l'industrie du recyclage du verre au Québec fait face à d'importants défis (ÉEQ, 2017). Le verre peut être recyclé de façon infinie en le réutilisant dans la fabrication de nouveaux produits de verre. Le problème avec le recyclage du verre est le fait que les contenants de verre se brisent durant le transport vers les centres de tri. Au Québec, le recyclage se fait au moyen de la collecte sélective. Tous les produits recyclables (carton, papier, verre, etc.) sont recueillis pêle-mêle au moyen de la collecte sélective. Mises dans les bacs par les citoyens, les matières sont acheminées aux centres de tri par camion (possibilité de bris additionnel des contenants de verre). Une fois au centre de tri, le verre grossier est séparé des autres matières par un tri manuel lorsque possible. Les morceaux de verre trop petits qui ne peuvent être triés manuellement se retrouvent mélangés. Le mélange de plusieurs types et couleurs de verre est appelé « verre mixte ». Par ailleurs, on retrouve généralement dans le verre mixte une faible quantité de matériaux autres que le verre : plastique, papier, autre. Au Québec, les centres de tri ne disposent pas de l'équipement requis pour trier le verre mixte en fonction de la couleur (ÉEQ, 2017).

Chaque type de verre a une composition chimique propre à lui-même. Le verre est principalement composé de trois éléments de base, soit l'oxyde de sodium (Na_2O), l'oxyde de calcium (CaO) et le dioxyde de silicium (SiO_2) ou communément appelé silice (Pajean, 2007). Ces trois éléments représentent 95 % de la composition chimique totale des éléments utilisés dans la fabrication de verre. La proportion restante est comblée par des additifs comme l'oxyde d'aluminium ou bien le plomb et dont le choix varie en fonction de l'utilisation prévue du verre.

Si plusieurs types et couleurs de verre sont mélangés pour la fabrication de nouveaux produits de verre, la qualité du résultat n'est pas assurée (Gagné, 2010). La classification du verre selon le type et la couleur représente un défi important pour les centres de tri. Des projets de recherche sont en cours afin de trouver de nouvelles utilisations à valeur ajoutée pour le verre mixte. À ce jour, il existe plusieurs applications pour le verre dit mixte. Ces applications sont

séparées en deux catégories, soit usage à faible valeur ajoutée et usage à haute valeur ajoutée. En 2014, 57 % de la quantité de verre mixte recyclée dans la province de Québec était pour des applications à faible valeur ajoutée, telles que matériau de remblai dans les lieux d'enfouissement technique (LET). Toujours en 2014, 37 % du verre mixte a été recyclé pour des applications à haute valeur ajoutée tel que la laine de verre ou bien comme additif dans les bétons de ciment (Recyc-Québec, 2014b). En 2015, la proportion de verre utilisé comme matériau de remblai dans les LET est passée à 67 % tandis que la proportion de verre acheminé vers des entreprises recycleurs est descendue à 25 % (Recyc-Québec, 2015). Les principaux acteurs de l'industrie s'entendent pour dire que cette proportion de verre recyclé est insuffisante. Selon les estimations de l'organisme Éco Entreprises Québec, le taux de recyclage du verre pourrait grimper à 54 % d'ici 2019 puisque de nouveaux équipements de tri et de nettoyage du verre sont en période de test dans certains centres de tri du Québec (Caillou, 2017).

Plusieurs projets de recherche concernant le recyclage de granulats de verre dans les matériaux de chaussées ont été réalisés au Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux (LCMB) de l'École de Technologie supérieure (ÉTS). Cette thèse porte sur le recyclage de granulats de verre dans les enrobés bitumineux. Notamment, il est connu que l'ajout de verre dans les enrobés rend ce matériau plus sensible à l'orniérage et au dommage dû à l'eau. Pour ce dernier, l'hypothèse de base pour expliquer ce phénomène est que le bitume adhère moins bien aux granulats de verre qu'aux granulats conventionnels de type calcaire, ce qui affecte de façon négative la durabilité. La durabilité est l'une des propriétés les plus importantes d'un enrobé et elle dépend non seulement des caractéristiques des constituants utilisés (bitume, granulats), mais aussi de la qualité de l'adhérence entre le bitume et le granulat. À cet effet, il convient de définir les termes couramment utilisés dans l'étude de l'adhésion entre le bitume et les granulats (Jolicoeur & Otis, 2006) :

- adhésion : phénomène de liaison physico-chimique entre différents matériaux qui crée l'adhérence;
- adhérence : état d'une chose qui colle ou tient à une autre;

- adhésivité : aptitude d'un matériau ou d'un produit à créer l'adhérence.

La formation et la pérennité de cette adhérence peuvent être affectées par des facteurs extérieurs par exemple, les pollutions sur la surface du granulat qui créent un écran entre le bitume et celui-ci ou bien la présence d'une troisième substance qui possède une affinité plus grande pour l'un des matériaux. Dans le cas des enrobés, l'eau possède une plus grande affinité pour la surface des granulats que le bitume. L'eau peut ainsi chasser le bitume de la surface du granulat, ce qui engendre une diminution de l'adhérence et modifie ainsi les propriétés mécaniques de l'enrobé. On associe le dommage dû à l'eau à une dégradation des propriétés mécaniques du matériau causée par la présence d'eau sous forme liquide, solide ou gazeuse.

Traditionnellement, l'évaluation de la sensibilité à l'eau des enrobés se fait soit sur des granulats à l'état lâche enrobé de bitume (*rolling bottle test)* ou bien sur des éprouvettes d'enrobé compacté (AASTHO T283), les deux méthodes comportent leurs lots de désavantages. Les tests sur granulats à l'état lâche ont une répétabilité faible principalement, car les résultats sont basés sur une évaluation visuelle. Les essais réalisés sur éprouvettes compactées sont simples, mais ce sont des essais empiriques dont les résultats sont difficiles à corréler avec les performances du matériau en condition réelle et sont susceptibles de mener à une mauvaise interprétation de la sensibilité à l'eau.

Le travail entrepris dans le cadre de cette thèse vise à étudier la sensibilité à l'eau ainsi que la résistance au gel-dégel d'enrobés bitumineux avec granulats de verre. Pour ce faire, le programme expérimental est divisé en deux volets : 1) étude à l'échelle de la microstructure – volet Bitume, et 2) étude à l'échelle de la macrostructure – volet Enrobé. Puisqu'il s'agit d'une thèse par articles, la structure de ce document est particulière. Notamment, les résultats expérimentaux ont été soumis et/ou publiés dans des revues scientifiques. Ces articles sont inclus dans le corps de ce document.

Le CHAPITRE 1 présente une revue de la littérature tandis que le CHAPITRE 2 décrit la démarche du travail et la structure de ce document. Au CHAPITRE 3, le premier article qui

s'intitule « *Comparison of the moisture damage of bituminous binder coupled with glass and limestone substrate using pull-off test* » est présenté. Cet article porte sur le premier volet de cette thèse (volet Bitume). Trois (3) articles portent sur le deuxième volet de cette thèse (volet Enrobé). Au CHAPITRE 4 on retrouve le deuxième article de la thèse et qui s'intitule « *Linear visco-elastic (LVE) properties of asphalt mixtures with different glass aggregates and hydrated lime content* ». Au CHAPITRE 5, le troisième article de la thèse qui s'intitule : « *Degradation of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to freeze-thaw cycles* » est présenté. Finalement, le quatrième article se retrouve au CHAPITRE 6 et s'intitule : « *Effect of hydrated lime on linear viscoelastic properties of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to freeze-thaw cycles* ». Au final, on retrouve quatre (4) articles de revue scientifiques dans le corps de ce document. Le CHAPITRE 7 présente un sommaire des résultats publiés concernant le volet Enrobé et le CHAPITRE 8 une analyse des résultats expérimentaux non publiés. On retrouve également à la suite de ces chapitres la conclusion ainsi que les recommandations.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Rôle d'un enrobé bitumineux dans une chaussée bitumineuse

Le rôle d'une chaussée est de rendre la circulation confortable et sécuritaire pour les usagers. La structure d'une chaussée est composée de plusieurs matériaux différents qui ont chacun un rôle distinct et permet ainsi au sol d'infrastructure de résister aux contraintes induites par le passage des véhicules. Le corps de la chaussée, l'assise en France, est composé de deux éléments, soit la sous-fondation et la fondation. Généralement composés de matériaux granulaires, ces éléments de la chaussée ont pour rôle de protéger le sol d'infrastructure de la pénétration du gel et de répartir les contraintes afin d'éviter l'apparition de déformations permanentes (Di Benedetto & Corté, 2005a). Le revêtement d'une chaussée bitumineuse, désigné "couches de surface" en France, est généralement constitué de deux couches d'enrobés bitumineux. Dans certains cas, on retrouve trois couches d'enrobés bitumineux lorsque le volume de circulation est important. Le choix du type d'enrobé et des diverses composantes doit être fait selon plusieurs caractéristiques : 1) sécurité et confort aux usagers, 2) maintien de l'intégrité de la chaussée, 3) impact sur l'environnement ambiant vis-à-vis l'émission de bruit et 4) la possibilité de régénération des caractéristiques de surface (Dumont, Tille, & Carter, 2017).

1.2 Description des constituants d'un enrobé bitumineux

Un enrobé bitumineux est un mélange composé de granulats, d'un liant bitumineux et parfois d'additifs. Les granulats constituent généralement 95 % de la masse totale (80-85% en volume) d'un enrobé (Di Benedetto & Corté, 2005a).

1.2.1 Granulats

Un granulat est défini comme un ensemble de particules sans cohésion ayant des diamètres compris entre 0 et 125 mm. Dans l'industrie de la construction routière, on classe les granulats selon leur provenance en deux catégories : 1) granulats nobles et 2) granulats de recyclage. Les granulats nobles proviennent d'une source naturelle (gravière, sablière, carrière). Les granulats de recyclage proviennent soit du broyage de matériaux de recyclage, de la démolition d'ouvrages d'arts ou d'infrastructure routière (Perraton, 2016).

1.2.2 Liant bitumineux

Le bitume provient de la distillation du pétrole et il s'agit du liant le plus utilisé dans la confection des enrobés bitumineux puisqu'il possède un haut pouvoir agglutinant. Le rôle du bitume est d'enrober les particules et de permettre la cohésion et l'imperméabilité de l'enrobé. Même si la proportion de bitume est faible comparativement à celle du granulat, soit de 10 à 15% du volume de l'enrobé, les caractéristiques du bitume influencent de façon importante les variations de rigidité de l'enrobé induites par les sollicitations du trafic et de la température (Di Benedetto & Corté, 2005a).

1.3 Comportement des enrobés bitumineux

Le comportement des enrobés bitumineux est fort complexe. La Figure 1.1 illustre les quatre types de comportements principaux des enrobés bitumineux en fonction de l'amplitude de déformation $|\varepsilon|$ et du nombre de cycles de chargements N (Di Benedetto, 1990) :

- pour un faible nombre de chargements et des déformations de quelques %, le comportement observé est fortement non linéaire;
- pour des chargements comprenant quelques centaines de cycles et des déformations de faible amplitude ($< 10^{-4}$m/m) le comportement est considéré en première approximation comme viscoélastique linéaire;

- lors de chargements de plusieurs dizaines de milliers de cycles et des déformations de faible amplitude, un endommagement se développe, le matériau se « fatigue »;
- lorsque des cycles déviatoires en contraintes sont appliqués à partir d'une contrainte nulle, des déformations irréversibles non négligeables se produisent pour des amplitudes de déformations près de la rupture. L'accumulation de ces déformations crée de l'orniérage.

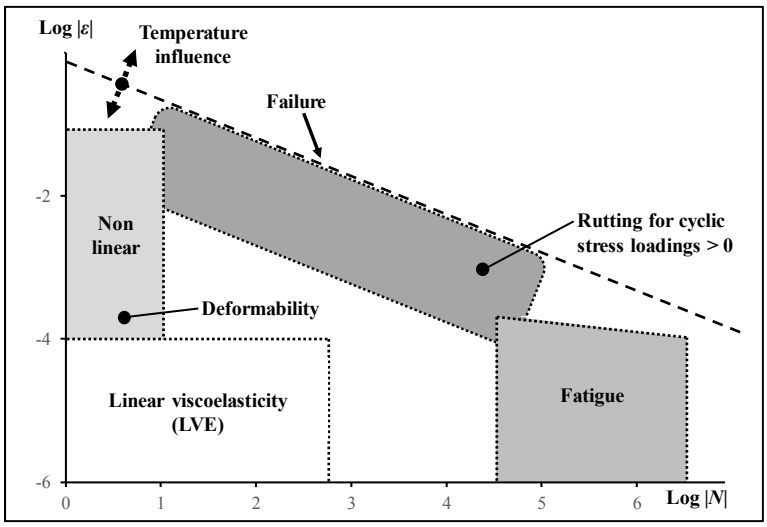


Figure 1.1 Comportement type des enrobés bitumineux,
(ε) déformation et (N) nombre de cycles de chargements
Adaptée de Di Benedetto (1990)

La Figure 1.1 illustre un ordre de grandeur des différents domaines de comportement type pour une température donnée. Les frontières indiquées pour les différents types de comportements sont des ordres de grandeur qui peuvent varier en fonction du matériau, de la température et du sens d'application de la sollicitation (Di Benedetto & Corté, 2005b). Ainsi, les quatre propriétés mécaniques importantes pour les enrobés bitumineux utilisés en construction routière sont (Olard, 2003) :

- la rigidité ou le module (comportement viscoélastique linéaire : VEL);
- le comportement en fatigue;

- l'accumulation de déformations permanentes associée à l'orniérage dans la chaussée. Il s'agit d'un phénomène lié aux irréversibilités et aux non-linéarités présentes dans le domaine des faibles déformations;
- la fissuration et la propagation de fissures au travers de la structure de chaussée. En particulier, le phénomène de fissuration par apparition de contraintes liées aux variations de température (dilatation/contraction thermique) est un aspect important qui induit un couplage thermique/mécanique.

1.4 Comportement viscoélastique linéaire des enrobés bitumineux

Très souvent dans le dimensionnement des chaussées, on réfère à la mécanique des milieux continus (MMC) en admettant que l'enrobé bitumineux est un matériau homogène, isotrope, élastique et/ou viscoélastique linéaire et thermosensible (Di Benedetto & Corté, 2005b). Bien que les enrobés soient des matériaux avec une structure hétérogène, on émet l'hypothèse de milieu continu lors de la réalisation d'essais de laboratoire. Pour que cette hypothèse soit valide, on considère qu'un rapport minimum de 5 entre la taille du plus gros granulat et la taille de l'éprouvette est nécessaire. La deuxième hypothèse formulée lors de l'étude du comportement des enrobés est l'isotropie du matériau. Le mode de mise en œuvre des enrobés sur chaussées confère au matériau une certaine anisotropie et un gradient de compacité. Pour s'affranchir des effets d'anisotropie, on réalise souvent les essais de laboratoire sur des échantillons prélevés au cœur du matériau (Di Benedetto & Corté, 2005b).

L'enrobé bitumineux hérite son caractère viscoélastique du liant bitumineux qu'il contient (Di Benedetto & Corté, 2005b). Pour un temps d'application de chargement très rapide, l'enrobé présente un comportement pratiquement élastique. Pour un temps d'application de chargement très lent, l'enrobé présente également un comportement à forte prédominance élastique (Di Benedetto & Corté, 2005b). Pour un temps d'application situé entre ces deux extrêmes, l'enrobé a un comportement viscoélastique et dont la linéarité dépend de l'amplitude du chargement. À cet effet, on effectue la mesure des propriétés viscoélastiques linéaires des enrobés dans le domaine des petites déformations. De plus, la température a un effet

considérable sur le comportement des enrobés puisque les liants bitumineux sont des matériaux thermosensibles (Di Benedetto & Corté, 2005b). De façon générale, à basse température l'enrobé a une rigidité élevée (faible déformabilité) et à haute température, l'enrobé est plus déformable et donc moins rigide.

1.4.1 Chargement cyclique sinusoïdal : l'essai de module complexe

La mesure des propriétés viscoélastiques linéaires (VEL) des enrobés bitumineux peut se faire notamment par un essai de module complexe (E*) à partir d'un chargement cyclique sinusoïdal. L'essai de module complexe consiste à soumettre une éprouvette d'enrobé à des sollicitations sinusoïdales sous différentes combinaisons de températures et de fréquences. Étant donné le caractère thermosensible des enrobés, on réalise l'essai de module complexe sur une gamme élargie de température. Dans le domaine des petites déformations, la réponse d'un matériau VEL soumis à une sollicitation sinusoïdale est aussi sinusoïdale (Di Benedetto & Corté, 2005b).

Le module complexe peut être décomposé pour fin d'analyse. La norme du module complexe (|E*|) correspond au rapport entre l'amplitude de la contrainte sinusoïdale (1.1) et l'amplitude de la déformation sinusoïdale (1.2) et se calcule avec l'Équation (1.3). Par ailleurs, étant donné le comportement viscoélastique de l'enrobé, la réponse du matériau sous sollicitation est caractérisée par un angle de déphasage (ϕ_E). L'angle de déphasage (ϕ_E) varie entre 0° pour un matériau purement élastique et 90° pour un matériau purement visqueux (Doucet & Auger, 2010). Un exemple de la variation de la contrainte et de la déformation lors de la réalisation d'un essai de module complexe est présenté à la Figure 1.2.

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \tag{1.1}$$

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \phi_E) \tag{1.2}$$

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{j\phi_E} = \left|E^*\right| e^{j\phi_E} \tag{1.3}$$

Où les paramètres sont les suivants :

E^*	→	module complexe;
$\|E^*\|$	→	norme du module complexe; $\|E^*\| = (E_1^2 + E_2^2)^{1/2}$
σ_0	→	amplitude de contrainte;
ε_0	→	amplitude de déformation;
ω	→	pulsation ($2\pi fr$) (rad/s);
ϕ_E	→	angle de déphasage ($\phi_E = \omega * t_{lag}$);
j	→	nombre complexe tel que $j^2 = -1$;
t_{lag}	→	temps de retard entre σ_0 et ε_0 ($t_{lag} = \phi_E / \omega$).

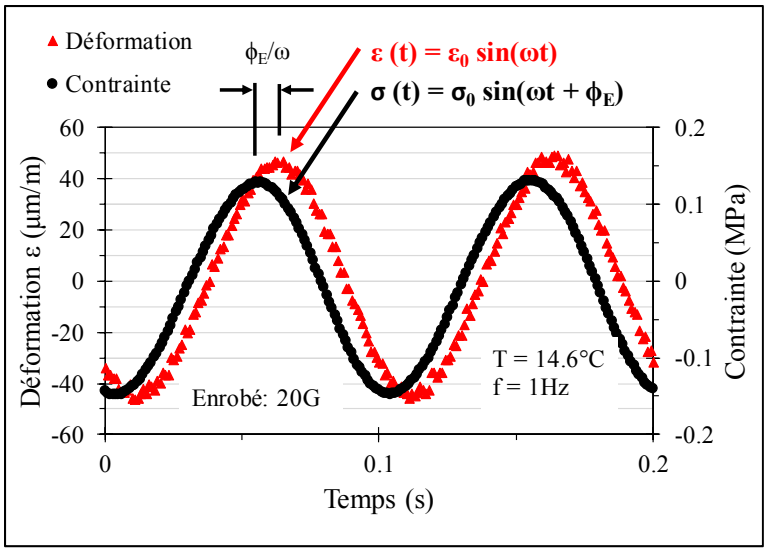


Figure 1.2 Variation de la contrainte et de la déformation lors d'un essai de module complexe réalisé à une fréquence de 1 Hz (T° = 14.6°C)

La notation vectorielle ou complexe peut aussi être utilisée pour exprimer le module complexe, soit : $E^* = E_1 + i\,E_2$. La partie E_1 représente l'énergie élastique emmagasinée dans le matériau

sous sollicitation (libérée lorsque la sollicitation est nulle). La partie E_2 représente l'énergie dissipée dans le matériau sous sollicitation notamment sous forme de chaleur (Lamothe, 2014).

1.4.2 Principe d'équivalence temps-température

Le module complexe d'un enrobé est une fonction de deux variables indépendantes, soit la température (T°) et la fréquence de sollicitation (fr) ou pulsation (ω) (Bilodeau, 2012). Ainsi, le module complexe d'un enrobé s'exprime toujours en fonction de la température et de la fréquence d'essai, sans quoi la valeur de module n'a aucune signification. À l'examen des courbes isothermes de résultats de module complexe d'un enrobé, on remarque qu'une même valeur de la norme du module complexe peut s'obtenir pour plusieurs couples T°-fr (Figure 1.3). Cette propriété se nomme principe de superposition temps-température PSTT (*Time-Temperature Superposition Principle, TTSP*). De plus, lorsque les points expérimentaux permettent de définir une courbe unique dans le plan Cole-Cole et l'espace de Black, le matériau obéit ainsi au principe de superposition temps-température (Di Benedetto & Corté, 2005b).

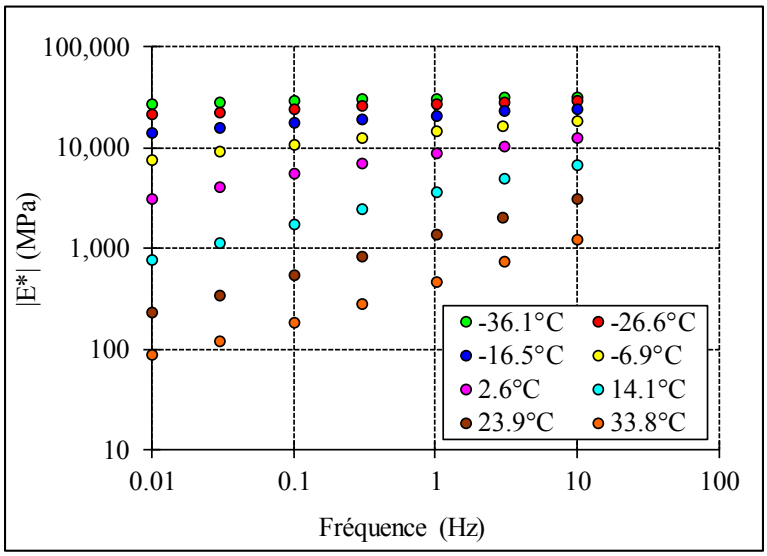


Figure 1.3 Courbes isotherme des résultats de module complexe pour l'enrobé REF-HL avec bitume PG70-28

L'équivalence fréquence-température présume que l'on peut exprimer le module complexe en fonction que d'une seule variable : E* = E*(fr(T°)). Les matériaux qui vérifient cette propriété sont qualifiés de thermo-rhéologiquement simples et l'on peut dire que :

$$E^*\left(fr_1, T_1^\circ\right) = E^*\left(fr_2, T_2^\circ\right) \tag{1.4}$$

En utilisant le PSTT on peut construire une courbe unique (log|E*|, log(f_{eq})) ou (ϕ_E, log(f_{eq})) pour une température de référence (T_{ref}). Ces courbes se nomment "courbes maîtresses" et sont obtenues par translation parallèle à l'axe des fréquences de chaque isotherme par rapport à l'isotherme de référence T_{ref}. Les coefficients de translation (a_T) sont choisis pour chaque isotherme par rapport à l'isotherme de référence T_{ref}. Le produit du coefficient de translation (a_T) et de la fréquence (fr) se nomme fréquence équivalente (f_{eq}). La fonction de William, Landel et Ferry (Ferry, 1980) est souvent utilisée pour décrire l'évolution des a_T en fonction de la température où les constantes C_1 et C_2 varient en fonction de la température de référence (1.6).

$$E^*\left(fr, T^\circ\right) = E^*\left(a_T fr, T_{ref}^\circ\right) \tag{1.5}$$

$$\log\left(a_T\right) = -\frac{C_1\left(T - T_0\right)}{C_2 + T - T_0} \tag{1.6}$$

Notons que les constantes C_1 et C_2 sont spécifiques à une température de référence. On peut transposer ces constantes pour une autre température de référence suivant les relations suivantes :

$$C_1^{T_{ref2}} = \frac{C_1^{T_{ref1}} * C_2^{T_{ref1}}}{C_2^{T_{ref2}}} \tag{1.7}$$

$$C_2^{T_{ref2}} = C_2^{T_{ref1}} - T_{ref1} + T_{ref2} \tag{1.8}$$

1.4.3 Modélisation du comportement viscoélastique linéaire

Toute combinaison de ressorts (élément élastique) et d'amortisseurs linéaires (éléments visqueux newtoniens) constitue un modèle viscoélastique linéaire (VEL) analogique (Ferry, 1980). De nombreux modèles combinant ressorts et amortisseurs linéaires sont utilisés pour décrire le comportement VEL des liants et enrobés bitumineux, les combinaisons les plus simples étant les modèles de Maxwell et de Kelvin-Voigt tels qu'illustrés à la Figure 1.4 (Olard, 2003). En créant des associations plus complexes d'un nombre discret *n* d'éléments de Maxwell ou de Kelvin-Voigt, il est possible de décrire de façon satisfaisante le comportement des liants et des enrobés (Olard, 2003). Or, ces assemblages discrets ne sont pas toujours appropriés pour décrire un comportement VEL complexe.

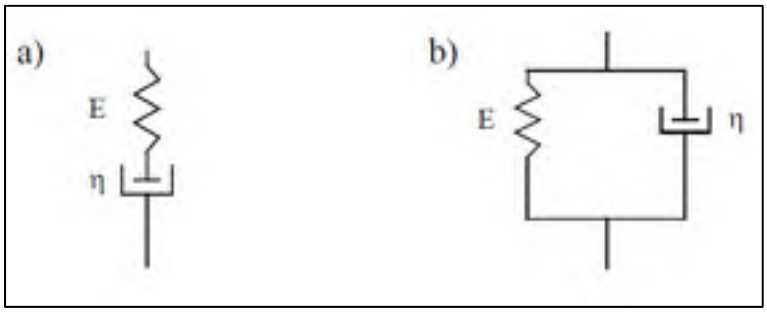


Figure 1.4 Élément de Maxwell (a) et de Kelvin-Voigt (b)
Tirée de Olard (2003)

On peut décrire le comportement VEL des liants et des enrobés par une approche considérant un spectre continu. Les différents modèles ayant un spectre continu peuvent se classer selon deux catégories : 1) modèles avec expression analytique empirique, 2) modèles analytiques avancés (Olard, 2003). Les modèles analytiques avancés sont préférables aux modèles analytiques empiriques, car ils ont une signification et une représentation physique (Olard, 2003).

Le modèle 2S2P1D est une adaptation du modèle analytique avancé de Huet-Sayegh et permet une meilleure modélisation des résultats pour les très basses fréquences et hautes températures (Olard, 2003). Le modèle 2S2P1D (Figure 1.5) consiste en une combinaison d'éléments analogiques simples et tient son nom des éléments qui le composent : 2 ressorts (*springs*), 2 éléments paraboliques (*parabolic*) et 1 amortisseur linéaire (*dashpot*). Tout comme le modèle Huet-Sayegh, le modèle 2S2P1D introduit un spectre continu ce qui signifie qu'il peut être représenté par une infinité d'éléments de Kelvin-Voigt en série ou d'éléments de Maxwell en parallèle (Olard, 2003).

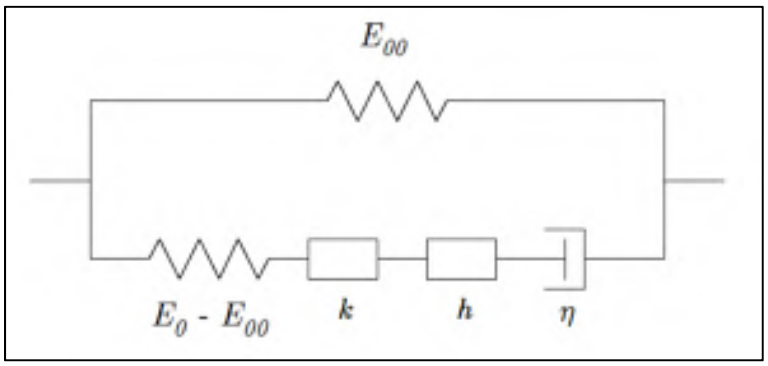


Figure 1.5 Représentation du modèle 2S2P1D
Tirée de Olard (2003)

Pour une température donnée, le modèle possède 7 constantes et le module complexe est défini par l'équation suivante :

$$E^*_{2S2P1D}(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau_E)^{-k} + (j\omega\tau_E)^{-h} + (j\omega\beta\tau_E)^{-1}} \tag{1.9}$$

- *k*, *h* : exposants tels que $0<k<h<1$;
- δ : constante de calibration;
- E_{00} (module statique) module lorsque $\omega \rightarrow 0$;
- E_0 (module vitreux) module lorsque $\omega \rightarrow \infty$;

- τ_E : temps caractéristique dont la valeur dépend uniquement de la température : ($\tau_E = \tau_{0E} \cdot a_T$);
- β : est une constante qui dépend de la viscosité de l'amortisseur $\eta = (E_0\text{-}E_{00})\ \beta\tau_E$

En considérant le PSTT, l'évolution de τ_E peut se décrire par la fonction WLF, le nombre de paramètres de modélisation est de 9.

1.5 Effet de l'eau sur les caractéristiques des enrobés

La durabilité est l'une des propriétés les plus importantes d'un enrobé. Malgré le fait que tous les efforts soient mis en branle pour empêcher l'eau de pénétrer dans la structure d'une chaussée, l'eau réussit souvent à se frayer un chemin. L'eau pénètre dans la structure d'une chaussée soit par infiltration à travers les matériaux de surface et les accotements, par la fonte de glace lors des cycles de gel-dégel, par action de remontée capillaire et par les variations annuelles de la nappe phréatique tel qu'illustré à la Figure 1.6. Ainsi, on doit considérer l'impact de l'eau sur les matériaux de chaussée, notamment l'eau sous la forme gazeuse, liquide ou solide. La résistance à l'endommagement à l'eau est très critique au niveau de la performance à long terme des enrobés (Sebaaly, Hajj, Sathanathan, & Shivakolunthar, 2017).

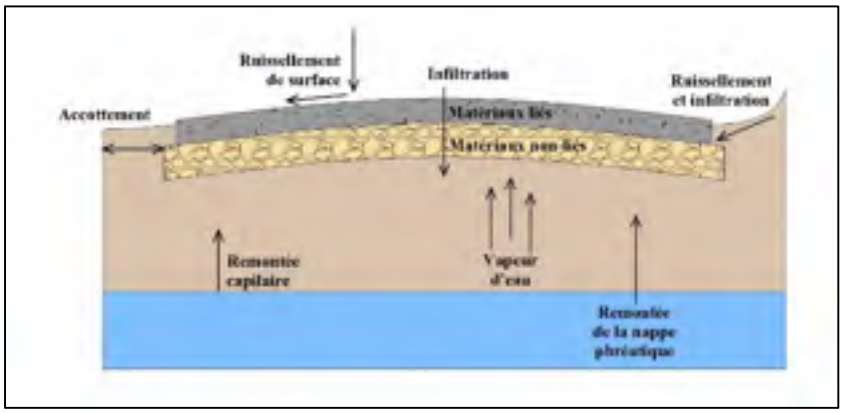


Figure 1.6 Différents modes de pénétration de l'eau dans la structure d'une chaussée

1.5.1 Description du phénomène de sensibilité à l'eau

Dans le cas des enrobés, l'eau possède une plus grande affinité pour la surface des granulats que le bitume. En effet, l'eau est considérée comme le principal compétiteur de l'adhérence bitume-granulat (Jolicoeur & Otis, 2006). L'eau peut ainsi chasser le bitume de la surface du granulat ce qui engendre une diminution des propriétés mécaniques de l'enrobé (Ramond & Lesueur, 2004). On nomme ce phénomène désenrobage (N. Little & A. Epps, 2006; Yilmaz & Sargin, 2012). Le désenrobage est responsable d'une diminution des propriétés mécaniques de l'enrobé. Par contre, on peut aussi retrouver une diminution des propriétés mécaniques de l'enrobé sans désenrobage. Dans ce cas, le phénomène responsable serait une modification de la cohésion du bitume par l'eau (N. Little & A. Epps, 2006). Ainsi, on utilise le terme sensibilité à l'eau pour définir les phénomènes de désenrobage et de diminution de cohésion du bitume (N. Little & A. Epps, 2006).

La Figure 1.7 illustre trois modes de rupture de la liaison bitume-granulat. Lorsque la fissure se produit dans les molécules du bitume, la rupture est qualifiée de *fissure cohésive du liant (cohésion du liant)*. Lorsque la séparation se produit à l'interface granulat-bitume, la rupture est qualifiée de *faille adhésive*. Lorsque la fissuration se produit dans les molécules du granulat, la rupture est qualifiée de *fissure cohésive du substrat (cohésion du granulat)* (Pinzon, 2004).

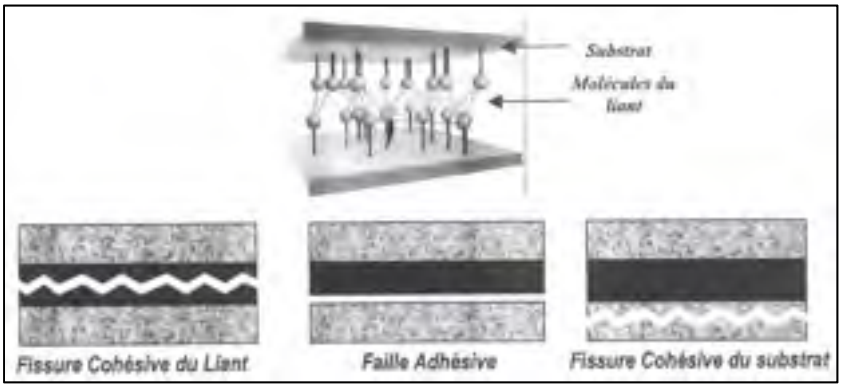


Figure 1.7 Modes de rupture de la liaison bitume-granulat
Tirée de Pinzon (2004)

1.5.2 Description du phénomène de gel-dégel

Les régions avec un climat de type chaud humide et froid sec sont les plus problématiques pour les enrobés lorsqu'il y a présence d'eau (N. Little & A. Epps, 2006; Sebaaly et al., 2017). Dans les climats de type froid-sec, les enrobés sont soumis à de grandes variations de température en fonction des saisons. Lorsque les températures se retrouvent sous le point de congélation, l'eau présente dans les vides d'un enrobé gèle et prend de l'expansion. Au Québec, le nombre de cycles de gel-dégel que peut subir un enrobé bitumineux lors d'un hiver type varie entre 22 et 77 (Lamothe, 2014). L'exposition aux cycles de gel-dégel répétés est l'une des principales sources d'endommagement des enrobés exposés à des climats froids tels que le Canada (El-Hakim & Tighe, 2014). L'effet des cycles de gel-dégel se traduit par une augmentation de la teneur en vides des enrobés (Feng, Yi, Wang, & Chen, 2010; Özgan & Serin, 2013; Xu, Guo, & Tan, 2015, 2016; Yan, Ge, You, & Wang, 2015). Cela a pour conséquence de faciliter encore plus la pénétration de l'eau dans les vides de l'enrobé (Xu et al., 2016).

1.5.3 Adhésion bitume-granulat

À titre de rappel, le terme adhésion correspond au phénomène de liaison physico-chimique entre deux matériaux tandis que le terme adhérence décrit l'état d'une chose qui colle ou tient à une autre (Jolicoeur & Otis, 2006). Dans le phénomène d'adhésion bitume-granulat, on distingue deux phases (Pinzon, 2004). La première se déroule durant le malaxage au cours duquel le bitume mouille et couvre la surface des particules du granulat : "Adhésivité active". La deuxième phase est importante pendant la durée de vie du matériau et correspond à la résistance du bitume à se décoller de la surface des particules du granulat lorsque l'eau essaie de pénétrer à l'interface : "Adhésivité passive"(Pinzon, 2004).

Le phénomène d'adhésion ne peut être expliqué par un seul mécanisme, mais bien par une combinaison de mécanismes (Bagampadde, Isacsson, & Kiggundu, 2004; Bahia, Moraes, & Velasquez, 2012; Hefer & Little, 2005; Hicks, 1991). Quatre mécanismes permettent d'expliquer l'adhésion du bitume à la surface d'un granulat, soit : 1) ancrage mécanique, 2) forces électrostatiques, 3) énergies de surfaces et, 4) liaisons chimiques.

1.5.3.1 Ancrage mécanique

Le mécanisme d'ancrage mécanique est le plus intuitif pour décrire le phénomène d'adhésion du bitume au granulat et implique l'ancrage mécanique du bitume dans les pores, cavités et aspérités superficielles des particules du granulat à l'échelle macroscopique (Hefer & Little, 2005). Plus la texture de surface du granulat est rugueuse, plus l'adhérence sera favorisée (Hicks, 1991).

1.5.3.2 Attraction électrostatique

En présence de deux matériaux de charges électrostatiques de signe opposés, ceux-ci s'attirent mutuellement pour être en contact physique (Hefer & Little, 2005). Selon Curtis, Ensley, et Epps (1993), le bitume contient des groupes polaires qui sont attirés par quelques minéraux à la surface des granulats. Ainsi, lorsque le bitume est chaud, les molécules du bitume peuvent se déplacer et s'orienter pour se lier par l'attraction aux charges électriques de signes opposées présente sur la surface du granulat. La liaison qui se crée peut être de type polaire, de type liaisons d'hydrogènes ou de type Van der Waals (Pinzon, 2004).

1.5.3.3 Liaison chimique

Le mécanisme de liaison chimique bitume-granulat est basé sur le fait que les composés acides et basiques du bitume et des granulats réagissent pour former des composés insolubles dans l'eau (Pinzon, 2004). Cela se produit lors du malaxage du bitume avec les granulats. Les différents composés chimiques du bitume entrent en contact avec les composés chimiques présents sur la surface des granulats pour former des liaisons chimiques (Curtis et al., 1993). Selon le concept acide-base de Lewis, un acide est un accepteur d'électrons et une base est un donneur d'électrons. Le potentiel de liaison chimique est meilleur entre un matériau acide et un matériau basique que pour deux matériaux de même nature.

Au niveau des composés chimiques du bitume, ce sont les acides carboxyliques (non polaires) qui jouent un rôle important au niveau de la liaison chimique (Hefer & Little, 2005). Même si

les bitumes sont considérés comme des matériaux amphotères, c'est-à-dire qu'ils peuvent agir à la fois comme un acide ou comme une base, ils sont généralement considérés comme des matériaux acides lors de l'étude de la formation de liaison bitume-granulat (Stuart, 1990). Ainsi, il y a une plus grande affinité entre le bitume et les granulats calcaires composés de carbonates de calcium qu'avec les granulats acides (quartzite, granite) qui sont composés de silicates (Pinzon, 2004).

1.5.3.4 Énergie de surfaces libres

À la surface d'un matériau, il y a un certain nombre de liaisons non saturées contrairement aux liaisons internes, ce qui donne aux éléments de la surface un état d'énergie différent des éléments internes (Figure 1.8). On retrouve alors un surplus d'énergie pour les liaisons en surface par rapport aux liaisons internes (Darque-Ceretti & Felder, 2003). Les molécules en surface sont attirées au sein du matériau et dans le cas d'un liquide cela conduit à minimiser l'aire de la surface (Friedli, 2002). Les termes énergie de surface et énergie libres de surface sont souvent utilisés pour décrire cette quantité d'énergie.

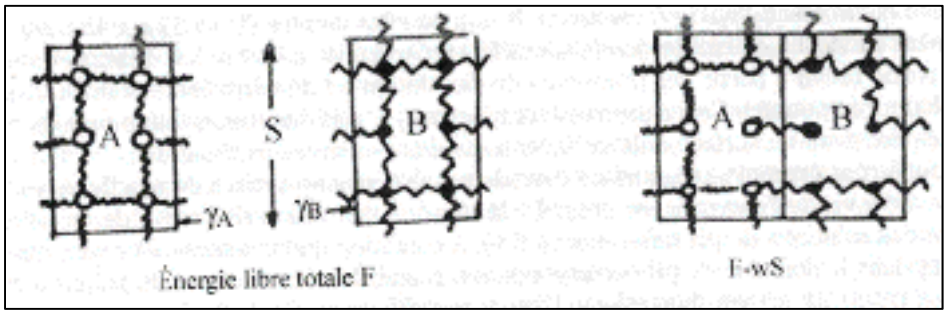


Figure 1.8 Schéma des liaisons non saturées en surface
Tirée de Darque-Ceretti et Felder (2003)

Plusieurs théories expliquent l'origine des énergies libres de surface, dont la théorie des deux composantes et la théorie des trois composantes de Good-van Oss-Chaudhury (GVOC) (aussi appelé théorie acide-base). Fowkes (1964) a introduit l'idée que l'énergie libre de surface est composée de deux composantes, soit les forces de dispersion (interactions intermoléculaires non polaires telles que les forces Lifshitz-Van der Waals (LW)) et les forces reliées à

l'interaction spécifique telle que les liaisons hydrogène (polaires). Il a aussi proposé que l'énergie libre de surface totale ou la tension de surface soit une combinaison linéaire de ces interactions et s'écrit de la façon suivante (Fowkes, 1964):

$$\gamma^{Total} = \gamma^{Dispersive} + \gamma^{Spécifique} \tag{1-10}$$

Selon la théorie de GVOC, l'énergie libre de surface totale d'un matériau correspond à la somme des trois composantes suivantes : 1) composante non polaire, soit les forces dispersives Van der Waals (γ^{LW}), 2) composante acide de Lewis (γ^{+}), 3) composante basique de Lewis (γ^{-}) (Van Oss, Chaudhury, & Good, 1988). Selon la théorie acide-base de Lewis, un acide est un accepteur d'une paire d'électrons (γ^{+}) tandis qu'une base est un donneur d'une paire d'électrons (γ^{-}). L'énergie libre de surface s'obtient en combinant ces trois composantes de la façon suivante (Van Oss et al., 1988):

$$\gamma^{Total} = \gamma^{LW} + \gamma^{+-} = \gamma^{LW} + 2\sqrt{\gamma^{+}\gamma^{-}} \tag{1-11}$$

Dans le cas d'un système bitume-granulat, la liaison bitume-granulat est rendue possible grâce à la présence de liaison non saturée en surface de chacun des deux matériaux. Les notions présentées dans cette section permettent de quantifier le travail d'adhérence entre deux matériaux (bitume-granulat) notamment avec l'aide de la théorie acide-base (Bhasin, Masad, Little, & Lytton, 2006):

$$W_{AB} = 2\sqrt{\gamma_A^{LW}\gamma_B^{LW}} + 2\sqrt{\gamma_A^{+}\gamma_B^{-}} + 2\sqrt{\gamma_A^{-}\gamma_B^{+}} \tag{1-12}$$

1.5.4 Effet de l'eau sur l'adhérence bitume-granulat

Selon Weldegiorgis et Tarefder (2015), la diminution des performances d'un enrobé en présence d'eau est causée par une dégradation de l'adhérence bitume-granulat. L'endommagement par l'eau s'explique non pas par un seul, mais bien par une combinaison

de mécanismes. Kiggundu et Roberts (1988) proposent des relations entre les mécanismes qui expliquent l'adhésion bitume-granulat et les mécanismes d'action responsable d'une dégradation de l'adhérence (Tableau 1.1). Or, même en mettant en évidence les interactions entre les mécanismes d'adhésion et les mécanismes de dégradation, il en convient de dire que le processus de sensibilité à l'eau est fort complexe (N. Little & A. Epps, 2006; Yilmaz & Sargin, 2012).

Tableau 1.1 Relation entre les mécanismes d'adhésion bitume-granulat et les mécanismes de dégradation de l'adhérence
Adapté de Kiggundu et Roberts (1988)

		Théorie								
		Ancrage mécanique			**Liaison chimique**			**Énergie de surface**		
	Mécanisme d'action	**P**	**C**	**P-C**	**P**	**C**	**P-C**	**P**	**C**	**P-C**
Mécanismes responsables de la dégradation de l'adhérence	**Détachement**	S						S	W	
	Déplacement					S		S		
	Émulsification spontanée				S	W				
	Rupture du film	S								
	Pression dans les pores	S								
	Décapage hydraulique	S								
	Instabilité du pH					S				S
P = physique, C= chimique, P-C = physico-chimique, S = contributeur primaire, W = contributeur secondaire										

Détachement

Le détachement est défini comme la séparation du film de bitume de la surface d'un granulat par un mince film d'eau sans qu'il y ait dommage apparent dans le film de bitume (Lamothe, 2014).

Déplacement

Le déplacement se déroule lorsque le bitume est déplacé de la surface des granulats par l'eau. Cela est causé par une plus grande affinité de l'eau pour la surface des granulats (Taylor & Airey, 2015). Contrairement au détachement, le déplacement du bitume est causé par l'eau qui atteint la surface des granulats par une faille dans le film de bitume. Cette faille peut être due à plusieurs facteurs, dont un enrobage incomplet des granulats, une rupture du film de bitume, aux arêtes des granulats ou bien par la présence de substances étrangères sur la surface des granulats (Lamothe, 2014).

Émulsification spontanée

L'émulsification spontanée est la création d'une émulsion inverse de gouttelettes d'eau en suspension dans le bitume. Le bitume forme la phase continue et l'eau la phase discontinue. Toutefois, le mécanisme est réversible si l'eau est évaporée (Lamothe, 2014). Ce mécanisme s'accentue lorsque la température de l'enrobé est élevée (Taylor & Airey, 2015).

Rupture du film

La rupture du film de bitume ou l'apparition de microfissures génèrent une perte de l'intégrité structurelle de l'enrobé et de nouvelles voies d'accès pour le transport de l'humidité (Caro, Masad, Bhasin, & Little, 2008). Cela se produit de façon générale aux arêtes vives des granulats où le film de bitume est mince ou bien en présence de poussière sur le granulat (Lamothe, 2014).

Pression dans les pores

Le développement d'une pression interstitielle élevée de l'eau généré par le passage des véhicules sur une chaussée peut favoriser l'apparition de microfissures dans le mastic ou bien la rupture du film de bitume (Lamothe, 2014). De plus, lors du réchauffement de l'enrobé,

l'eau présente dans les pores du matériau se vaporise et est évacuée des pores des granulats. La pression de vaporisation créée par l'eau peut engendrer l'apparition de fissures au sein du mastic (P. Kandhal & Rickards, 2001).

Décapage hydraulique

En présence d'une surface de chaussée saturée en eau, le passage des véhicules crée une action de pompage de l'eau en surface ce qui peut engendrer le décollement du bitume de la surface des granulats (Taylor & Airey, 2015).

Changement du pH

Plusieurs types de minéraux réagissent avec l'eau et augmentent ainsi le pH. Dans un enrobé, si l'eau s'infiltre jusqu'à la surface des granulats, il se peut que le pH soit modifié. Dans certains cas, le pH atteint peut être suffisant pour ioniser et dissocier les molécules de bitume adsorbées (Scott, Schellekens, Vonk, & Wilson, 1977). Il ne peut y avoir présence de deux surfaces chargées de même signe, ce qui engendre la répulsion de ces deux couches et amplifie le phénomène de désenrobage (Scott et al., 1977).

1.5.5 Amélioration de l'adhérence bitume-granulat

Lorsque l'enrobage des granulats se fait dans des conditions favorables, les deux principaux ennemis de la liaison bitume-granulat sont l'eau et la poussière. Il va de soi que l'utilisation de granulats propres exempts de poussière améliore la liaison bitume-granulat. Par contre, lorsque l'enrobé est exposé à l'eau, on a souvent recours à l'utilisation d'un additif d'adhésivité pour limiter l'impact de l'eau sur la liaison bitume-granulat (Ramond & Lesueur, 2004). Des additifs d'adhésivité, connus aussi sous le nom « *anti-stripping* », sont souvent ajoutés aux enrobés bitumineux. L'objectif principal de ces additifs est d'améliorer l'adhérence bitume-granulat afin de diminuer la sensibilité à l'eau (Sebaaly et al., 2017). On classe les additifs d'adhésivité en deux grands groupes : additif liquide et chaux hydratée. Les additifs liquides sont en fait des tensioactifs qui ont pour objectif de réduire la tension de surface des granulats ce qui permet un meilleur mouillage (Sebaaly et al., 2017). Les principaux types d'additifs liquides sont les amines, les diamines et les polymères (N. Little & A. Epps, 2006). L'additif liquide est ajouté

au bitume ce qui en facilite l'utilisation. Par contre, cette méthode comporte trois principaux inconvénients : 1) retard au niveau de la migration de l'additif vers l'interface bitume-granulat, 2) risque d'hétérogénéité et 3) risque de dégradation de l'additif (Ramond & Lesueur, 2004). Bien que cette méthode soit efficace si le bon dosage en additif est utilisé, la majorité de l'additif utilisé ne parvient pas à l'interface. Pour que l'additif puisse migrer vers l'interface, la viscosité du bitume doit être suffisamment basse. Cette viscosité cible s'obtient lorsque l'enrobé est chaud. Lorsque l'enrobé refroidit, la viscosité du bitume augmente ce qui retarde ou même empêche la migration de l'additif vers l'interface. La migration lente des additifs au sein du bitume vers l'interface est la principale raison du manque d'efficacité de ce mode d'ajout (Hicks, 1991). De plus, le dosage en additif chimique est un paramètre important. Si le dosage est trop faible, la quantité d'additif à l'interface sera insuffisante. Par contre, si le dosage est trop élevé, il peut y avoir formation d'une zone plus sensible à l'eau et de résistance au cisaillement faible à l'interface (Bagampadde et al., 2004; Hicks, 1991).

La chaux hydratée ($Ca(OH)_2$) s'obtient en hydratant de la chaux vive (CaO) à l'aide d'équipements spécialisés. La chaux vive peut provenir soit du calcaire (carbonate de calcium $CaCO_3$) ou bien de la dolomite ($CaMg(CO_3)_2$) (Didier Lesueur, Joëlle Petit, & Hans-Josef Ritter, 2013). Les techniques d'ajout de chaux hydratée sont multiples : ajout de chaux hydratée sèche dans le malaxeur avec les matériaux secs, ajout de chaux hydratée en même temps que l'ajout de bitume dans le malaxeur, ajout de la chaux hydratée aux granulats suivis d'un temps de cure sèche durant plusieurs jours, préparation d'un mélange d'eau et de chaux hydratée (coulis) et introduction dans le tambour sécheur (N. Little & A. Epps, 2006). La chaux hydratée agit à la foi sur le granulat et sur le bitume (Didier Lesueur et al., 2013). La chaux permet la précipitation d'ions calcium (provenant de la chaux) sur la surface des granulats. Ces ions calciums forment des liaisons (sels insolubles dans l'eau) avec les composés acides du bitume (Didier Lesueur et al., 2013). Selon Didier Lesueur et al. (2013), le processus de modification de surface des granulats n'est pas le seul mécanisme à l'action en présence de chaux hydratée puisque l'on note aussi une augmentation de l'adhérence bitume-granulat même lorsque des granulats calcaires sont utilisés.

La chaux hydratée réagit chimiquement avec le bitume. Il est connu que la chaux hydratée ralentit le potentiel de vieillissement du bitume (Lesueur et al., 2016; Dallas N Little & Petersen, 2005; N. Little & A. Epps, 2006). De plus, la chaux hydratée améliore la durabilité face aux cycles de gel-dégel (Akbari & Modarres, 2017).L'interaction entre la chaux et le bitume peut s'expliquer par deux phénomènes :

- les composés polaires du bitume sont neutralisés et adsorbés sur les particules de chaux hydratée (Dallas N Little & Petersen, 2005). Puisque ces composés sont sensibles au vieillissement, le fait qu'ils soient neutralisés ralentit ainsi le processus de vieillissement du bitume (Didier Lesueur et al., 2013);
- les composés polaires ne peuvent migrer vers l'interface bitume-granulat puisqu'ils sont neutralisés par la chaux (Didier Lesueur et al., 2013). Ainsi, seuls les composés tensioactifs cationiques (ex : amines) du bitume peuvent migrer vers l'interface (Bagampadde et al., 2004; Hicks, 1991; Didier Lesueur et al., 2013). Ces composés ne sont pas déplacés facilement par l'eau (Curtis et al., 1993; Hicks, 1991). On note ainsi une diminution de la sensibilité à l'eau lorsque la chaux est ajoutée au bitume (S.-C. Huang, Robertson, Branthaver, & Petersen, 2005).

Le dosage conventionnel en chaux hydratée varie entre 1,0 % et 1,5 % de la masse de granulat (Hicks, 1991; Didier Lesueur et al., 2013). Par contre, pour des granulats avec des valeurs de surface spécifique plus élevées, le dosage en chaux peut être plus élevé.

1.5.6 Essais de caractérisation de l'effet de l'eau sur les caractéristiques des EB

L'évaluation de l'effet de l'eau sur les caractéristiques d'un EB peut se faire par l'un des trois types d'essais suivant (Pinzon, 2004):

- essais de caractérisation de l'interface bitume-granulat;
- essais qualitatifs de l'augmentation de surface par décollement du bitume;
- essais d'évaluation des pertes de propriétés mécaniques.

Parmi les essais de caractérisation de l'interface bitume-granulat, un essai nommé *Net Adsorption Test* permet de choisir des couples bitume-granulat et d'en évaluer leur comptabilité (Curtis et al., 1993). L'essai est divisé en deux étapes. Dans un premier temps, les granulats sont trempés dans une solution composée de bitume dilué dans un solvant (toluène). La quantité de bitume restante dans la solution et la quantité de bitume adsorbée sur les granulats sont toutes les deux déterminées par spectrométrie. Par la suite, les granulats sont lavés à l'eau et la quantité de bitume désorbé par l'eau est mesurée par spectrométrie. La quantité de bitume restante sur les granulats permet une comparaison directe entre les différents couples bitume-granulat. Par contre, aucune étude n'a encore été réalisée afin de valider ce type d'essai par rapport au comportement in situ des EB (Pinzon, 2004).

De façon générale, le principe des essais qualitatifs de décollement du bitume consiste à immerger dans l'eau une fraction granulaire enrobée de bitume pendant un certain temps. Au Québec, le ministère des Transports (MTQ) a mis sur pied une méthode d'essai intitulé *LC25-009 : Évaluation de la résistance d'un liant bitumineux au désenrobage en fonction d'une source granulaire donnée*. Pour cet essai, une quantité fixe de granulats enrobés de bitume sont immergés dans des béchers remplis d'une solution d'eau déminéralisée à température ambiante. Les béchers sont placés sur une table agitatrice durant 24 heures. Le principal désavantage de ces essais réside dans le fait que l'appréciation de la surface enrobée se fait visuellement par un évaluateur d'expérience. Par contre, l'avantage de ces essais est qu'ils sont très faciles, simples et rapides à réaliser (Pinzon, 2004).

Finalement, le dernier type d'essai d'évaluation de l'effet de l'eau est les essais d'évaluation de pertes de propriétés mécaniques. Pour ces essais, la détérioration de l'enrobé par l'eau est définie comme étant le changement de la propriété du matériau étudié évalué avant et après trempage dans l'eau (Pinzon, 2004). Le trempage dans l'eau des éprouvettes se déroule en deux étapes : 1) saturation en eau des pores sous pression atmosphérique ou de façon forcée (sous vide), 2) trempage dans l'eau pour une durée déterminée. L'évaluation de la détérioration des propriétés mécaniques peut se faire avec des essais destructifs ou non destructifs. Une liste exhaustive des différents essais destructifs est présentée dans la thèse de (Pinzon, 2004). Les

principaux désavantages des essais destructifs sont qu'ils sont longs à réaliser, nécessitent une grande quantité de matériau et présentent une faible répétabilité.

Les essais de type non destructifs sont plus efficaces que les essais destructifs pour mesurer la dégradation des éprouvettes due à l'eau, car ils permettent de recueillir plus d'informations, et ce, avec moins d'éprouvettes et de séries de mesures (Pinzon, 2004). Parmi les essais non destructifs, il y a la mesure du module résilient et la mesure du module complexe. La mesure du module résilient se fait au moyen d'essai triaxial ou bien d'essai de traction. Par contre, la mesure du module résilient n'offre pas une bonne répétabilité et par le fait même, ne permet pas de mesurer avec précision la dégradation des éprouvettes dues à l'eau (Pinzon, 2004).

La mesure du module complexe d'un enrobé vise à quantifier dans le domaine des petites déformations la rigidité d'un enrobé soumis à des cycles de traction-compression. Étant donné le comportement viscoélastique des enrobés, cet essai permet d'évaluer la dépendance de la rigidité vis-à-vis de la température (thermique) et la fréquence de sollicitation (cinétique). En opposition à l'essai de module résilient, la mesure du module complexe peut se faire selon plusieurs températures et plusieurs fréquences ce qui permet d'obtenir plus d'informations que les essais à chargement uniaxial et monotone (module résilient) sur le comportement thermique et cinétique des éprouvettes testées (Pinzon, 2004). De plus, les résultats d'un essai de module complexe sont plus quantitatifs que ceux d'un essai destructif où les résultats sont plutôt de type qualitatif (Lamothe, 2014).

La majorité des études de la sensibilité à l'eau des enrobés se fait au moyen d'essais mécaniques réalisés sur des éprouvettes en condition sèche et humide. Les résultats de ces essais sont faciles à interpréter et permettent une appréciation « grossière » de la sensibilité à l'eau. Or, malgré ces avantages et le fait que ces essais soient populaires et simples à réaliser, ils présentent les principaux désavantages suivants (Bhasin et al., 2006) :

- corrélation faible avec les performances en chantier ;
- longue durée des essais ;

- impossibilité d'associer les propriétés des matériaux avec les mécanismes qui causent le dommage dû à l'eau ;
- impossibilité d'identifier des mesures correctives pour répondre aux mécanismes de rupture.

Les méthodes traditionnelles d'évaluation de la sensibilité à l'eau sont utiles aux fins d'analyse comparative de la sensibilité à l'eau de différents EB, mais elles ne mettent pas l'accent sur la mesure des propriétés fondamentales des matériaux reliés aux mécanismes décrits (Bhasin et al., 2006).

1.6 Utilisation du verre dans les enrobés bitumineux

1.6.1 Historique

Les premiers essais réalisés sur les EB avec verre ont débuté vers la fin des années 60 (Watson, 1988). Les premières expériences en laboratoire ont été réalisées avec des EB où les granulats conventionnels ont été remplacés à 100% par du verre (Malisch, Day, & Wixson, 1970). Les travaux de cette recherche ont mené à la première planche d'essai à Toledo en Ohio en octobre 1969. La publicité engendrée par ce projet a créé un vaste intérêt pour l'utilisation des EB avec verre. Au total, une vingtaine de planches d'essais ont été réalisées d'octobre 1969 à septembre 1971 dans divers endroits aux États-Unis et au Canada (Malisch et al., 1970).

Selon un rapport du *Departement of Transportation* de l'état du Connectitut publié en 1989, des EB avec verre ont été mis en place avec succès sur un total d'au moins 45 sites différents entre 1969 et 1988 (Dembickl, 1992). Cela s'est fait principalement dans des endroits avec faible volume de circulation et faible vitesse de circulation, situé aux États-Unis et au Canada. Malgré le fait que les résultats obtenus aient été satisfaisants pour certaines applications, l'idée d'utiliser du verre dans les EB a été abandonnée dû au coût d'achat élevé du verre (Watson, 1988). L'idée a refait surface vers la fin des années 80 puisque les coûts de disposition du verre dans les sites d'enfouissement étaient très élevés. L'utilisation de verre dans les EB devenait donc une solution possiblement rentable. À cette époque, un EB avec verre coutait plus cher

qu'un EB conventionnel (Dembickl, 1992). La profitabilité économique de l'utilisation du verre dépend beaucoup des coûts en approvisionnement du verre qui sont influencés par les coûts de transports et de concassage (Hughes, 1990). Les principaux problèmes reliés à l'utilisation du verre dans les EB sont les suivants (Prithvi S Kandhal, 1993) :

- manque d'adhérence entre le bitume et le verre;
- perte d'adhérence entre la surface de roulement et les pneus des véhicules;
- bris des particules de verre grossières;
- augmentation du risque d'arrachement;
- augmentation de la sensibilité du mélange à l'eau.

L'augmentation de la sensibilité à l'eau causée par l'utilisation de granulats de verre est un phénomène connu dans la littérature (Airey, Collop, & Thom, 2004; Lachance-Tremblay, Vaillancourt, & Perraton, 2014; Maupin, 1998; Raschia, Badeli, Carter, Graziani, & Perraton, 2018; Su & Chen, 2002).

1.6.2 Sommaire des résultats des recherches menées jusqu'à présent sur les enrobés avec verre

Su et Chen (2002) ont noté une diminution de la stabilité Marshall des enrobés avec verre, mais les performances de ces enrobés respectait tout de même les exigences. De plus, des mesures de réflexion de la lumière et d'adhérence ont été réalisées sur des tronçons avec verre (dosage de 10 %) et une augmentation de la réflexion de la lumière et de l'adhérence ont été notées. Androjić et Dimter (2016) ont montré que le remplacement de granulats conventionnels par des granulats de verre d'une taille supérieure à 4 mm avait pour effet de diminuer la stabilité Marshall.

Arabani (2011) a mené une étude dans laquelle des enrobés avec différents dosages en chaux hydratée (3 à 5 %) et dosages en verre (0, 5, 10, 15 et 20 %) ont été testés. Les résultats ont montré une augmentation de la stabilité Marshall et de la rigidité (essai de traction indirecte) jusqu'à un dosage de 15 % en verre, qui s'est avéré être le dosage optimal. Au-delà de 15 %,

une diminution de la rigidité et de la stabilité était notée. Selon ces chercheurs, l'augmentation de la rigidité serait attribuée à deux facteurs : 1) augmentation de l'adhérence bitume-verre due à l'utilisation de chaux hydratée, 2) augmentation des forces de friction au sein du matériau dû à l'angularité élevé des granulats de verre (Arabani, 2011). Or, la surface lisse du verre et le manque d'absorption du bitume par le verre pourraient être responsables de la diminution de la rigidité observée au-delà d'un certain dosage en granulats de verre. Les résultats ont aussi montré que la réduction de la rigidité associée à une augmentation de la température d'un enrobé avec verre serait moindre que la réduction de la rigidité d'un enrobé conventionnel.

Dans une autre recherche menée par Arabani et Kamboozia (2014), plus de détails sont fournis concernant l'augmentation de la rigidité (essai de traction indirecte) d'enrobé avec granulats de verre et 4 % de chaux hydratée. Comparativement à un enrobé conventionnel, l'enrobé avec verre et chaux hydratée a une rigidité plus élevée pour les températures de 5, 15 et 25°C. Les enrobés étant des matériaux thermosensibles, leur rigidité est fortement tributaire de la température. Selon Arabani (2011), l'utilisation de granulat de verre modifie le comportement rhéologie des enrobés. La perte de rigidité liée à une augmentation de la température de l'enrobé est atténuée lorsque des granulats de verre sont utilisés. Par exemple, pour une augmentation de température de 5° à 25°C, la diminution de la rigidité pour un enrobé conventionnel est de 70 % tandis qu'elle est de 50 % pour l'enrobé avec verre (Arabani & Kamboozia, 2014). On observe ainsi une modification de la rhéologie de l'enrobé due à la présence de granulats de verre.

Une recherche menée par Shafabakhsh et Sajed (2014) a aussi montré que l'utilisation de granulats de verre avec de la chaux hydratée (dosage non disponible) augmente la rigidité (essai de traction indirecte) d'un enrobé. Cette augmentation de rigidité est observée jusqu'à un dosage optimal (15 % de granulats de verre) où l'on observe ensuite une diminution de la rigidité (20 % de granulats de verre). Selon les auteurs, l'augmentation de la rigidité serait due à la forte angularité des granulats de verre ce qui augmente les forces de friction intergranulaire. Or, en augmentant le dosage en granulat de verre au-delà d'un seuil critique, l'abondance de granulat de verre cause un glissement des particules les unes aux autres, ce qui diminue la

rigidité de l'enrobé (Shafabakhsh & Sajed, 2014). De plus, l'augmentation des forces de friction intergranulaire due aux granulats de verre serait responsable d'une augmentation de la résistance aux déformations permanentes et à l'orniérage, et ce, pour tous les dosages en verre étudiés en comparaison avec un enrobé conventionnel.

Cependant, Airey et al. (2004) soulignent que le remplacement des granulats conventionnels par des granulats de verre (dosage de 50 %, distribution granulométrique non disponible) a un impact négligeable sur la rigidité de l'enrobé (essai de traction indirecte). De plus, selon ces auteurs, l'utilisation de granulats de verre aurait pour effet de diminuer la résistance à l'orniérage des enrobés puisque le verre a une surface lisse, ce qui diminue les forces de friction intergranulaire. Les résultats ont aussi montré que l'utilisation de granulats de verre diminue la sensibilité au vieillissement de l'enrobé. Pour valider cette affirmation, les auteurs ont mesuré la rigidité d'éprouvettes de différents enrobés (c.-à-d. avec et sans granulats de verre) après avoir imposé un vieillissement des éprouvettes. Le vieillissement a été simulé en chauffant les éprouvettes compactées dans une étuve à une température de 85°C pendant une période de 120 heures. Afin de vérifier la sensibilité au vieillissement, le ratio entre la rigidité après vieillissement et la rigidité initiale a été calculé. Les résultats ont montré que les enrobés avec verre ont un ratio de rigidité après vieillissement inférieur à celui de l'enrobé conventionnel. Cela indique que les enrobés avec verre sont moins sensibles au vieillissement. Cette diminution de sensibilité est possiblement due à la faible absorption des particules de verre, réduisant alors le potentiel de migration des composés légers du bitume vers les pores des particules de verre (Airey et al., 2004). Finalement, dans cette recherche aucune différence de comportement au niveau de la performance à la fatigue n'a été notée entre un enrobé conventionnel et un enrobé avec granulats de verre.

Des essais avec un filler de verre ont été menés sur mastic avec du bitume pur et du bitume modifié aux polymères (Simone et al., 2017). Une augmentation de la rigidité à l'essai de DSR a été notée pour les deux mastics avec filler de verre (bitume pur et bitume polymère), et ce sur toute la gamme de fréquences testée. Cet effet est encore plus marqué pour les bitumes modifiés aux polymères surtout à très basses fréquences. Selon les auteurs, cela laisse sous-

entende une meilleure résistance aux déformations permanentes des mastics avec filler de verre. Les auteurs ont aussi noté des différences de teneur en vides lors d'essai à la presse à cisaillement giratoire (PCG) pour un enrobé avec granulats de verre comparativement à un enrobé conventionnel. Les deux enrobés avec verre testé possèdent des teneurs en vides à 100 girations (essai de PCG) inférieurs à un enrobé sans verre. Les auteurs attribuent cela au fait que le filler de verre à une teneur en vide Rigden plus faible que le filler de calcaire (28,67 % vs 35,40 %). Des essais de rigidité (traction indirecte) ont aussi été menés sur les enrobé testés. Des différences négligeables (enrobé verre vs enrobé conventionnel) sont observées pour les enrobés confectionnés avec le bitume pur. En ce qui concerne les enrobés avec bitume modifié, peu de différences sont observées pour les températures de 20 à 35°C. En deçà de 20°C, une différence de comportement est observée dans le sens où l'enrobé avec verre est moins rigide que l'enrobé conventionnel. Finalement, des essais de *Multiple Stress Creep Recovery* (MSCR) ont aussi été menés afin d'évaluer le potentiel de déformation permanente. Pour les deux bitumes testés, le mastic avec filler de verre a de meilleures performances que le mastic avec filler de verre, ce qui traduit une sensibilité réduite aux déformations permanentes. Selon les auteurs, cette diminution de sensibilité aux déformations permanentes serait causée par le fait que le mastic avec filler de verre est plus rigide que le mastic avec filler calcaire.

Arabani, Tahami, et Taghipoor (2017) ont mené une étude qui visait à comparer le comportement de différents types de filler, entre autres un filler de verre versus un filler conventionnel (100 % passant au tamis 0.6 mm et 88.6 % passant au tamis 0.075 mm). Des essais de stabilité Marshall, d'évaluation de la rigidité par traction indirecte et d'évaluation de la fatigue par traction indirecte ont été menés. Pour ces trois caractéristiques, le filler de verre avait de meilleures performances que le filler conventionnel. Selon les auteurs, une hypothèse pour expliquer ces observations est que les propriétés physiques et chimiques font en sorte qu'il y a une meilleure interaction avec le bitume que dans le cas d'un filler conventionnel (Arabani et al., 2017).

CHAPITRE 2

OBJECTIFS DE LA RECHERCHE, MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE ET ORGANISATION DU DOCUMENT

2.1 Objectifs de la recherche

Suite à la revue de la littérature, il ressort un élément marquant, soit une problématique au niveau de la durabilité des enrobés avec granulats de verre. L'approche traditionnelle d'évaluation de la durabilité (sensibilité à l'eau et résistance au gel-dégel) consiste à évaluer la résistance mécanique d'éprouvettes d'enrobés en condition sèche et humide par le biais d'essais destructifs. Or, cette façon de faire comporte plusieurs désavantages (section 1.5.6) et ne permet pas de différencier l'effet de la variation de certains paramètres propres à chacun des deux principaux constituants de l'EB au niveau de la sensibilité à l'eau. À cet effet, l'objectif principal de la thèse est divisé en deux sous-objectifs : 1) identifier les combinaisons (bitume, verre) performantes vis-à-vis la sensibilité à l'eau – Étude à l'échelle de la microstructure, *volet Bitume* et, 2) étudier la sensibilité à l'eau et la résistance au gel-dégel d'éprouvettes d'enrobés – Étude à l'échelle de la macrostructure, *volet Enrobé.*

2.2 Méthodologie expérimentale

2.2.1 Étude à l'échelle de la microstructure – volet Bitume

Dans un premier temps, l'étude de la sensibilité à l'eau est concentrée au niveau des composants, soit le bitume et les granulats. L'objectif de ce volet est de vérifier l'impact du type de bitume et du type de granulat sur l'adhérence bitume-granulat au moyen d'un essai relativement simple et facile à réaliser. Ainsi, il sera possible d'identifier les combinaisons bitume-granulat performantes du point de vue de la sensibilité à l'eau. Pour ce faire, un essai d'arrachement a été utilisé. Également, la détermination de la composition chimique SARA ainsi que la mesure des énergies de surface des bitumes s'est fait dans les laboratoires du groupe Eiffage Construction. Les résultats sont disponibles à l'ANNEXE III.

Essai d'arrachement - L'essai d'arrachement de type "*pull-off test*" vise à mesurer la force nécessaire à l'arrachement d'un plot collé avec bitume sur un substrat donné. L'essai permet de quantifier la force d'adhérence entre le bitume et le substrat. Dans cette thèse, l'essai retenu est une adaptation de l'essai du PATTI (*Pneumatic Adhesion Tensile Testing Instrument*). Pour ce faire, un appareil de mesure d'adhérence de type *Jauge d'adhérence par traction* modèle *Elcometer 510* a été utilisé (Figure 2.1). Cet appareil est composé d'une pompe hydraulique automatique et permet un contrôle du taux d'application de la charge de façon précise et continue. De plus, deux types de substrat ont été utilisés : 1) plaques de verre, et 2) plaques de calcaire. Des plots de 50 mm de diamètre ont été fabriqués sur mesure à partir de laiton. Un rebord de 300 µm sur les plots permet de contrôler uniformément l'épaisseur du film de bitume. L'excédent de bitume est évacué par 4 ouvertures de 13 mm situés au pourtour du plot. Pour plus de détails, voir la Figure 3.2.

Figure 2.1 Appareillage utilisé pour l'essai d'arrachement

La mesure de la force d'arrachement pour les substrats de verre et de calcaire s'est faite pour six bitumes différents (Tableau 2.1). Ces bitumes ont été sélectionnés afin de mettre en perspective l'influence du grade de bitume, de la source du brut et de l'ajout de polymères sur

l'adhérence bitume-substrat. Pour chaque couple bitume-substrat, les essais ont été réalisés en condition sèche et après un trempage dans l'eau à 60°C pour sept jours. Dans les deux cas, les essais ont été réalisés à une température de 25°C.

Tableau 2.1 Types de bitume étudié pour les essais de mesure de la force d'arrachement

Grade	Provenance	Modifié aux polymères
PG58-28	Source A	Non
PG64-22	Source A	Non
PG64-22	Source B	Non
PG64-22	Source C	Non
PG70-28	Source A	Oui, SBS
PG76-28	Source A	Oui, SBS

2.2.2 Étude à l'échelle de la macrostructure – volet Enrobé

Dans un deuxième temps, l'étude de la sensibilité à l'eau s'est faite sur éprouvettes d'enrobés bitumineux. Deux séries d'éprouvettes ont été confectionnées avec deux bitumes différents, soit un bitume pur de grade PG58-28 et un bitume modifié aux polymères de grade PG70-28. Différents dosages en granulats de verre et en chaux hydratée ont été étudiés. L'ensemble des enrobés étudiés est présenté à la Figure 2.2. Tous les enrobés sont de type ESG-10, un enrobé couramment utilisé en couche de surface dans les chaussées bitumineuses du Québec. Les caractéristiques de formulation des enrobés étudiés se trouve à l'ANNEXE I. Tous les éprouvettes d'enrobés étudiés ont été confectionnées au LCMB de l'ÉTS.

L'appréciation de la sensibilité à l'eau s'est faite en suivant l'évolution des propriétés viscoélastiques linéaires (VEL) d'éprouvettes d'enrobé soumise à un trempage dans l'eau chaude et à plusieurs cycles de gel-dégel. La mesure des propriétés VEL des enrobés s'est faite au moyen de l'essai de module complexe (E*). La mesure du E* sur éprouvette permet une évaluation de la rigidité de l'enrobé sur un large spectre de températures et de fréquences de

sollicitation pour une caractérisation complète de la rhéologie en petites déformations. De plus, la mesure du E* est un essai non destructif et permet de cerner à l'échelle macroscopique le degré de cohésion du matériau, tributaire de l'interaction des constituants à l'échelle macroscopique. Par ailleurs, les résultats de E* ont été modélisés suivant le modèle rhéologie analogique à spectre continu 2S2P1D (2 *Springs,* 2 *Parabolic creep elements and* 1 *Dashpot*). De plus, les effets de la température ont été décrits par le modèle de William, Landel et Ferry (WLF). Une analyse judicieuse des résultats expérimentaux et des paramètres de ces deux modèles est présentée dans cette thèse. Pour chaque éprouvette d'enrobés, un minimum de trois essais de E* ont été réalisés tel que décrit dans le Tableau 2.2. De plus, certains enrobés ont été testés pour un total de quatre essais d'E* tel que souligné en rouge dans la Figure 2.2.

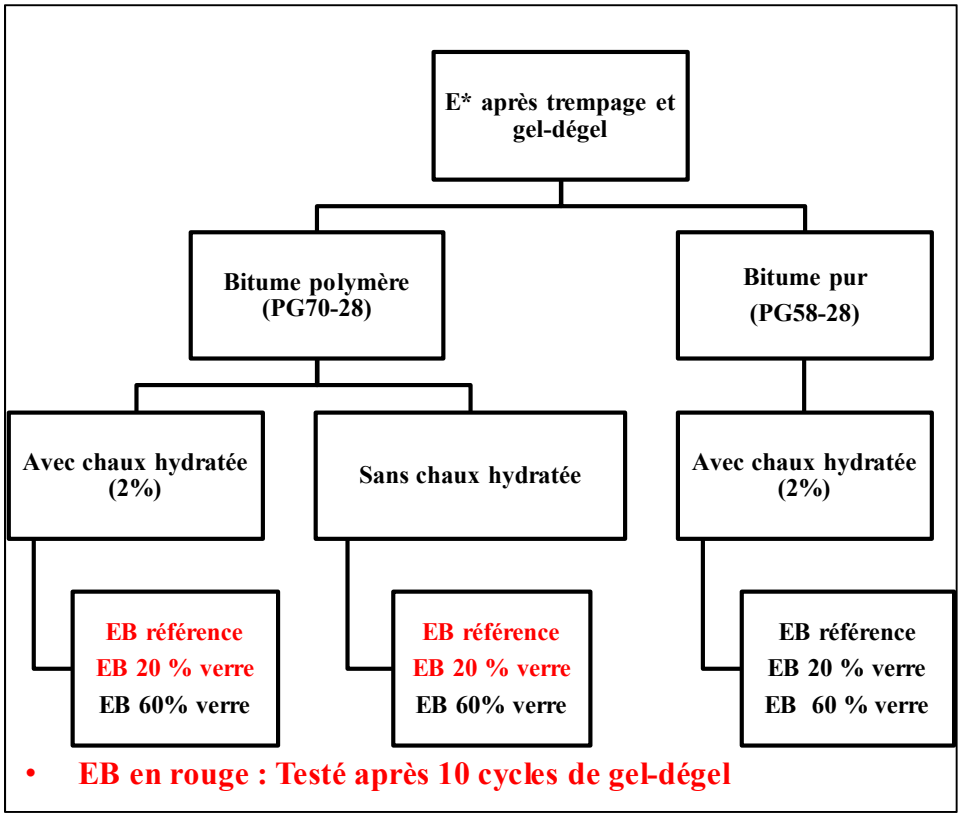


Figure 2.2 Enrobés bitumineux testés dans le cadre du volet Enrobé – Étude à l'échelle de la macrostructure de cette thèse

Tableau 2.2 Description des différents essais de module complexe réalisé sur les éprouvettes d'enrobés étudiés dans le cadre de cette thèse

Essai	Appellation	Température d'essai (°C)	Conditionnement
1er E*	DRY	-35 à +35 par incrément de 10°	Aucun
2e E*	WET	+5 à +35 par incrément de 10°	+14 jours dans l'eau à 60°C
3e E*	3 FT	-35 à +35 par incrément de 10°	+3 cycles de gel (24h) et dégel (24h) à -18°C
4e E* (pour certains EB)	10 FT	-35 à +35 par incrément de 10°	+7 cycles de gel (24h) et dégel (24h) à -18°C

2.3 Organisation du document

La revue de littérature du CHAPITRE 1 a permis de présenter certaines notions relatives aux enrobés bitumineux, soit une description générale des constituants et du comportement des enrobés. De plus, la revue des connaissances du phénomène de sensibilité à l'eau des enrobés a été présentée ainsi qu'un sommaire des recherches réalisées jusqu'à présent qui portent sur l'utilisation de granulats de verre dans les enrobés bitumineux. Le CHAPITRE 2 décrit les objectifs de la recherche, la méthodologie employée ainsi que l'organisation de ce document.

Le CHAPITRE 3 présente le premier article intitulé « *Comparison of the moisture damage of bituminous binder coupled with glass and limestone substrate using pull-off test* ». Cet article porte sur le premier volet de cette thèse : Étude à l'échelle de la microstructure – volet Bitume. Les résultats d'essais d'arrachement sont présentés et discutés. Ce chapitre présente des résultats surprenants. En effet, on observe pour certains types de bitume en combinaison avec un substrat de verre, une augmentation de la force d'arrachement nécessaire au décollement du plot suite au conditionnement à l'eau chaude. De plus, pour le substrat de verre, on remarque que l'effet du conditionnement à l'eau chaude est significatif pour les bitumes purs et non significatif pour les bitumes modifiés aux polymères. Ce premier article a été soumis dans la Revue Canadienne de Génie Civil en Mars 2018 et est en cours de révision.

Le CHAPITRE 4 présente le deuxième article intitulé : « *Linear visco-elastic (LVE) properties of asphalt mixtures with different glass aggregates and hydrated lime content* ». Cet article porte sur le deuxième volet de cette thèse : Étude à l'échelle de la macrostructure – volet Enrobé. Dans cet article, les résultats expérimentaux de module complexe de même que les modélisations 2S2P1D de tous les enrobés confectionnés avec le bitume modifié aux polymères PG70-28 (total de 6) en condition sèche sont présentés. Dans le cadre de cette thèse, cet article se veut une introduction à la notion de module complexe et aux différentes représentations graphiques des résultats expérimentaux. Les résultats présentés permettent de constater qu'un dosage de 20 % en granulats de verre ne modifie pas les propriétés VEL en comparaison d'un enrobé conventionnel (0 % de granulats de verre). Or, pour un dosage en verre élevé de l'ordre de 60 %, les propriétés VEL sont différentes d'un enrobé avec 20 % de verre et d'un enrobé conventionnel. Cet article a été soumis dans la revue scientifique *International Journal of Pavement Engineering* en janvier 2018 et est en cours de révision.

Le CHAPITRE 5 présente le troisième article intitulé : « *Degradation of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to freeze-thaw cycles* ». Dans cet article, la procédure de conditionnement des enrobés testés est présentée. L'évaluation des propriétés VEL des enrobés s'est faite au moyen de l'essai de module complexe en condition sèche, après trempage dans l'eau chaude et après exposition aux cycles de gel-dégel. Les résultats expérimentaux de deux enrobés (référence et 20 % de verre, PG70-28, 2% de chaux hydratée) pour toutes les conditions d'essais sont présentés. Une procédure de comparaison des résultats expérimentaux de module complexe avec les valeurs simulées obtenues par le modèle 2S2P1D retenues dans le cadre de cette thèse est présentée. Les résultats ont permis de constater que la procédure de comparaison des résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D était très efficace et permettait d'analyser les résultats de module complexe suivant les différents conditionnements. Cet article a été publié en septembre 2017 dans la revue scientifique *Cold Regions Science and Technology*.

Finalement, le quatrième et dernier article de revue scientifique présenté dans cette thèse s'intitule : « *Effect of hydrated lime on linear viscoelastic properties of asphalt mixtures with*

glass aggregates subjected to freeze-thaw cycles » et est présenté au CHAPITRE 6. Cet article présente les résultats expérimentaux pour toutes les conditions d'essais des six enrobés confectionnés avec le bitume PG70-28. L'effet de la chaux hydratée sur les propriétés VEL pour toutes les conditions d'essais est analysé. Au final, on remarque que l'effet de la chaux hydratée est très marqué pour les enrobés avec granulats de verre et ce, tant après trempage dans l'eau chaude qu'après exposition aux cycles de gel-dégel. Pour le dosage en verre de 60 %, l'enrobé sans chaux hydratée n'a pas pu être testé après trempage dû à la rupture de l'éprouvette. Pour le dosage en verre de 20 %, les propriétés VEL sont grandement affectées lorsqu'il n'y a pas de chaux hydratée. Cet article a été accepté pour publication dans la revue scientifique *Construction Building and Materials* en Juin 2018.

Au CHAPITRE 7, un sommaire des résultats publiés dans les articles traitant des propriétés VEL des enrobés est présenté. Au CHAPITRE 8, une analyse complémentaire des résultats de module complexe pour les enrobés avec bitume PG70-28 est présentée. On retrouve aussi dans ce chapitre la présentation et l'analyse de tous les résultats non publiés jusqu'à maintenant, soit les résultats de module complexe pour les enrobés avec bitume PG58-28. Finalement, ce chapitre se conclut par un sommaire des différences de comportement entre les enrobés avec bitume PG70-28 et les enrobés avec bitume PG58-28.

Dans le cadre des travaux de la thèse, un autre (1) article publié dans la revue scientifique *Road Materials and Pavement Design* (*RMPD*) et trois (3) articles de conférence ont été rédigés en parallèle. L'article dans la revue *RMPD* a été publié en octobre 2015 et s'intitule « *Evaluation of the impact of recycled glass on asphalt mixtures performances* » (ANNEXE V). Cet article a servi de préambule à l'élaboration du programme expérimental de cette thèse.

À l'ANNEXE IV, on retrouve le premier article de conférence accepté pour présentation à la conférence 2018 de l'*International Society for Asphalt Pavements* (*ISAP*). Cet article est intitulé « *LVE properties of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to water exposure and freeze-thaw cycles* ». Le deuxième article de conférence s'intitule : « *Using complex modulus (E*) test to evaluate moisture damage of hot mix asphalt (HMA) with glass*

aggregates » et a été présentée la conférence annuelle 2017 de la *Canadian Technical Asphalt Association* (*CTAA*). Cet article de conférence se retrouve à l'ANNEXE VI. Le troisième article de conférence s'intitule : « *Linear viscoelastic properties, low temperature and fatigue performances of asphalt mixture with recycled glass* » et a été présenté à la conférence 2016 de l'*International Society for Asphalt Pavements* (*ISAP*). Cet article de conférence se retrouve à l'ANNEXE VII.

Au final, dans le cadre de ma thèse, cinq (5) articles de revues scientifiques et trois (3) articles de conférences ont été rédigés à titre d'auteur principal, lesquels sont tous en lien avec la thématique de recherche élaborée dans le cadre de cette thèse.

CHAPITRE 3

COMPARISON OF THE MOISTURE DAMAGE OF BITUMINOUS BINDER COUPLED WITH GLASS AND LIMESTONE SUBSTRATE USING PULL-OFF TEST

Éric Lachance-Tremblay[a], Michel Vaillancourt[b], Daniel Perraton[c] and Hervé Di Benedetto[d]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3
[d] Université de Lyon - École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE), LGCB/LTDS (CNRS 5513), Rue Maurice-Audin, 69518 Vaulx-en-Velin, France

Article soumis pour publication dans la revue *Canadian Journal of Civil Engineering* en Mars 2018

3.1 Abstract

In this paper, the moisture susceptibility of different bituminous binders with two substrates (glass and limestone) was investigated. To that end, the tensile strength of different combinations of bituminous binder-substrate bond was measured using a pull-off test. This test was adapted from the PATTI test in order to improve repeatability. Samples were tested in dry condition and after a 7-day conditioning in hot water bath (60°C). An ANOVA analysis was performed on the test results. Overall, the results show that in dry condition, the pull-off strength is a function of the bituminous binder type rather than of the substrate type. After water conditioning, an increase in the pull-off strength was observed for the bituminous binder without polymers and coupled with glass substrate. This was associated with an increase in binder stiffness. For the limestone substrate, the effect of water conditioning was significant only for one type of binder.

3.2 Introduction

Durability is one of the most important properties when designing materials for road structures. Moisture damage is commonly recognized as one of the most severe distress for pavement materials (Baldi-Sevilla, Montero, Aguiar-Moya, Loria-Salazar, & Bhasin, 2017; Chaturabong & Bahia, 2016; Hamedi, 2017; Mehrara & Khodaii, 2013; Porot et al., 2016). Moisture damage is defined as a degradation of the material mechanical properties due to the presence of moisture in a liquid or vapor state (Caro et al., 2008). For bituminous materials, the result of moisture damage is expressed as a loss of the adhesive bond between bituminous binder and aggregate and/or loss of cohesion of the mastic (Caro et al., 2008; Chaturabong & Bahia, 2016; Hamedi, 2017).

Failure due to moisture damage in bituminous materials can be separated into three categories: 1) cohesive failure in the binder film, 2) adhesive failure at the interface binder-aggregate and 3) cohesive failure of the aggregate (Pinzon, 2004). Cohesive failure in the binder film happens when water chemically reacts with the binder and reduce its cohesion (Kanitpong & Bahia, 2003). In the case of adhesive failure, it happens when the water weakens the bond between the binder and the aggregate surface. This cause a separation of the binder film from the aggregate (Bahia et al., 2012). In the literature, there is a common agreement that moisture damage is partly cohesive and adhesive (Bahia et al., 2012; Kanitpong & Bahia, 2003). For asphalt mixture, the moisture damage intensity is influenced by the characteristics of the materials (binder and aggregates) and the quality of the binder-aggregate adhesion. Adhesion between binder and aggregates is a very complex phenomenon that cannot be explained by one theory, but rather by a combination of multiple theories (Caro et al., 2008; Hefer & Little, 2005; Kanitpong & Bahia, 2003):

1) mechanical Theory: liquid asphalt binder penetrates the aggregate pores and irregularities which provide mechanical interlock;
2) chemical Reaction Theory: adsorbed asphalt binder may chemically react with the aggregates surfaces components;

3) electrostatic Theory: adhesion is the result of attraction of an electropositive and electronegative surfaces;
4) interfacial Energy Theory: the surface forces that participate in adhesion can be attributed to the fact that molecules at the surface usually have an excess of energy compared with the molecules from the bulk. Due to the missing interactions, the adhesion between two surfaces is energetically favourable because the system tends to reduce the interfacial free energy.

The effect of water on bituminous materials is described by six mechanisms: 1) detachment/debonding, 2) displacement, 3) dispersion, 4) film rupture/microcracks, 5) desorption and 6) spontaneous emulsification (Caro et al., 2008). Extensive description of those mechanisms can be found in the literature (Caro et al., 2008; Kringos & Scarpas, 2005; D. N. Little & Jones, 2003). Moreover, physical solicitations such as stress caused by traffic loading and/or temperature variation as well as water entrance in the pavement structure can potentially impact bituminous mechanical properties (Mehrara & Khodaii, 2013).

Multiple test methods are used to evaluate moisture susceptibility of bituminous materials. The AASTHO T283 test is based on indirect tensile strength measurements on asphalt samples before and after water conditioning (AASHTO, 2014). However, this test method has multiple disadvantages: time consuming, test results high variability due to the saturation level difference, visual examination of the stripping is subjective and the conditioning procedure does not simulate repeated generations of pore pressure under loading (Liang, 2008). Another commonly used test is the Hamburg wheel track test which is very popular for its simplicity, but does not relate with pavement field performances and is susceptible to give misinterpretation of moisture susceptibility (Buss, Williams, & Schram, 2016). Moreover, those methods measure bulk properties of the mixtures rather than any specific change in the adhesion and/or cohesion properties of the binder-aggregate (Canestrari, Cardone, Graziani, Santagata, & Bahia, 2010). The traditional testing methods cannot be considered sufficient predictors of the cause of stripping. Better comprehension of the moisture susceptibility can be achieved if the tests are performed directly on the binder-aggregate system (Canestrari et

al., 2010). To do so, a practical method to measure the adhesive and cohesive properties of a binder aggregate was developed, the Pneumatic Adhesion Tensile Testing Instrument (PATTI) and modified to improve its repeatability (Canestrari et al., 2010; Kanitpong & Bahia, 2003; Meng, 2010; Youtcheff & Aurilio, 1997). Recently, many authors have published papers about the evaluation of bituminous material moisture susceptibility through binder-aggregate interface bond strength measurements (Apeagyei, Grenfell, & Airey, 2014, 2015; Chaturabong & Bahia, 2016; Figueroa, Velasquez, Reyes, & Bahia, 2013; Zhang, Airey, Grenfell, & Apeagyei, 2017).

The work presented in this paper is part of a major research program looking at the use of glass aggregates in hot mix asphalt. The paper thus aims to evaluate the adhesion between different bituminous binders and aggregates types. To that end, a pull-off test was used to measure the bond strengths of different bituminous binder and aggregates combinations. A total of six bituminous binders and two substrates (limestone and glass) were studied. Pull-off tests were performed both in dry condition and after a 7-day hot water curing (60°C).

3.3 Experimental program

3.3.1 Tested materials

In this research, six binders and two substrates were used. The two substrates were glass and limestone plate. The limestone plate was sawn from boulder-size limestone aggregates and polished to ensure a smooth surface comparable to a glass plate. Six binders were chosen with different performance grades (PG), crude sources and polymer contents (Tableau 3.1).

Tableau 3.1 Performance grade (PG), crude source and polymers content of the tested bituminous binder

PG grade	Crude source	Polymers content (%)
PG58-28	Source 1	0
PG64-22	Source 1	0
PG64-22	Source 2	0
PG64-22	Source 3	0
PG70-28	Source 1	2.2
PG76-28	Source 1	3.5

3.3.2 Pull-off strength test procedure

The pull-off test is often used to measure the adhesion strength between binder and an aggregate substrate. Youtcheff et Aurilio (1997) successfully used the Pneumatic Adhesion Tensile Testing Instrument also known as PATTI to evaluate the binder-aggregate bond strength. Initially, this test was developed to measure the adhesion between a paint, coating or other adhesives with a rigid substrate (Canestrari et al., 2010). For the bituminous binder, a pull-stub is glued with bituminous binder to an aggregate substrate. Then, a pulling tensile force is applied through a pneumatic system until failure occurs. The pull-off strength (kPa) of a binder-aggregate system is expressed as the force required to peel the pull-stub from the substrate surface. This test has the advantage of allowing water conditioning of samples prior to testing, as well as the interpretation of the failure mode (adhesive failure or cohesive failure). However, its main disadvantage is that the applied stress rate cannot be controlled (Zhang et al., 2017). Moreover, the stress-strain relationship cannot be established.

In this project, the PATTI pull-off test method was adopted. To apply and measure the traction force, an automatic portable Elcometer pull-off adhesion device was used (Figure 3.1). This device has a hydraulic pump that allows for a continuous tensile force rate application.

Figure 3.1 Pull-off test adhesion device
used : automatic portable *Elcometer*
adhesion tester

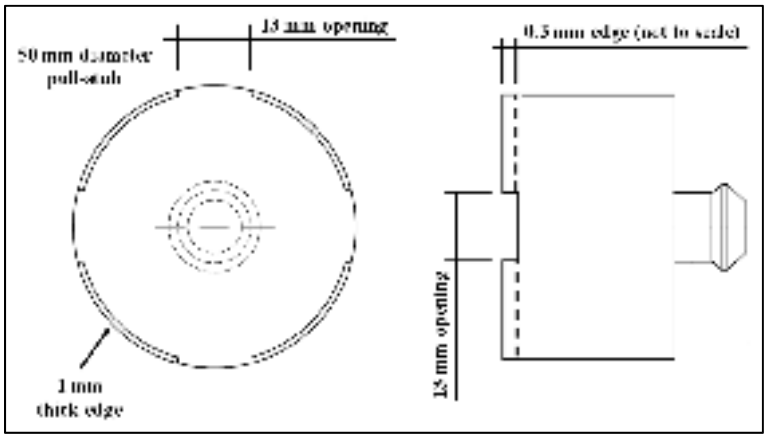


Figure 3.2 Brass pull stub (50 mm diameter) with 4 cuts
(13 mm) along the perimeter edge and 0.3 mm edge

Custom-made 50 mm diameter brass pull-stubs were used (Figure 3.2). The 300 µm edge along the perimeter allows for control of the binder film thickness, which has been shown to be important for repeatability (Kanitpong & Bahia, 2003). Furthermore, four cuts were made along the perimeter edge to allow excess binder to flow out of the stub. For each binder-

substrate combination, one set of samples was prepared for each of the two testing conditions (in dry condition and after 7-day conditioning in hot water bath at 60°C, or wet condition). The temperature, as well as the water level of the water bath, were monitored daily to ensure that samples were always covered by water at the target temperature. It is important to note that for the tests done in wet condition, the samples were put in a 20°C water bath after the 7-day hot water curing for thermal conditioning.

3.3.3 Samples preparation

For each bituminous binder, a specific heating temperature was chosen to reach the same viscosity (0.17 Pa·s) (Tableau 3.2). To prepare the samples, the pull-off stub, the binder and the substrate were heated at a specific heating temperature. Then, a small quantity of binder (approximately 0.9 grams) was dropped on to the substrate. A scale with a precision of 0.001 grams was used to measure the amount of binder used. Immediately following that, the pull-off stub was placed on the binder such as to prevent air from being trapped between the stub and the binder. Samples were then cooled at room temperature for 24 hours.

Tableau 3.2 Heating temperature used to prepare each binder-substrate samples

Binder	**Heating temperature for 170 mPa·s viscosity (°C)**
PG58-28	151
PG64-22 # 1	160
PG64-22 # 2	160
PG64-22 # 3	158
PG70-28	170
PG76-28	170

3.4 Pull-off strength test results and analysis

For all pull-off tests performed in this project, a direct tensile force rate of 370 ± 20 kN/s was applied. Three replicate tests were performed in dry condition, and three replicate tests after water conditioning (wet condition) for each binder-aggregate combination.

3.4.1 Test results for dry condition

The average pull-off strength test results, as well as the coefficient of variation (COV %) in dry condition for all binder-substrate combinations, are presented in Tableau 3.3. Regarding the glass substrate, it can be seen that all three PG64-22 binders have higher pull-off strengths than the PG58-28 binder and the polymer modified binders (PG70-28 and PG76-28). In the case of the limestone substrate, a similar trend is observed: PG64-22 # 1 and PG64-22 # 2 have higher pull-off strengths than the other binders.

Tableau 3.3 Average pull-off strength and coefficient of variation for all binder-aggregate combination tested in dry condition (three replicated per combination)

Binder type	**GLASS**		**LIMESTONE**	
	Ave. pull-off strength (kPa)	**COV (%)**	**Ave. pull-off strength (kPa)**	**COV (%)**
PG58-28	1,145	9.0	1,016	10.4
PG64-22 # 1	1,907	10.0	1,541	2.0
PG64-22 # 2	2,198	6.8	2,045	3.3
PG64-22 # 3	1,614	4.7	1,347	13.8
PG70-28	1,476	6.2	1,650	11.2
PG76-28	1,291	7.0	1,283	1.5

To try to explain why the three PG64-22 binders have different pull-off strengths, their respective complex shear modulus (G*) was taken into consideration. Zhang et al. (2017)

recently showed that in dry condition, the tensile strength of a binder-aggregate bond is dominated by the binder itself rather than by the aggregate type. Moreover, it was shown that the higher the G* value, the higher the pull-off strength. Regarding the three different PG64-22 binders in this project, their G* at 64°C are 1.30 kPa (PG64-22 # 1), 1.378 kPa (PG64-22 # 2) and 1.22 kPa (PG64-22 # 3), respectively. PG64-22 # 1 has the highest G* and the highest pull-off strength. PG64-22 # 3 has the lowest G* and the lowest pull-off strength, which is in agreement with what has been observed in other research studies.

3.4.2 Test results for wet condition

Each binder-aggregate combination was tested after water conditioning (7 days in a hot water bath at 60°C). As a reminder, after water conditioning, samples were put in a water bath at 20°C for thermal conditioning. In the present research, the limestone absorption value is 0.5% and glass absorption is nil. In the case of limestone aggregate, water can reach the binder-aggregate interface not only through the sample boundaries, but can also diffuse through the limestone. In the case of glass, the water can reach the binder-aggregate interface only through the sample boundaries. Therefore, it can be assumed that a higher amount of water can reach the binder-limestone interface than in comparison with the glass aggregate. This could explain why limestone substrate pull-off strength values are lower than those of the glass substrate.

Tableau 3.4 shows the average pull-off strength and the coefficients of variation (COV %) in wet condition. Significant differences can be seen when comparing the results of the two substrates: all pull-off strength values of the binder-limestone combinations are lower than those of the glass substrate.

A recent research study showed that the moisture damage of a given aggregate-binder bond is not solely affected by the substrate type (i.e., mineralogical composition), but also by the moisture content of the aggregate (Zhang et al., 2017). The authors mentioned that for moisture-susceptible aggregates, the moisture content is a relevant factor to take into consideration. The authors tested the pull-off strength of one binder, combined with a substrate,

while varying the moisture content. Their results showed a strong correlation with the moisture content and the tensile strength reduction, and the higher the moisture content, the higher the decrease in pull-off strength. Another research study also showed that the degradation of the binder-aggregate bond is controlled in part by the amount of water that can diffuse from the aggregate into the binder-aggregate interface (Apeagyei et al., 2014). Apeagyei et al. (2015) identified the following characteristics for a susceptible aggregate-binder bond: high porosity, high moisture absorption and high diffusion coefficient.

In the present research, the limestone absorption value is 0.5% and glass absorption is nil. In the case of limestone aggregate, water can reach the binder-aggregate interface not only through the sample boundaries, but can also diffuse through the limestone. In the case of glass, the water can reach the binder-aggregate interface only through the sample boundaries. Therefore, it can be assumed that a higher amount of water can reach the binder-limestone interface than in comparison with the glass aggregate. This could explain why limestone substrate pull-off strength values are lower than those of the glass substrate.

Tableau 3.4 Average pull-off strength and coefficient of variation for all binder-aggregate combination tested in wet condition (three replicates per combination)

Binder type	**GLASS**		**LIMESTONE**	
	Ave. pull-off strength (kPa)	**COV (%)**	**Ave. pull-off strength (kPa)**	**COV (%)**
PG58-28	1,648	3.0	1,295	6.5
PG64-22 # 1	2,337	9.1	1,382	3.4
PG64-22 # 2	2,621	2.0	1,813	4.9
PG64-22 # 3	2,009	5.8	972	1.0
PG70-28	1,552	9.6	965	14.0
PG76-28	1,450	3.1	1,285	5.6

3.4.3 Variation of the pull-off strength after water conditioning

The variation of the pull-off strength after water conditioning was calculated with Equation (3.1) for all binder substrate (Figure 3.3). A positive value means that there was an increase in the bond strength after water conditioning and a negative value means there was a decrease in the bond strength after water conditioning.

$$\frac{\left(\mathrm{WET}_{\mathrm{pulloff-strength}} - \mathrm{DRY}_{\mathrm{pulloff-strength}}\right)}{\mathrm{DRY}_{\mathrm{pulloff-strength}}} \times 100 \tag{3.1}$$

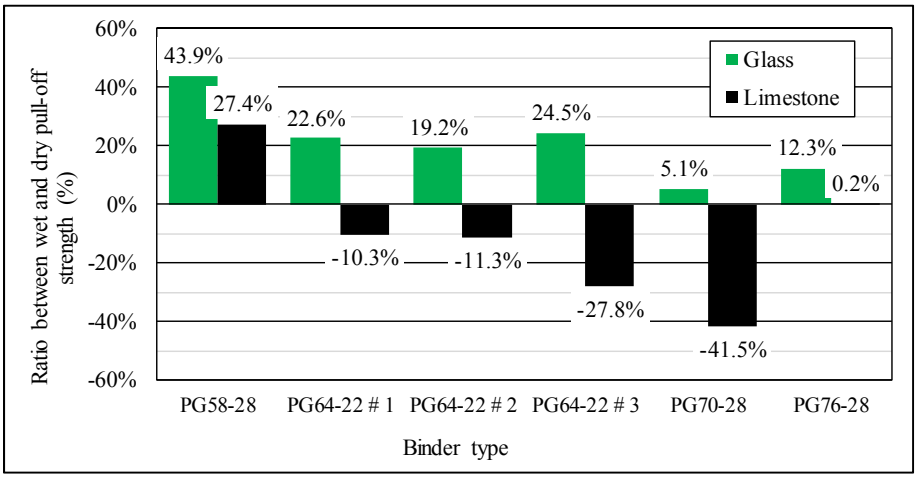


Figure 3.3 Variation of the pull-off strength after wet conditioning for all binder-substrate combination

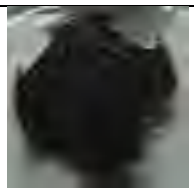
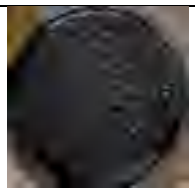
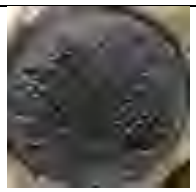
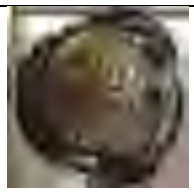
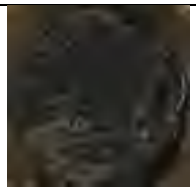
On Figure 3.3, it can be seen that all binder-glass combinations have a positive value. This means that binder-glass bond strengths are higher after water conditioning. However, for polymer modified binders (PG70-28 and PG76-28), variation values are quite low. For the neat binders (PG58-28 and PG64-22), variation values range from 19.2% to 43.9%. For the limestone-binder combination, only the PG58-28 binder has a positive difference value (PG76-28 variation value of 0.2% is considered non-significant). For the other binders, the variation values range from -10.3% to -41.5%.

3.4.4 Effect of water conditioning on failure surface

In addition to the variation of pull-off strength, the effect of water conditioning can be evaluated on the failure surface. The failure surface photographs of all binder-substrate combination tested in dry condition and in wet condition are presented in Tableau 3.5. Failure surface can be interpreted either as the results of a cohesive failure, an adhesive failure or a combination of cohesive-adhesive failure. In Tableau 3.5, it is clear that all binder-substrate combination tested in dry condition show a cohesive failure. PG70-28 and PG76-28 binders with limestone pictures are not presented because of a data loss. Regarding the test done in wet condition, all failure surface shows a combination of cohesive-adhesive failure.

As proposed by Zhang et al. (2017), the retained cohesive surface percentage were calculated using a gray analysis in an image software. This allows to quantify the level of cohesive and adhesive failure for a quantitative comparison of the different combination (Zhang et al., 2017). Figure 3.4 shows the calculated retained cohesive surface percentage for all binder-substrate combination tested in wet condition. For the glass substrate, the retained percentage values for polymer modified binder (PG-70-28 and PG76-28) are the highest (over 90 %). This means that the surface failure in wet condition was primarily cohesive. This is also the case for PG58-28 and PG64-22 # 3 where the retained cohesive values are around 80 %. Looking at PG64-22 # 1 and PG64-22 # 2, both had very low retained cohesive values (under 30 %) which means that the principal mode of failure was adhesive. Regarding the limestone substrate, the principal mode of failure in wet condition is cohesive (i.e. retained cohesive values higher than 70 %) except for PG64-22 # 2. In this case, the retained cohesive value is very low (around 35 %).

Tableau 3.5 Failure surface pictures of all tested binder-substrate combination in dry condition and after water conditioning

Binder type	**Glass**		**Limestone**	
	Dry	**Wet**	**Dry**	**Wet**
PG58-28				
PG64-22 # 1				
PG64-22 # 2				
PG64-22 # 3				
PG70-28			N/A	
PG76-28			N/A	

N/A : Non-available due to data loss.

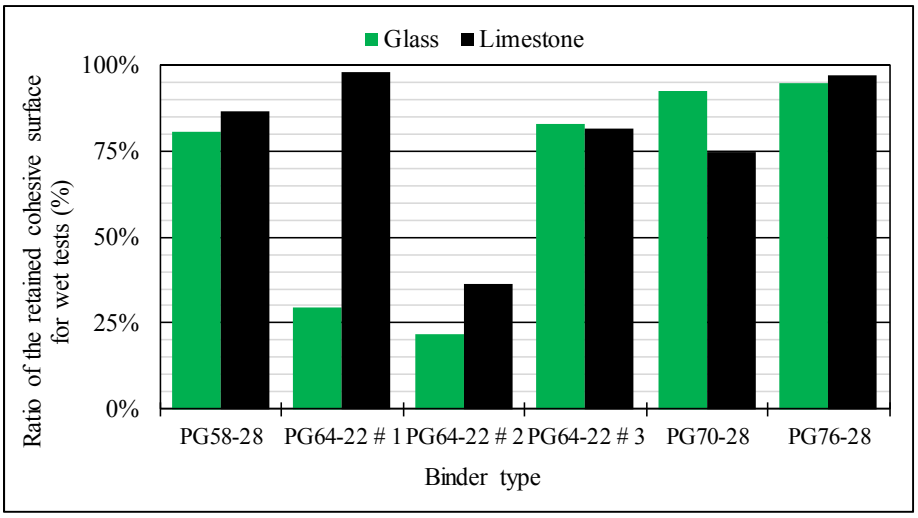


Figure 3.4 Retained cohesive surface percentage of all binder-substrate combination tested after water conditioning

3.4.5 Measurement of the stress-strain evolution

In order to explain the increase of pull-off strength observed after water conditioning, a modification of the pull-off test apparatus was made in order to be able to measure the displacement. A plastic head was fabricated to receive two LVDT of 12.5 mm each (Figure 3.5). The displacement measurements were done directly on the pull stub. For each test, the average of the displacement measurements of the two LVDT was considered. On Figure 3.6, an example of the relation between displacement and time is presented. There are two distinct displacement evolution. The rate of increase of the displacement (i.e. slope of a linear regression) for phase 1 is significantly lower than for phase 2. The transition between phase 1 and phase 2 is characterized by an inflection point. Because the displacement measurements were made from a separate unit from the pull-off device, we could not establish the exact moment at which failure occurs. Therefore, the assumption that failure occurs at the transition between phase 1 and phase 2 was made. From the displacement evolution slope of phase 1, the stress-strain relation was calculated.

Figure 3.5 Modification of the pull-off test device to include two LVDT for displacement measurements

Figure 3.7 shows the stress-strain relation for the PG58-28 binder tested with the glass substrate both in dry and wet conditions. Further, the strain amplitude for a stress of 0.8 kPa is indicated. In this case, the strain values for 0.8 kPa in wet condition are lower than those in dry condition. We can assume that PG58-28 is more rigid in wet condition than in dry condition. This observation can be related with the results previously presented : the pull-off strength of the PG58-28 binder with glass substrate is higher in wet condition than in dry condition (Figure 3.3) even though stripping occurred (Tableau 3.5). Therefore, there is an increase of the binder stiffness due to hot water conditioning.

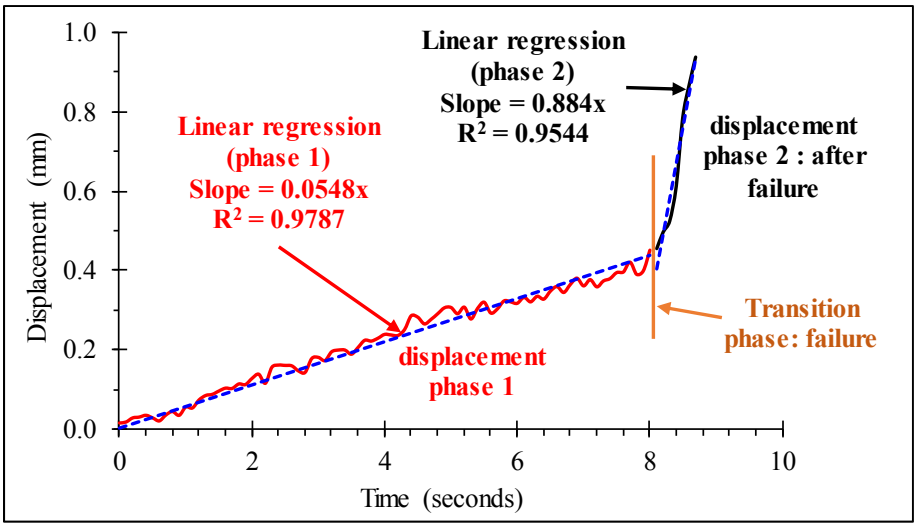


Figure 3.6 Relation between displacement and time during pull-off test: identification of the two different evolution phase 1 and phase 2

The displacement measurements were also made on the PG64-22 # 2 binder with glass and limestone substrate in dry and wet condition. There is also an increase of the binder stiffness for the glass substrate in wet condition compared with dry condition as shown in Figure 3.8. The opposite trend is observed for the limestone substrate. There is a decrease of the binder stiffness in wet condition compared with dry condition. This is in accordance with the test results previously presented. For the glass substrate, the pull-off strengths in wet condition are higher than in dry condition. For the limestone substrate the pull-off strengths in wet condition are lower than in dry condition.

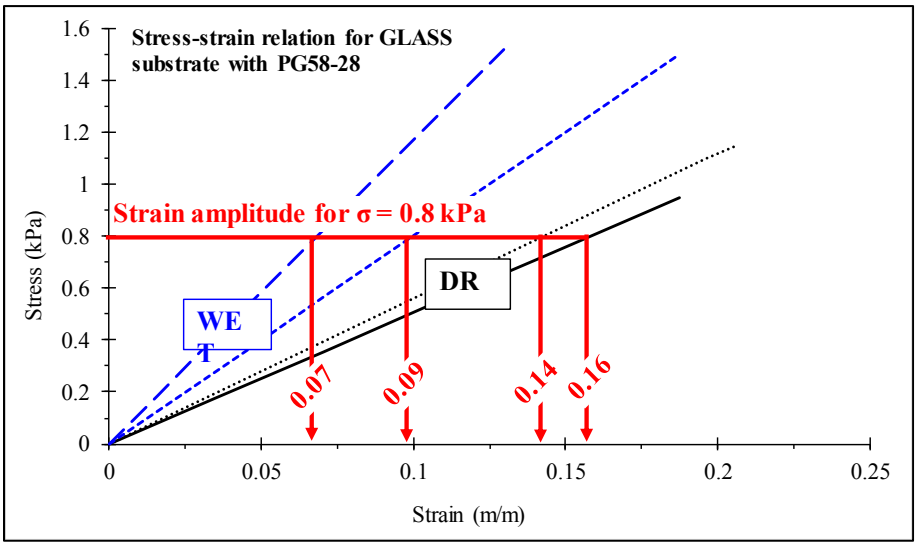


Figure 3.7 Stress-strain relation for PG58-28 binder tested with glass substrate in DRY and WET condition

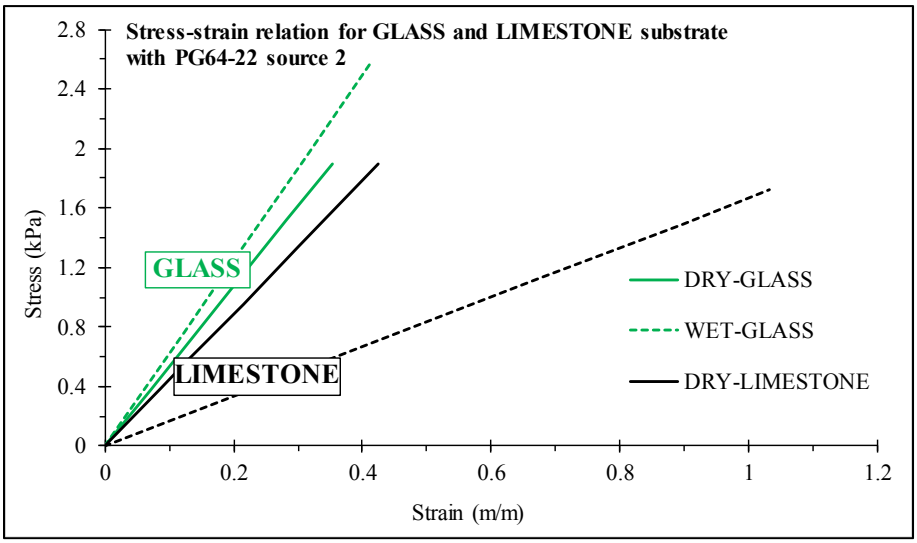


Figure 3.8 Stress-strain relation for PG64-22 source 2 binder tested with glass and limestone substrate in DRY and WET condition

3.5 Statistical analysis of the test results

In order to verify the effect of the substrate type as well as the water conditioning on the pull-off strength, a statistical analysis was performed. Using a one-way analysis of variance

(ANOVA) with a confidence level of 95 %, three hypotheses were verified: 1) the type of substrate has an effect on the pull-off strength in dry condition, 2) wet conditioning has an effect on pull-off strength for glass substrate and 3) wet conditioning has an effect on pull-off strength for limestone substrate. The ANOVA is generally presented as a statistical test to compare the means of two or more populations. This way, it is possible to determine if there are statistically significant differences between two populations.

Prior to performing the ANOVA analysis, two basic hypotheses must be verified: 1) each population is normally distributed and 2) the equality of the variances of the populations (Bourges & Faur-Brasquet, 2003). In this case, because the size of the population is small (n = 3 for each binder-substrate combination), the assumption that each population is normally distributed can be assumed. Moreover, small differences from normality of a population does not significantly affect the ANOVA analysis (Ryan, 2007). The equality of the variances was verified with the Bartlett test for each of the three hypotheses. One Bartlett test gave a negative result which means that this combination can't be included in the ANOVA analysis (PG64-22 # 1 for dry test). The results of the ANOVA analysis performed are presented in Tableau 3.6 where it is indicated if each effect analyzed is significant as well as the p-value. For a confidence level of 95 %, the error margin is 5 % (0.05). If the p-value is lower than 0.05, it means that there are significant differences between the population analyzed, thus that the hypothesis is verified.

Regarding the effect of the type of substrate on the pull-off strength, no significant differences between glass substrate and limestone substrate for all tested binders are observed. It is fair to say that in dry condition, the pull-off strength is independent of the substrate type, thus that the bonding strength is rather affected by the binder type. This observation confirms what has been observed in other researches (Zhang et al., 2017).

Tableau 3.6 Results of the ANOVA analysis performed at a confidence level of 95 %

Binder	Type of substrate for dry tests		Wet conditioning for glass substrate		Wet conditioning for limestone substrate	
	Significant	p-value	Significant	p-value	Significant	p-value
PG58-28	NO	0.1688	YES	0.0001	YES	0.0337
PG64-22 # 1	Bartlett test negative		YES	0.0370	YES	0.0028
PG64-22 # 2	NO	0.2806	YES	0.0349	NO	0.0537
PG64-22 # 3	NO	0.0982	YES	0.0178	NO	0.1029
PG70-28	NO	0.2379	NO	0.4942	NO	0.0513
PG76-28	NO	0.9151	NO	0.0522	NO	0.9752

Regarding the glass substrate, the ANOVA analysis shows that water conditioning has a significant effect on PG58-28 and the three PG64-22 (all four being neat binders). Both binders modified with polymers (PG70-28 and PG76-28) with glass were not affected by the water conditioning according to the ANOVA analysis. Regarding the binder-limestone substrate combination, the statistical analysis shows that the water conditioning effect is significant for PG58-28 and PG64-22 # 1. In this case, the effect of water conditioning for PG58-28 is expressed as an increase of the pull-off strength and a decrease for PG64-22 # 1.

3.6 Conclusion

In this research, the pull-off strength of various binders (six) with glass and limestone substrate were measured. All binder-substrate combinations were tested in dry condition and after water conditioning (7 days in a 60° water bath). From the analysis conducted on the test results, the following conclusions were drawn:

- in dry condition, no significant differences were observed between pull-off strength of glass and limestone substrate. This suggests that in dry condition, the pull-off strength is

binder dependent rather than substrate dependent. Moreover, all tested binder-substrate combination in dry condition showed cohesive failure;

- after water conditioning, the pull-off strength values are higher for the glass substrate combination than the limestone substrate combination. A possible explanation for this observation is the difference in terms of moisture absorption. Glass has no absorption in comparison with limestone;
- significant differences are observed for the glass substrate between the pull-off strength of dry condition versus wet condition for the neat binders (PG58-28 and all three PG64-22). There is an increase of the pull-off strength after water conditioning. On the other hand, the effect of water conditioning is not significant for polymer modified binders with glass substrate;
- for the limestone substrate, two binders were significantly affected by the water conditioning. In those cases, the effect of water is expressed as an increase of the pull-off strength for one binder (PG58-28) and a decrease for the other binder (PG64-22 #1).

CHAPITRE 4

LINEAR VISCO-ELASTIC (LVE) PROPERTIES OF ASPHALT MIXTURES WITH DIFFERENT GLASS AGGREGATES AND HYDRATED LIME CONTENT

Éric Lachance-Tremblay[a], Michel Vaillancourt[b], Daniel Perraton[c] and Hervé Di Benedetto[d]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3
[d] Université de Lyon - École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE), LGCB/LTDS (CNRS 5513), Rue Maurice-Audin, 69518 Vaulx-en-Velin, France

Article soumis pour publication dans la revue *International Journal of Pavement Engineering* en janvier 2018

4.1 Abstract

In this paper, the results of a research project examining the effect of glass aggregate and hydrated lime content on linear viscoelastic (LVE) properties are presented. Three glass aggregate contents (0%, 20% and 60%) and two hydrated lime contents (0%, 2%) were studied for a total of six different asphalt mixtures. All mixtures were fabricated in the laboratory using a PG70-28 polymer-modified binder. LVE properties were measured with the complex modulus (E*) test (tension compression on cylindrical specimens) at different temperatures (-35°C to +35°C) and frequencies (0.01 Hz to 10 Hz). Experimental E* test results were modelled with the 2S2P1D model. The Partial Time-Temperature Superposition Principle (PTTSP) was applied with good precision. Differences in terms of LVE properties were found for mixtures with glass aggregate compared with conventional mixtures. The glassy modulus, as well as the complex modulus norm, was decreased due to the glass aggregates. Moreover, the normalization of the E* results showed that adding 60% glass changes the LVE properties. No notable effect related to the hydrated lime content was observed.

4.2 Introduction

Recycled materials have long been used in road structures for their economic and environmental benefits. For bituminous materials, recycled materials such as reclaimed asphalt pavement (RAP) and recycled asphalt shingles (RAS) are widely used (Baaj, Ech, Tapsoba, Sauzeat, & Di Benedetto, 2013; Barco Carrión, Lo Presti, Pouget, Airey, & Chailleux, 2017; Blasl et al., 2017; Ghabchi, Singh, Zaman, & Hossain, 2016; Rahbar-Rastegar & Daniel, 2016; Nouffou Tapsoba, Sauzéat, Di Benedetto, Baaj, & Ech, 2014; Zaumanis & Mallick, 2015). Using recycled materials in lieu of virgin aggregates helps ease the pressure on landfills, reduces the need for extraction, and contributes to moving the road construction industry towards sustainability (Y. Huang, Bird, & Heidrich, 2007). For these reasons, much research projects have been dedicated to the search for alternative recycled materials for use in bituminous materials.

The use of recycled glass in bituminous materials was first conceived in the early 1970s (Watson, 1988). According to Dembickl (1992), at least 45 trial sections of bituminous materials with glass aggregates were completed in Canada and in the USA between 1969 and 1988, mainly for sectors with light and low-speed traffic. Even though the pavement performances were satisfactory, the idea was abandoned due to the high cost of acquisition of recycled glass (Watson, 1988). Today, recycling opportunities for recycled glass are limited, and the cost of disposal has increased. Consequently, the idea of using recycled glass in HMA has recently seen renewed interest.

HMA materials have a complex mechanical behaviour. Figure 4.1 presents the four types of mechanical behaviour of HMA in terms of the strain amplitude and the number of cycles. The boundaries illustrated for the different types of behaviour are given as examples, and may vary depending on the material, the temperature and the direction of application of the solicitation (Di Benedetto & Corté, 2005b). Therefore, the following mechanical properties are crucial in the design process of HMA used in road construction (Olard, 2003):

- stiffness or complex modulus (linear viscoelastic behaviour: LVE);
- resistance to fatigue cracking;
- rutting;
- thermal cracking.

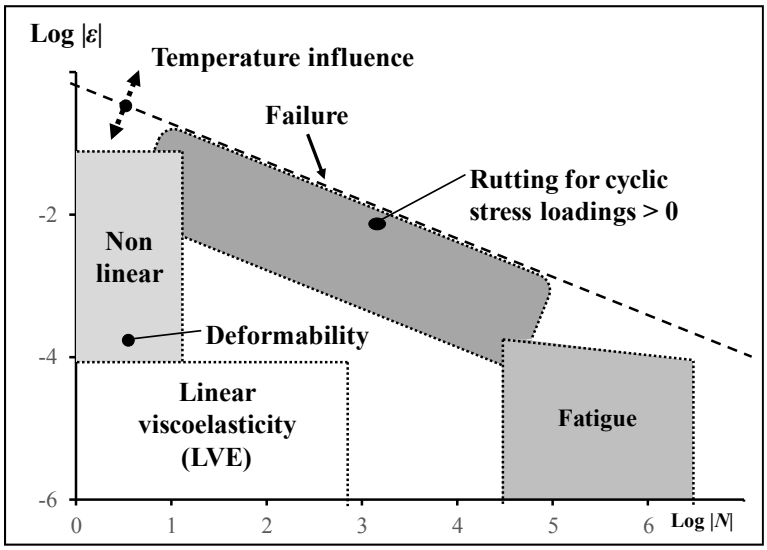


Figure 4.1 Domains of behaviour for bituminous materials (ε: strain amplitude, N: number of cycles) (Di Benedetto, 1990)

Temperature and frequency have an important effect on the asphalt mixture stiffness. As an example, for a conventional wearing course mixture used in Montreal, Canada, the stiffness (i.e., norm of the complex modulus) at 2.8°C and 34.1°C is 8919 MPa and 620 MPa, respectively (1 Hz frequency) (Lachance-Tremblay, Vaillancourt, Perraton, & Di Benedetto, 2017). It is therefore important that the asphalt mixture stiffness be evaluated over a wide range of temperatures and frequencies. For small strain amplitudes and few solicitations, the behaviour of an asphalt mixture is linear viscoelastic (LVE).

This paper presents an evaluation of the LVE properties of HMA with different glass aggregates and hydrated lime contents. The LVE properties were evaluated with the complex modulus (E*) test, which is a non-destructive test providing very good repeatability. Moreover,

with the E* test, the LVE properties can be evaluated on a single specimen over a wide range of temperatures and frequencies. The results were analysed to differentiate the effect of glass aggregates and hydrated lime content on the mixture stiffness (i.e., LVE properties).

4.3 Background

The impact of glass aggregates on HMA performance is well documented in the literature. Overall, good performances are achieved for asphalt pavements with glass contents of 10% to 15% in surface course mixtures (Y. Huang et al., 2007). Moreover, 4.75 mm is the maximum aggregate size commonly accepted to prevent problems related to poor durability (FHWA, 2016). However, there is no common agreement in the literature regarding the impact of glass aggregates on HMA stiffness.

Arabani (2011) evaluated the stiffness modulus of specimens with various glass (0% to 20%) and hydrated lime contents through the indirect tensile strength method at 5°C, 25°C and 40°C. The results showed an increasing trend for the stiffness modulus of the specimens with glass and hydrated lime. According to the authors, the anti-stripping characteristics of hydrated lime results in a stronger cohesion between aggregates and binder. Moreover, the amount of interlocking between particles increases due to the crushed surface of glass. However, when the glass content is higher than a specific limit (optimal content), the stiffness modulus decreases. An optimal content of 15% was found by the authors. Their results also showed that the stiffness modulus of an asphalt mixture with glass has a lower sensitivity to temperature variations. As an example, by increasing the testing temperature from 5°C to 40°C, a reduction of 70% of the stiffness modulus for conventional HMA is observed, compared to a reduction of 50% for HMA with glass. According to Arabani et Kamboozia (2014), this phenomenon might be the result of the heat transfer ability of glass in comparison with the stone aggregates.

Shafabakhsh et Sajed (2014) tested specimens with hydrated lime and various glass contents (0% to 20%) through the indirect tensile stiffness modulus at 5°C, 25°C and 40°C. The optimal glass content found was 15%. For higher glass content (20%), a decrease in the stiffness

modulus was observed. According to the authors, the decrease in the stiffness modulus is caused by an abundance of glass particles, which can slip on together because of their smooth texture.

Airey et al. (2004) tested specimens with 50% glass content through the indirect tensile strength method at 20°C. Their results showed that replacing conventional aggregate with glass has a negligible effect on the stiffness modulus. Similar conclusions were indeed obtained by other researchers. T. Bachand, Lachance-Tremblay, Vaillancourt, et Perraton (2016) compared the stiffness of HMA with a 10% glass and different binder contents with the stiffness of a reference HMA. In their work, they evaluated the stiffness by measuring LVE properties using the complex modulus test (temperatures from -35°C to +35°C, with 10°C increments). Their results showed no considerable differences between all HMA tested.

Based on research showing an increase in the stiffness modulus for HMA with glass aggregates, it must be taken into consideration that hydrated lime was used in all cases. It has been used since the 1970s as an additive in HMA (Didier Lesueur et al., 2013). Recently, researchers have shown through complex modulus measurements that hydrated lime is responsible of an increase in mixture stiffness when used with conventional aggregates (Phan et al., 2017). Nevertheless, it is not clear whether the stiffness modulus increases in HMA with glass aggregates observed in the literature is due to the presence of glass aggregates or hydrated lime.

4.4 Preparation of materials and specimens

In this study, 6 different hot mix asphalts (ESG-10: *Enrobé semi-grenu*, 0/10 mm nominal aggregate size) were produced with various limestone and glass aggregate contents. All HMA were produced with a polymer-modified binder with a Performance Grade (PG) of 70-28 (Tableau 4.1). The ESG-10 hot mix asphalt combined with a PG 70-28 binder is frequently used in the Montreal region for wearing courses. The granular skeleton curve of the reference mixture, as well as the control points, is presented in Figure 4.2. According to Quebec

provincial standards, the granular skeleton curve must be located between the control points (MTMDET, 2017). Three different glass contents (0% identified as reference, 20% and 60% by volume of the aggregates) and two hydrated lime contents (0% and 2% by mass of the aggregates) were studied, for a total of six mixtures (Tableau 4.2). Glass aggregates were obtained from a recycling sorting facility that crushes and sieves glass containers. Various glass aggregates sizes, ranging from 0.315 mm to 5 mm, were used, while keeping the granular skeleton curve constant. The maximum glass aggregates size was fixed at 5 mm to prevent any problems related to the presence of flat and elongated particles. The 2% hydrated lime content was selected to replace 100% of the limestone filler.

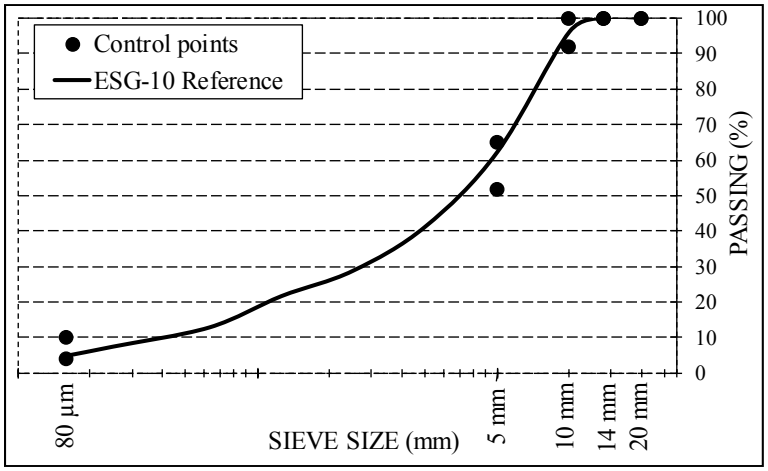


Figure 4.2 ESG-10 reference mixture gradation curve

Tableau 4.1 PG70-28 binder characteristics

Specific gravity	1.022
Viscosity at 135°C (Pa·s)	1.097
Viscosity at 165°C (Pa·s)	0.312
Ring & Ball temperature (°C)	58.2
Penetration at 25°C (10^{-1}mm)	131
Elastic recovery (%) at 10°C[(1)]	75
[(1)]ASTM D6084-13	

Tableau 4.2 Specimens identification, binder content and voids content

Mixture	Specimen identification	Binder content by mass (%)	Voids content (%)
Reference	REF	5.4	5.4
Reference with 2% hydrated lime	REF-HL	5.4	5.7
20% glass	20G	5.3	5.7
20% glass with 2% hydrated lime	20G-HL	5.3	5.1
60% glass	60G	5.2	5.0
60% glass with 2% hydrated lime	60G-HL	5.2	4.7

The optimal binder content of each mixture was fixed in order to have an effective volumetric binder content of 12.2%. The effective volumetric binder content is the volume of binder coating the aggregates, and which is thus not absorbed by the aggregates, and it is calculated from the volumetric proportions after performing the maximum theoretical specific gravity test. The binder contents of the tested mixtures are presented in Tableau 4.2.

All specimens used in this project were fabricated in the laboratory. Heated limestone and recycled glass aggregates (180°C ± 2°C) were first mixed mechanically with heated hydrated lime until a homogenous visual render was obtained. Then, the heated binder (168°C ± 2°C) was incorporated and mixed mechanically until a homogenous visual render was obtained. Prior to compaction, a loose mixture was cured in a ventilated oven (160°C ± 2°C) for a minimum of 30 minutes, but no more than 2 hours. Then, the loose mixture was compacted with a Superpave Gyratory Compactor (SGC) in a 150 mm diameter mould to a target voids content of 5.5% ± 1.0% (length ~170 mm). The specimens used for complex modulus measurements were cored a 75 mm diameter and trimmed to a 150 mm length. The identification and the voids contents of the specimens are presented in Tableau 4.2. One specimen was tested per mixture.

4.5 Complex modulus for linear viscoelastic materials

For small strain amplitudes ($\varepsilon < 10^{-4}$m/m) and few solicitations, the behaviour of the asphalt mixture is linear viscoelastic (LVE) (Di Benedetto, Partl, Francken, & De La Roche Saint André, 2001). The response of an LVE material submitted to a sinusoidal strain solicitation is also sinusoidal, but with a lag. The complex modulus (E*) is expressed by Equation 4.1, where ϕ_E is the phase lag between the strain and stress function and j is a complex number defined by $j^2=-1$:

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{j\phi_E} = \left|E^*\right| e^{j\phi_E} \tag{4.1}$$

4.5.1 Testing procedure and apparatus

In this project, a servo-hydraulic press was used. Three 50 mm extensometers were placed at 120° intervals around the specimen to measure the axial strain. Complex measurements were performed under strain control based on the mean value of the three extensometers. The target axial strain was fixed at 50µm/m to ensure that measurements would be carried out in the LVE domain. A thermal chamber was used for thermal conditioning and the temperature was monitored by three temperature probes glued to the specimen. Eight temperatures (-35, -25, -15, -5, +5, +15, +25 and +35°C) and seven frequencies (10, 3, 1, 0.3, 0.1, 0.03 and 0.01 Hz) were used.

4.5.2 2S2P1D model

Complex modulus test results were modelled with a 2S2P1D model developed at the University of Lyon-ENTPE. This model is a combination of 2 springs, 2 parabolic elements and 1 dashpot (Figure 4.3), based on the Huet-Sayegh model, which has been adapted by adding a linear dashpot in series with the two parabolic elements and the spring of stiffness $E_0 - E_{00}$. By adding these elements, the modelling is improved, especially in the high temperature and low frequency range.

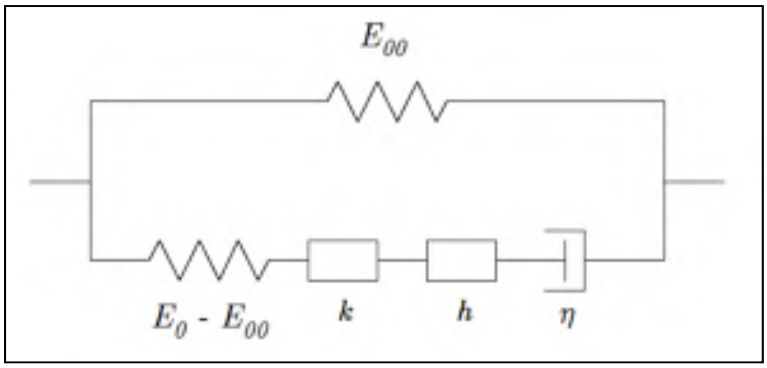


Figure 4.3 Analog representation of the 2S2P1D model

This model is widely used to model the LVE properties of bituminous materials such as asphalt mixtures, binder and mastics (Badeli, Carter, & Doré, 2017; Barco Carrión et al., 2017; Di Benedetto, Delaporte, & Sauzéat, 2007; Lachance-Tremblay, Perraton, Vaillancourt, & Di Benedetto, 2017; Lamothe, Perraton, & Benedetto, 2017; Mangiafico et al., 2014; Perraton et al., 2016; Perraton, Di Benedetto, Sauzéat, Nguyen, & Pouget, 2017; Phan, Di Benedetto, Sauzéat, & Lesueur, 2016; Specht, Babadopulos, Di Benedetto, Sauzéat, & Soares, 2017). Like the Huet-Sayegh model, the 2S2P1D model has a continuous spectrum, which means that it can be represented by an infinity of Kelvin-Voigt elements in series or Maxwell elements in parallel. However, no analytical expression of the creep function is available in the time domain. The 2S2P1D expression of the complex modulus at a given reference temperature is expressed by Equation 4.2, where:

- ω is the pulsation ($\omega = 2\pi f$), with f being the testing frequency;
- E_{00} is the static modulus when $\omega \rightarrow 0$;
- E_0 is the glassy modulus when $\omega \rightarrow \infty$;
- δ is a constant;
- k and h are exponents such that $0 < k < h < 1$;
- j is a complex number defined by $j2 = -1$;
- β is a parameter linked with the Newtonian viscosity of the dashpot $\eta = (E_0 - E_{00})\ \beta\tau_E$

- τ_E is a characteristic time value, which is the only parameter dependent on the reference temperature.

$$E^*_{2S2P1D}(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau_E)^{-k} + (j\omega\tau_E)^{-h} + (j\omega\beta\tau_E)^{-1}} \tag{4.2}$$

Seven parameters are required to characterize the 1D LVE properties at a given temperature. A representation of the model parameters in the Cole-Cole plan is shown in Figure 4.4. Moreover, for materials that conform to the Time-Temperature Superposition Principle (TTSP), an equivalent frequency may be calculated for each temperature-frequency combination with Equation 4.3, where a_T is the experimental shift factor for a given isotherm and f the testing frequency. The a_T values are calculated with Equation 4.4, and depend on both the testing and reference temperature. τ_E values are found for each isotherm by minimizing the error between $|E^*_{measured}|$ and $|E^*_{2S2P1D}|$ and $\tau_E = \tau_{0E}$ at the reference temperature. The evolution of a_T was approximated with the William, Landel and Ferry (WLF) equation (Ferry, 1980). The WLF equation is expressed by Equation 4.5, where C_1 and C_2 are constants depending on the reference temperature.

$$f_{eq} = f \times a_T(T_i; T_{ref}) \tag{4.3}$$

$$\tau_E(T) = a_T(T) \times \tau_{0E} \tag{4.4}$$

$$\log(a_T) = -\frac{C_1(T - T_0)}{C_2 + T - T_0} \tag{4.5}$$

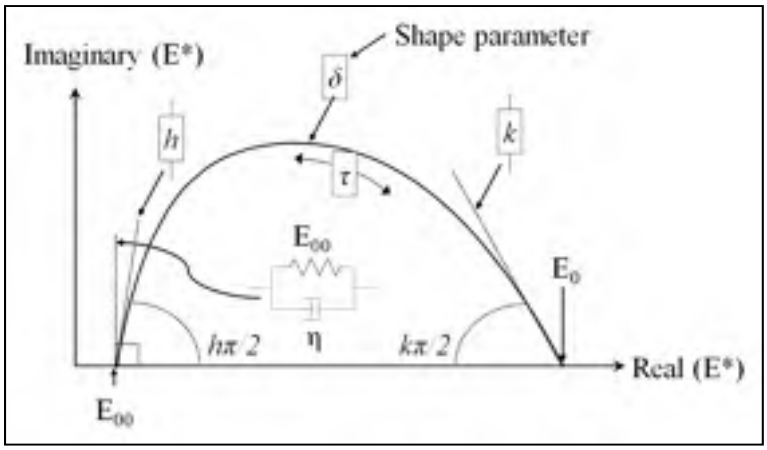


Figure 4.4 Representation of the 2S2P1D model parameters in the Cole-Cole plan

4.5.3 Repeatability of the complex modulus test

As previously mentioned, the LVE measurements were carried out on one specimen for each mixture. The testing apparatus and complex modulus test procedure used at the École de technologie supérieure Pavements and Bituminous Materials Laboratory for LVE the repeatability of measurements has been verified numerous times. It has been shown to be very good with conventional asphalt mixtures. Recently, the E* test repeatability was verified for asphalt mixtures with glass aggregates (Lachance Tremblay, 2014). To that end, two specimens per mixture were submitted to the E* test, involving: 1) a conventional asphalt mixture (0% glass), and 2) an asphalt mixture with 10% glass (10% glass). First, the ability of the 2S2P1D model to simulate the LVE properties was verified. For that, the coefficient of determination was calculated between the |E*| experimental data and the |E*| from the 2S2P1D model for each temperature-testing frequency combination. The coefficients of determination all exceeded 0.9992, showing the excellent accuracy of the 2S2P1D model in predicting the |E*|.

Although the repeatability of the complex modulus test is very good, for different tests, small differences are seen in terms of testing temperatures and frequencies, even where the same testing apparatus is used. Therefore, to compare the experimental data of different tests, the

data from each one is compared against a reference state given by the 2S2P1D model. More details about the procedure can be found in (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017).

Figure 4.5 presents the relative difference values between |E*| experimental data and |E*| simulated values from the 2S2P1D model calibrated and a reference specimen. For the 0% glass mixture, the |E*| data were compared with a reference given by the 2S2P1D model calibrated with the specimen 0% glass # 1 (Figure 4.5a). For the 10% glass mixture, the |E*| data were compared with a reference given by the 2S2P1D model calibrated with the specimen 10% glass # 1 (Figure 4.5b). Each dot is a unique temperature frequency testing combination (i.e., experimental data) represented with the equivalent frequency along the X-axis. The position along the Y-axis represents the relative difference values of each |E*| experimental data and the reference given by the 2S2P1D model. For a given mixture, to assess the difference between the |E*| experimental data of the two specimens, the difference between the clouds of dots is noted. For the two mixtures, the dispersion of dots is very similar, indicating a very good repeatability of the test.

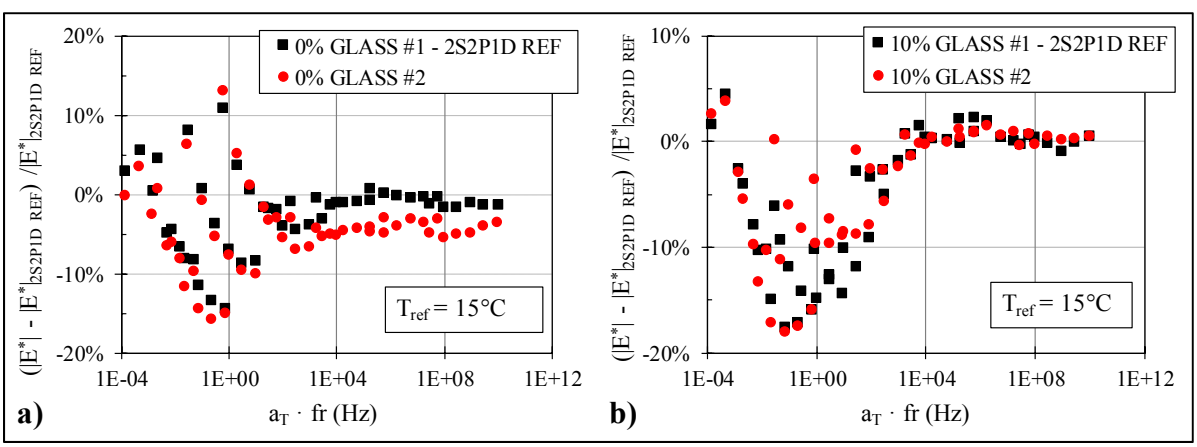


Figure 4.5 Relative difference values between |E*| experimental data and |E*| 2S2P1D simulated values to assess the E* test repeatability

4.6 Experimental results and analysis

4.6.1 Cole-Cole plot and Black diagram

Figure 4.6 shows the complex modulus (E*) experimental results, as well as the 2S2P1D modelling in a Cole-Cole plot and Black diagram. The Cole-Cole plot shows the relation between the viscous component of the complex modulus (E_2) with respect to the elastic component (E_1). The Black diagram shows the relation between the complex modulus norm (|E*|) and the phase angle (ϕ_E). In the Cole-Cole plot (Figure 4.6), three mixtures, REF-HL (purple dots), REF (yellow square) and 20G-HL (cyan triangle), have similar Cole-Cole curve shapes. For 20G (black diamonds) and 60G (red plus), the Cole-Cole curve shape is similar, but with a shrink, as indicated in Figure 4.6. For 60G-HL (blue X), the Cole-Cole curve shape is different from all the others mixture. The same tendency is observed when looking at the 2S2P1D modelling curves represented by coloured lines in Figure 4.6. In the Black diagram (Figure 4.7), the phase angle values of all mixtures increase up to a maximum value, but then decrease. This reduction of the phase angle occurs at high temperatures (+25°C and +35°C), where the binder is rather soft. This is due to the presence of aggregates in the mixture (Di Benedetto & Corté, 2005a). Moreover, it was noted that the experimental data in the Black diagram do not follow a unique curve, as shown in Figure 4.8 for the 20G mixture. This is a trend often observed when testing mixtures with polymer-modified binders (Di Benedetto, Olard, Sauzéat, & Delaporte, 2004). As a result, the partial time-temperature superposition principle (PTTSP) is considered.

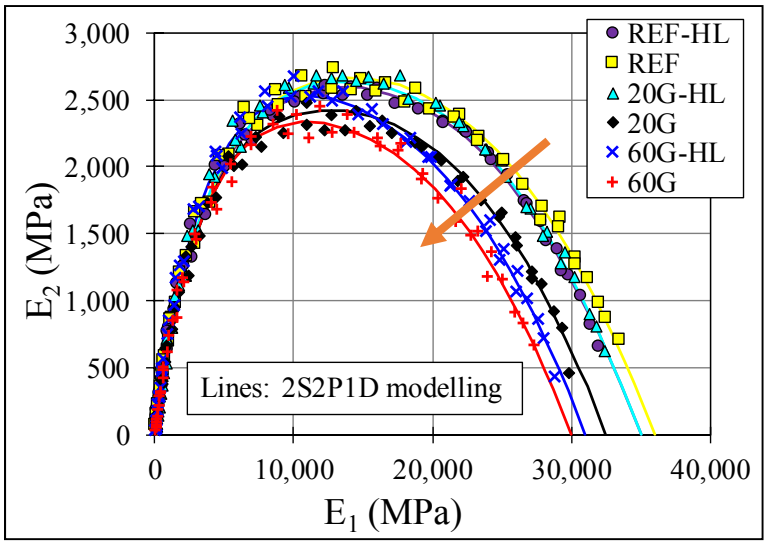


Figure 4.6 Complex modulus experimental results and 2S2P1D model curves in the Cole-Cole plot

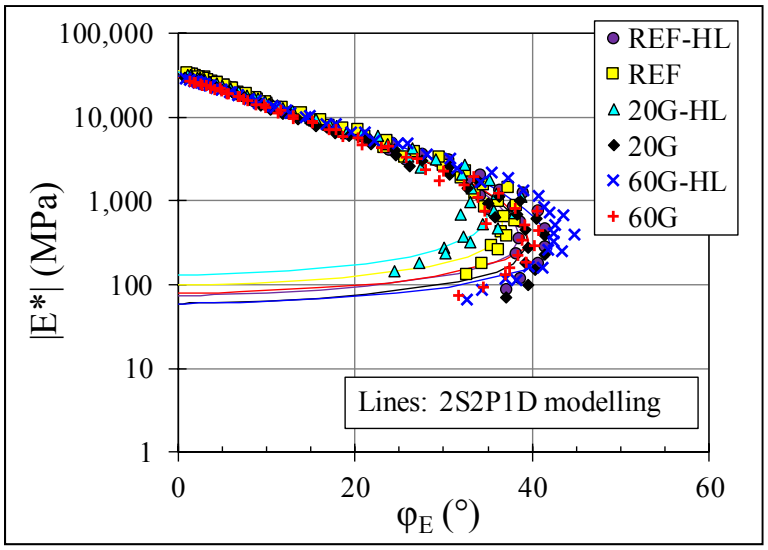


Figure 4.7 Complex modulus experimental results and 2S2P1D model curves in the Black diagram

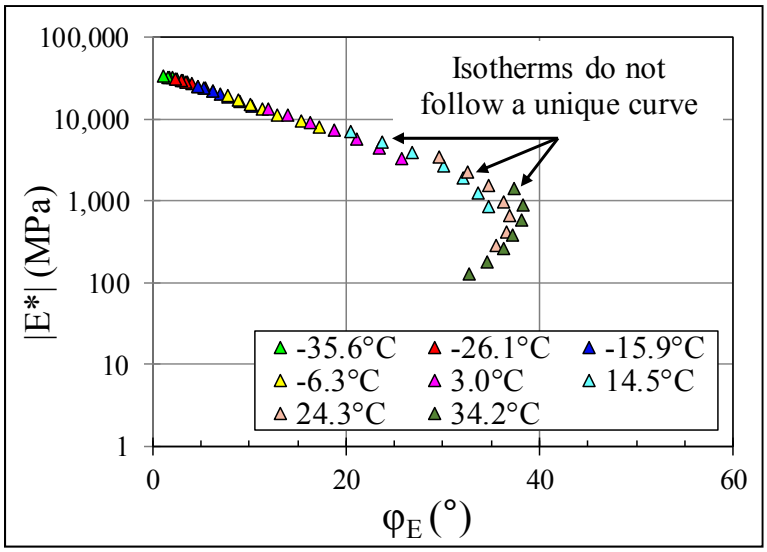


Figure 4.8 Experimental data of 20G specimen in the Black diagram

4.6.2 2S2P1D model parameters

The calibration of the 2S2P1D model with the experimental data is done manually with an Excel file by minimizing the error between complex modulus experimental data and complex modulus 2S2P1D simulated values. 2S2P1D modelling parameters are presented in Tableau 4.3. It should be recalled that parameters k, h, δ and β are related to the binder rheology. For different mixtures produced with the same binder, the same values for the 4 shape parameters are usually used. In this research, k and h parameters are the same for all mixtures. However, different β and δ values are found for 60G and 60G-HL. Regarding the E_0 (glassy modulus, value when $\omega \rightarrow \infty$) and E_{00} (static modulus, value when $\omega \rightarrow 0$) parameters linked to the granular skeleton, different values are found for all mixtures. Pham et al. (2015) showed that voids content has an influence on the E_0. Generally, for a given mixture, an increase in the voids content leads to a decrease in the glassy modulus (E_0) (Perraton et al., 2017). Figure 4.9 shows the relation between E_0 and the specimen's voids content. Looking at the voids content, 60G and 60G-HL specimens have the lowest values as well as the lowest E_0. This is the opposite of the general tendency previously mentioned. Figure 4.10 shows the relation between E_0 and the glass content, as well as the voids contents of the tested specimens. A general tendency is

observed: adding glass seems to reduce the E_0 value, especially for mixtures with 60% glass aggregates content. Moreover, this is more notable for mixtures without hydrated lime (red diamonds). Overall, it can be concluded that a high glass aggregate content (up to 60% in this case) decreases the glassy modulus.

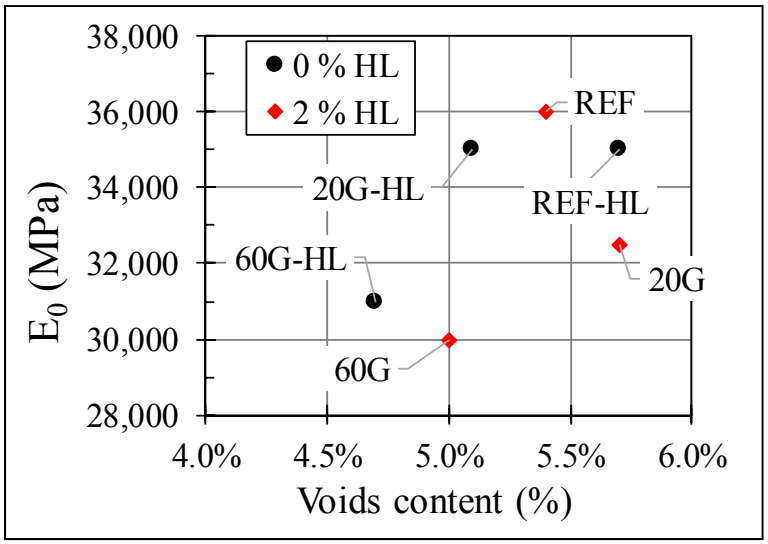


Figure 4.9 Relation between glassy modulus (E_0) and voids content (HL: hydrated lime)

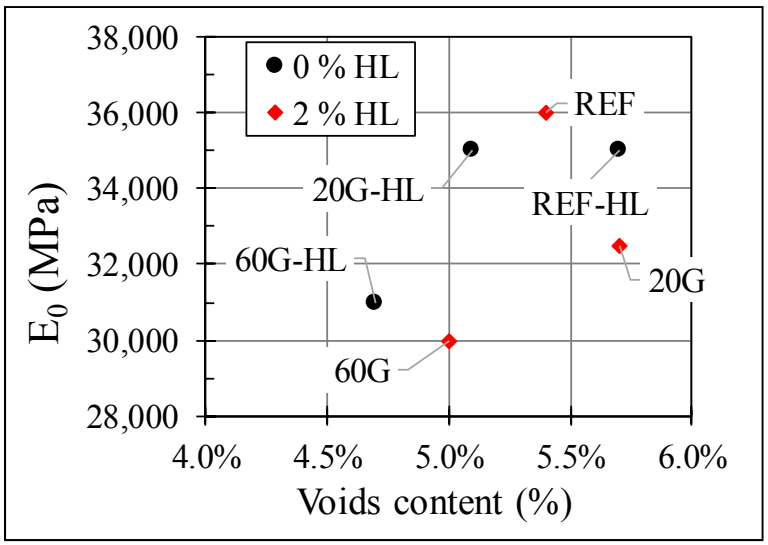


Figure 4.10 Relation between glassy modulus (E_0) and glass content (HL: hydrated lime)

Tableau 4.3 2S2P1D parameters and WLF constants for all mixtures (T_{ref} = 15°C)

<table>
<tr><th rowspan="2">Mixture</th><th rowspan="2">Voids content (%)</th><th colspan="6">2S2P1D parameters</th><th colspan="3">WLF constants</th></tr>
<tr><th>E_{00} (MPa)</th><th>E_0 (MPa)</th><th>k</th><th>h</th><th>δ</th><th>β</th><th>C_1</th><th>C_2</th><th>τ_0</th></tr>
<tr><td>REF-HL</td><td>5.7</td><td>75</td><td>35,000</td><td rowspan="6">0.17</td><td rowspan="6">0.50</td><td rowspan="4">2.8</td><td rowspan="4">500</td><td rowspan="6">27.7</td><td rowspan="6">204.7</td><td>0.0059</td></tr>
<tr><td>REF</td><td>5.4</td><td>100</td><td>36,000</td><td>0.0068</td></tr>
<tr><td>20G-HL</td><td>5.1</td><td>130</td><td>35,000</td><td>0.0058</td></tr>
<tr><td>20G</td><td>5.7</td><td>60</td><td>32,500</td><td>0.0052</td></tr>
<tr><td>60G-HL</td><td>4.7</td><td>60</td><td>31,000</td><td>2.3</td><td rowspan="2">300</td><td>0.0016</td></tr>
<tr><td>60G</td><td>5.0</td><td>80</td><td>30,000</td><td>2.5</td><td>0.0024</td></tr>
</table>

4.6.3 Master curves and experimental shift factors

Master curves show the E* experimental results (norm or phase angle) according to an equivalent frequency (f_{eq}) for a given reference temperature. The master curves are obtained by horizontal translation of the E* norm isotherms along the X-axis, as shown in Figure 4.11 Experimental norm of the complex modulus isotherms and master curves (T_{ref} = 15°C) for 20G specimen. As already mentioned, for the mixtures tested in this research, the PTTSP is considered. As such, the master curves can only be plotted for the norms of the E*. Figure 4.12 shows the experimental and the 2S2P1D master curves of the norm of the E* at a reference temperature of 15°C. Small differences are observed, especially in the low equivalent frequency range (high temperatures; low frequencies). The evolution of the experimental shift factors according to the temperature is presented in Figure 4.13. All mixtures have similar evolutions of a_T according to temperature.

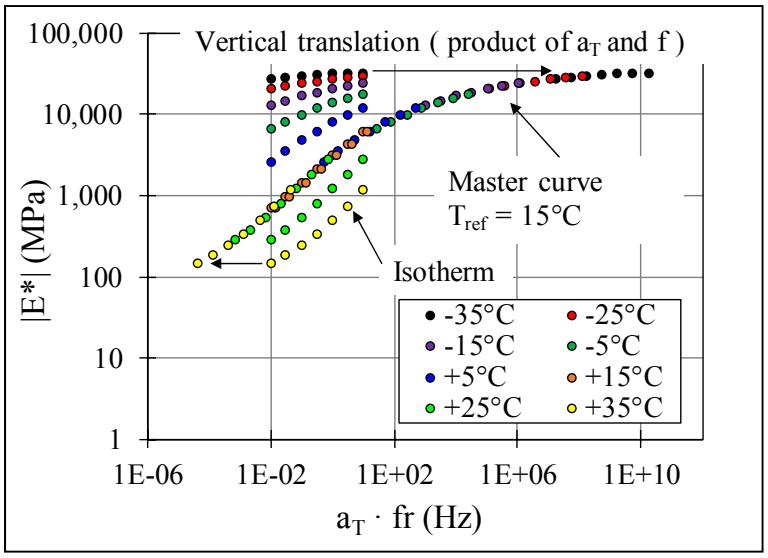


Figure 4.11 Experimental norm of the complex modulus isotherms and master curves (T_{ref} = 15°C) for 20G specimen

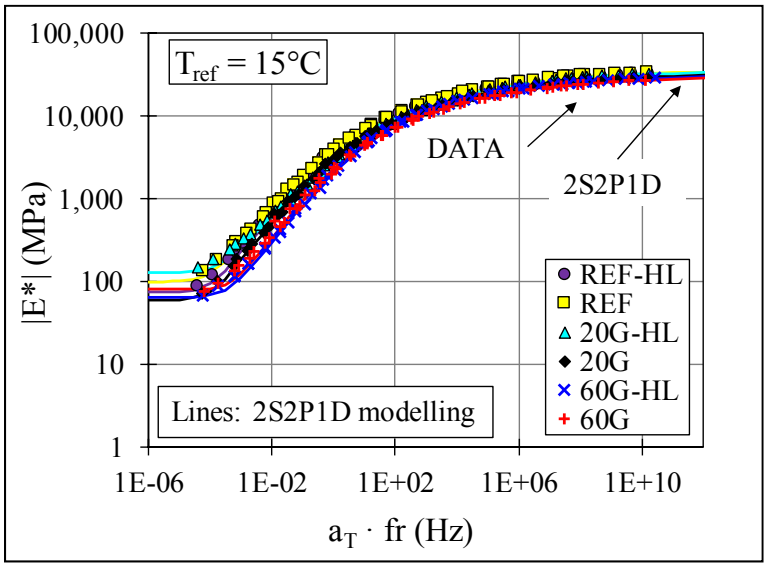


Figure 4.12 Master curves of the norm of the complex modulus at a reference temperature of 15°C

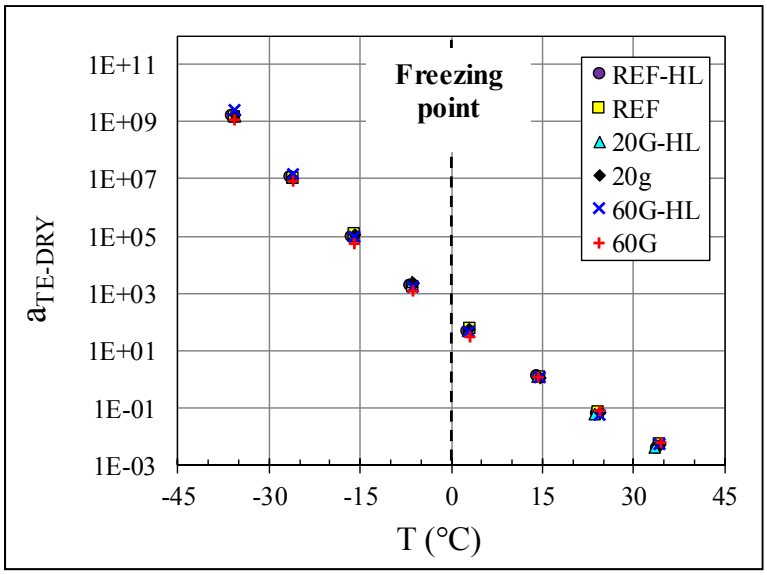


Figure 4.13 Experimental shift factors (a_{TE}) for a reference temperature of 15°C

4.6.4 Normalized complex modulus results

Pham et al. (2015) proposed the normalization of the E* results. This allows a comparison of the E* of different mixtures without the influence of the granular skeleton (E_0 and E_{00}) and voids content. Thus, the linear viscoelastic properties of all mixtures can be compared. Equation 4.6 is used to calculate E* normalized values, and graphical representations such as the Cole-Cole plot (Figure 4.14), Black diagram (Figure 4.15) and master curve (Figure 4.16) may be used. E_0 and E_{00} values used for normalization are shown in Tableau 4.3.

$$E^*_{Norm} = \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \tag{4.6}$$

The normalized Cole-Cole plot (Figure 4.14) noticeable differences for 60G (red plus), and these are most notable for 60G-HL (blue X). This is not surprising because a different δ parameter value was used for 2S2P1D modelling. With this in mind, it can be concluded that 60G and 60G-HL have different LVE properties as compared to the other four mixtures. On a

normalized Black diagram (Figure 4.15), noticeable differences are observed, but only for 60G-HL.

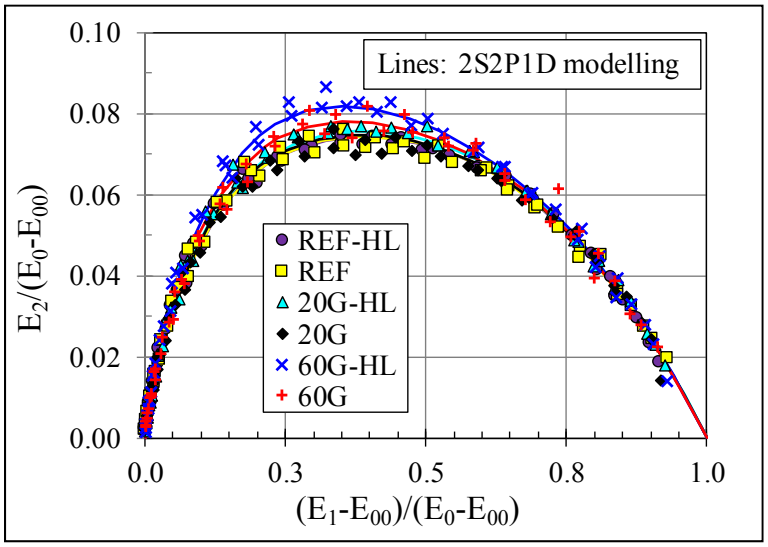


Figure 4.14 Normalized complex modulus data in the Cole-Cole plot

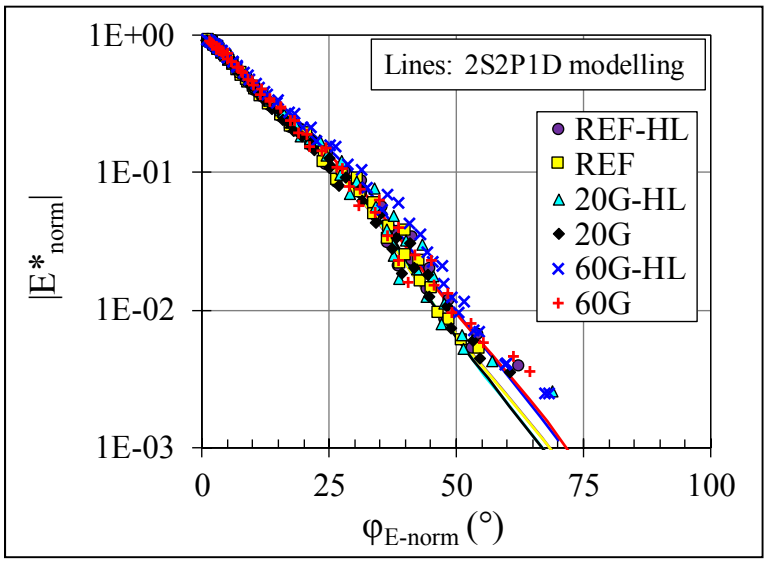


Figure 4.15 Normalized complex modulus data in the Black diagram

All normalized master curves of the complex modulus norm can be superimposed by choosing a different reference temperature for each mixture. To that end, normalized complex modulus norm values are shifted along the equivalent frequency axis by using the same τ_0 value for all mixtures. Figure 4.16 shows the normalized master curves of experimental results and the 2S2P1D model. Modelling parameters used were the same as previously stated (Tableau 4.3), but with a τ_0 value of 0.005. An important difference in terms of reference temperature is observed for 60G and 60G-HL, where the reference temperatures are 12.5°C and 11.7°C, respectively. For the other four mixtures, the reference temperatures are similar. Therefore, it can be assumed that a high glass content (for example, 60%) decreases the mixture stiffness.

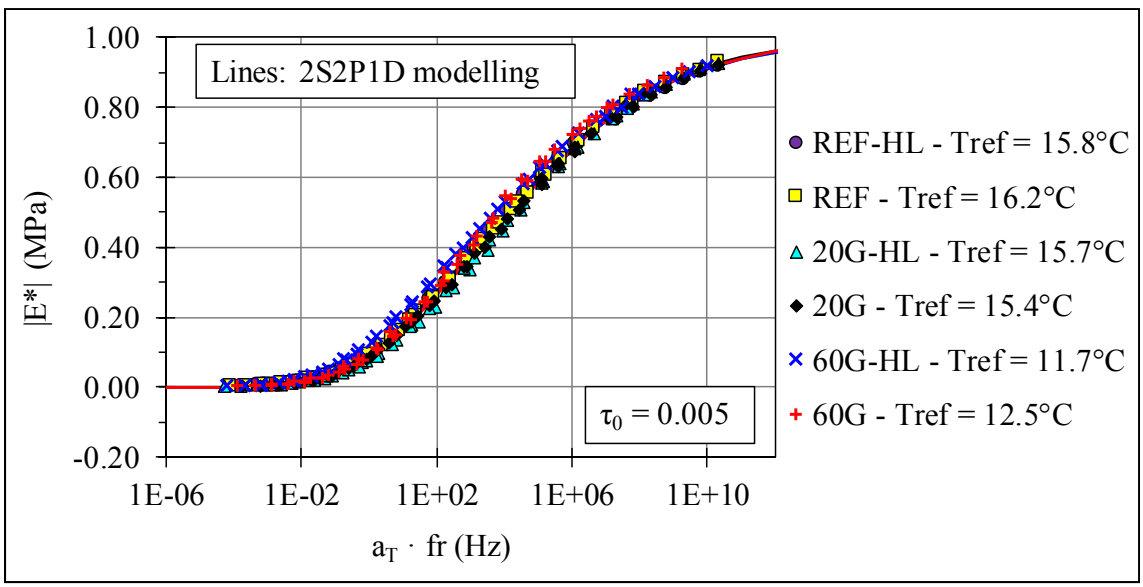


Figure 4.16 Normalized master curves of the norm of complex modulus with $\tau_0 = 0.005$

4.6.5 Comparison of the complex modulus experimental data with the 2S2P1D simulated values

Using the procedure previously presented, which compares the experimental data with 2S2P1D simulated values, the effect of glass aggregates and hydrated lime content is quantified. This procedure has been used before, and proven to be very effective for comparing multiple complex modulus experimental data (Lachance-Tremblay, Vaillancourt, & Perraton, 2016a).

First, the differences between experimental data of REF, 20G and 60G and the simulated values obtained from the 2S2P1D model calibrated with REF specimen were calculated. This allows the quantification of the effect of glass aggregates on LVE properties. Figure 4.17 shows the differences of the experimental complex modulus norm with the simulated values in terms of the equivalent frequency (reference temperature of 15°C). The first observation in Figure 4.17 is that the 2S2P1D modelling of the REF mixture is very good, and minor differences between the experimental data and the 2S2P1D simulated values are obtained. In this case, a maximum difference value of 27% is obtained, and represents a difference between the experimental complex modulus norm value of 180 MPa and a simulated value of 140 MPa. Thus, at high temperatures (or low equivalent frequencies represented as the green zone in Figure 4.17), difference values within the ± 30% range are generally inconsequential.

Regarding 20G and 60G mixtures, a general tendency is observed in Figure 4.17: the difference values are negative, which means that the complex modulus norm values of the mixtures are lower than for the REF mixture. The difference values for data outside the low equivalent frequency zone range from -9% to -20% for 20G (average of -14%), and from -17% to -40% for 60G (average of -26%). Therefore, the complex modulus norm values of 20G and 60G mixtures are lower than for the REF mixture. As an example, at 14.5°C and 10 Hz (equivalent frequency of 1.15E+01), the complex modulus norm value of 20G mixture is 5,674 MPa, versus 6,763 MPa (simulated) for the REF mixture. At 14.1°C and 10 Hz (equivalent frequency of 1.28E+01), the complex modulus norm value of the 60G mixture is 4,578 MPa, versus 6,924 MPa (simulated) for the REF mixture. This confirms the tendency previously observed where the stiffness of glass aggregates mixtures is lower than for a reference mixture.

In order to quantify the effect of hydrated lime on LVE properties, the experimental data of REL-HL, 20G-HL and 60G-HL were compared with the 2S2P1D simulated values from their respective mixtures without hydrated lime. For example, the experimental data of 20G-HL was compared with the simulated values obtained from the 2S2P1D model calibrated with a 20G mixture (REF-HL experimental data versus 2S2P1D simulated values calibrated with REF, 60G-HL experimental data versus 2S2P1D simulated values calibrated with 60G). In Figure

4.18, the difference values for REF-HL, 20G-HL and 60G-HL against their respective corresponding mixtures without hydrated lime are presented. In the high temperatures (low equivalent frequencies zone represented as the green zone), the difference values for the three mixtures range from -20% to +24%, which are inconsequential (lower than 30%). For the other experimental data, the difference values of REF-HL are quite small and range from +2% to -10%. The highest difference value of -10% represent a decrease of 197 MPa (1,710 MPa for experimental data of REF-HL versus 1,907 MPa simulated value for REF). For mixtures with glass aggregates, a tendency is observed for data outside the low frequency zone, where there is a minor increase in the mixture stiffness. For 20G-HL, the highest difference value is 8.9%, and expresses an increase of 705 MPa due to the presence of hydrated lime (29,259 MPa for experimental data of 20G-HL versus 29,964 MPa simulated value for 20G). For 60G-HL, the highest difference value is 6.3%, and expresses an increase of 616 MPa (10,403 MPa for experimental data of 60G-HL versus 9,786 MPa simulated value for 60G). However, for 20G-HL and 60G-HL, the voids contents of the specimens are higher than their respective corresponding specimens without hydrated lime (Tableau 4.2). Therefore, it is not clear if the minor increase in the mixture stiffness is due to the difference in terms of voids content or to the presence of hydrated lime.

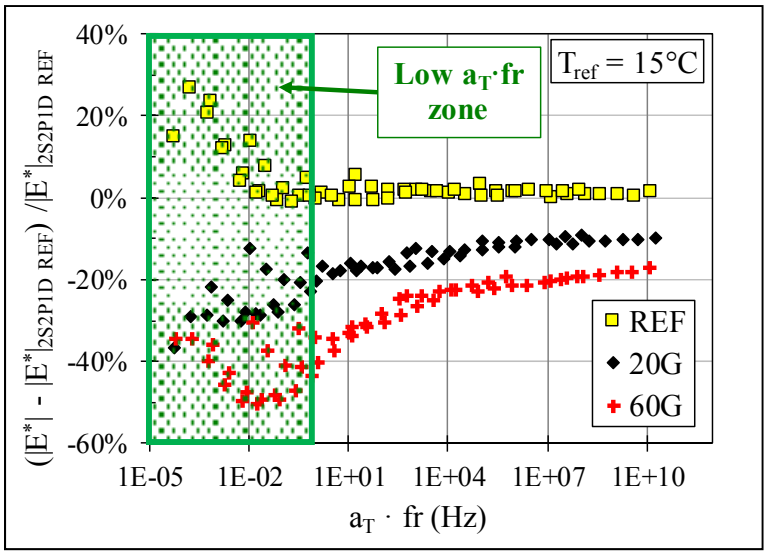


Figure 4.17 Difference between experimental norm of the complex modulus and the 2S2P1D simulated values calibrated with REF specimen (T_{ref} = 15°C)

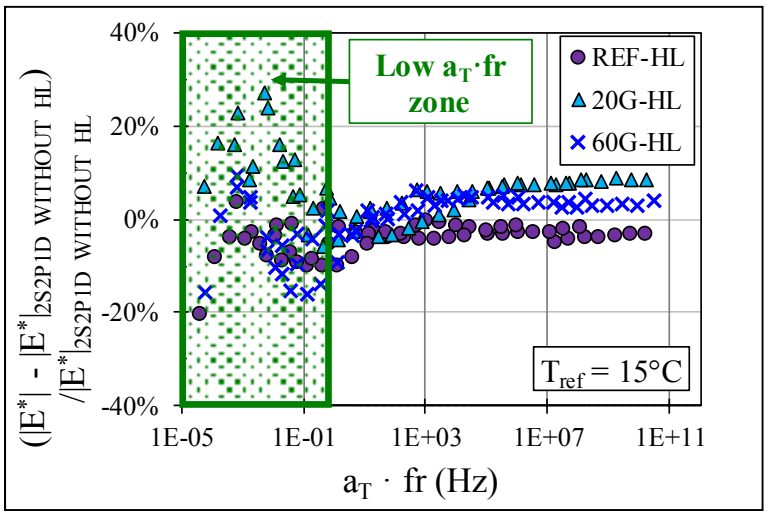


Figure 4.18 Difference between experimental norm of the complex modulus (specimens with hydrated lime) and the 2S2P1D simulated values calibrated with their respective specimens without hydrated lime (T_{ref} = 15°C)

4.7 Conclusion

In this paper, the linear viscoelastic properties of 6 mixtures with different glass aggregates and hydrated lime contents were evaluated with the complex modulus test (E*). All mixtures were ESG-10, a wearing course mixture commonly used in the Montreal region, with a PG70-28 binder modified with polymers. Linear viscoelastic properties were measured under sinusoidal axial tension-compression loading for various temperatures and frequencies. Overall, it was found that:

- the 2S2P1D model correctly simulates the 1D LVE properties;
- the TTSP was not verified for the tested mixtures. However, the PTTSP is considered, and is effective for plotting the master curves of the norm of the complex modulus;
- four mixtures have similar Cole-Cole curve shapes and identical 2S2P1D model shape parameters (i.e., similar LVE properties). Noticeable differences were observed in the Cole-Cole curve shape for the mixture with 60% glass content and 2% hydrated lime. Moreover, different 2S2P1D model shape parameters were obtained for both mixtures with a 60% glass content;
- the glassy modulus is reduced when using glass aggregate, with the effect being more notable when using a high glass content (for example, 60%);
- the normalized complex modulus shows differences for both mixtures with a 60% glass aggregate content. Therefore, the LVE properties are modified when using a high glass aggregate content;
- small differences are observed on the master curves of the norm of the complex modulus at a 15°C reference temperature. However, identical normalized master curves of the norm are obtained if different reference temperatures are considered (i.e., using the same $\tau 0$ value). Lower reference temperatures are obtained for the two mixtures with 60% glass aggregates content;
- the complex modulus norm values for mixtures with glass aggregates are lower than for the reference mixture;
- no notable effects related to the hydrated lime content could be observed.

CHAPITRE 5

DEGRADATION OF ASPHALT MIXTURES WITH GLASS AGGREGATES SUBJECTED TO FREEZE-THAW CYCLES

Éric Lachance-Tremblay[a], Daniel Perraton[b], Michel Vaillancourt[c] and Hervé Di Benedetto[d]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3
[d] Université de Lyon - École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE), LGCB/LTDS (CNRS 5513), Rue Maurice-Audin, 69518 Vaulx-en-Velin, France

Article publié dans la revue *Cold Regions Science and Technology*, Volume 141, Septembre 2017, Pages 8-15

5.1 Abstract

Pavements in cold regions undergo extreme weather conditions such as prolonged exposure to water and repeated freeze-thaw cycles (FT). The objective of this paper was to evaluate the moisture susceptibility and degradation due to FT of asphalt mixture with glass aggregates. This was done using a new method based on complex modulus measurements. Samples were tested in dry condition and then saturated with water prior to various conditioning such as hot water soaking and multiple FT. The 2S2P1D rheological model was used to simulate the materials behaviour and evaluate the evolution of linear viscoelastic properties. Results showed that the presence of water in the mixture voids increased the mixture stiffness at temperature below freezing point. Also, repeated FT damaged the samples, glass asphalt mixture was damaged faster than the reference mixture. However, both mixtures reached equivalent damage after 10 FT cycles.

5.2 Introduction

Nowadays, the use of recycled materials and industrial byproducts in pavement structure, specifically in hot mix asphalt (HMA), is strongly favoured because of its economic and environmental advantages. Recycled glass can be crushed and used in HMA. Its use in HMA as a replacement of conventional aggregate or as a filler has recently been studied (Androjić & Dimter, 2016; Arabani et al., 2017; Lachance-Tremblay et al., 2016a; Lachance-Tremblay, Vaillancourt, & Perraton, 2016b; Shafabakhsh & Sajed, 2014; T. Bachand et al., 2016). Main advantage from both economic and environmental point of view is that the volume of binder absorbed by the glass aggregate decrease compared with conventional aggregate, which means that the optimal binder content decrease (Lachance-Tremblay et al., 2016a). However, glass aggregate is known to be responsible for an increase in moisture susceptibility (Airey et al., 2004; Lachance-Tremblay et al., 2016a; Maupin, 1998).

Asphalt pavements prolonged exposure to water can lead to stripping of the binder from the aggregate surfaces. Moisture damage in HMA is known as a physico-chemical phenomenon and can cause degradation of the mixture mechanical properties due to a loss of adhesion between binder aggregates (known as stripping) and/or a weakening of the cohesive resistance of the binder mastic (Kakade, Reddy, & Reddy, 2016). Evaluation of the moisture susceptibility of HMA is normally conducted on loose aggregate coated with binder or on HMA compacted samples, both methods having their respective disadvantages. Tests conducted on loose aggregate, such as rolling bottle tests, have poor reproducibility mainly because the results are based on visual interpretation (Porot et al., 2016). Tests conducted on compacted samples, most common being AASHTO T-283 (TSR) and the Hamburg wheel track test, are often used for their simplicity. However, those tests are empirical, fails to relate with pavement field performances and are susceptible to give misinterpretation of moisture susceptibility (Buss et al., 2016; Vargas-Nordcbeck, Leiva-Villacorta, Aguiar-Moya, & Loria-Salazar, 2016).

In cold climate, asphalt mixture used in pavement structure undergo extreme weather conditions such as rain, melting snow and freeze-thaw cycles which can lead to premature damage (Lamothe, Perraton, & Di Benedetto, 2015). When temperature are below freezing point, the water in the asphalt mixture voids can lead to premature damage due to water expansion when freezing. In fact, freeze-thaw damage is considered as one of the major causes of degradation of asphalt pavement in cold regions such as Canada (El-Hakim & Tighe, 2014). It is well known that repeated freeze-thaw cycle leads to an increase of asphalt mixture voids content (Feng et al., 2010; Özgan & Serin, 2013; Xu et al., 2015, 2016; Yan et al., 2015). As a consequence, water can move more easily through the asphalt voids (Xu et al., 2016). In some region such as Quebec, pavement structure are exposed to multiple freeze-thaw cycles per winter (often over 40) (Lamothe et al., 2017).

The objective of this paper is to evaluate the moisture susceptibility and degradation due to freeze-thaw cycles of glass asphalt samples tested using a new method based on complex modulus (E*) measurements (Lamothe et al., 2017; Perraton et al., 2016). Then, the glass asphalt mixture performances are compared with a reference mixture. The use of recycled glass as an aggregate in cold regions pavement structure is currently being studied at the *Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux* (Pavements and Bituminous Materials Laboratory) of *École de Technologie Supérieure* in Montreal, Quebec, Canada.

5.3 Experimental program

For this paper, two samples were used for complex modulus test, one for the reference mixture and one for the glass asphalt mixture. For each sample, four complex modulus tests were done: 1) in dry condition, 2) after 14 days in hot water bath (60°C), 3) after 3 freeze-thaw cycles and 4) after 10 freeze-thaw cycles. Figure 5.1 shows the detailed sequence of testing and conditioning. For the second E* test (WET), the sample was tested only at temperatures over freezing point. The goal was to quantify the effect of water soaking (i.e. stripping) on linear viscoelastic properties without the degradation due to freeze-thaw cycles. This was done in

order to assess the moisture susceptibility. For the third and fourth E* test (3FT and 10FT), the goal was to quantify the degradation due to freeze-thaw cycles in order to assess the durability.

Test	Name	Testing temperatures (°C)	Conditioning
1st E*	DRY	-35 to +35	None
2nd E*	WET	+5 to +35	+ 14 days in 60°C water bath
3rd E*	3FT	-35 to +35	+ 3 freeze-thaw cycles
4th E*	10FT	-35 to +35	+ 7 freeze-thaw cycles

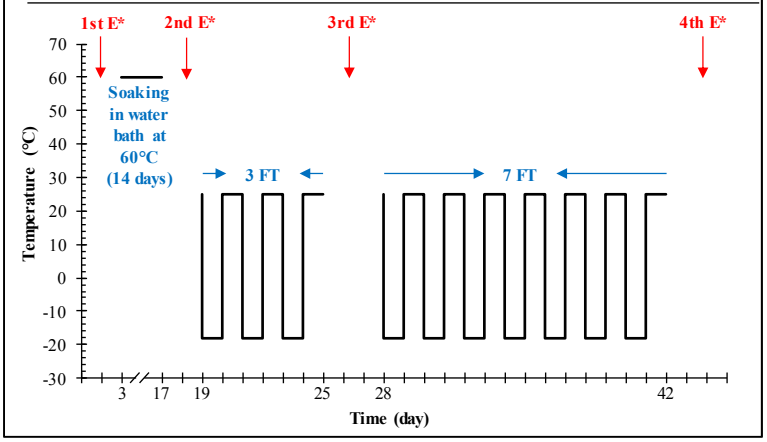


Figure 5.1 Testing and conditioning procedure: Four complex modulus (E*) tests were performed for each sample after various conditioning

5.4 Materials and Samples Preparation

5.4.1 Materials

An asphalt mixture with a nominal aggregate size of 0/10 mm (ESG10, Quebec standard) with a polymer modified binder PG70-28 (Tableau 5.1) was used. This type of mixture is often used as a surface course in the Quebec region. Figure 5.2 shows the granular curve as well as the specifications for ESG10 mixture (G. d. Québec, 2016). Both mixtures were prepared with the same effective volumetric binder content (V_{be}), which is a criterion in the Quebec standard (G. d. Québec, 2016). Mix design characteristics are found in Tableau 5.2. For the glass-asphalt mixture, 20 % of the volume of limestone aggregates were replaced with glass aggregates of three different sizes: 1) 6 % of glass 1.25-2.5 mm, 2) 7 % of glass 0.630-1.25 mm and 3) 7% of glass 0.315-0.630 mm. Hydrated lime was used as an anti-stripping agent, 2 % of the weight

of aggregates, to improve the stripping resistance (Tableau 5.3). Also, hydrated lime is known to improve the freeze-thaw cycle resistance (Yan et al., 2015).

Tableau 5.1 PG70-28 binder characteristics

Specific gravity	1.022
Viscosity at 135°C (Pa·s)	1.097
Viscosity at 165°C (Pa·s)	0.312
Ring & Ball temperature (°C)	58.2
Penetration at 25°C (10^{-1}mm)	131
Elastic recovery (%) at 10°C[(1)]	75
[(1)]ASTM D6084-13	

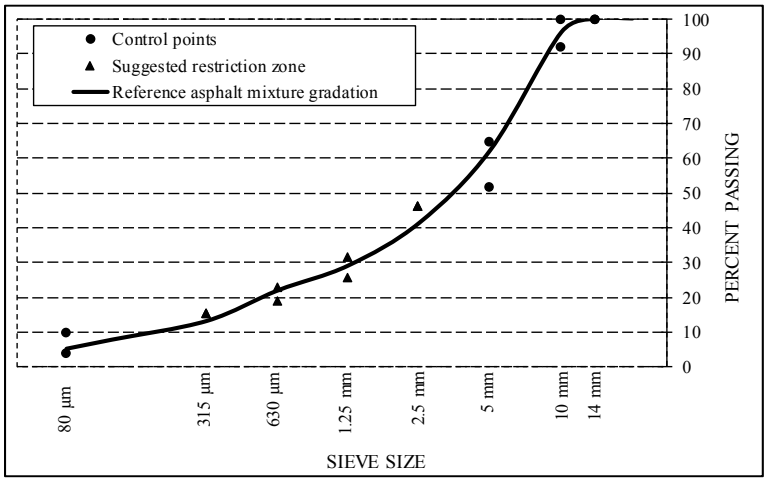


Figure 5.2 ESG10 control mixture gradation curve with control points and suggested restriction zone According to G. d. Québec (2016)

Tableau 5.2 Mixture characteristics and volumetric properties

Mixture	**G_{mm}**	**b[1] (%)**	**V_{ba}[2] (%)**	**V_{be}[3] (%)**	**Limestone volume (%)**	**Glass volume (%)**
REFERENCE	2.536	5.4	1.3	12.2	100	0
GLASS	2.498	5.3	0.8	12.2	80	20
[1] Binder content by mass, [2] Volume of absorbed binder, [3] volume of effective binder						

Tableau 5.3 Hydrated lime characteristics

Specific gravity	2.24
Available CaO (%)	70.3
Available $Ca(OH)_2$ (%)	92.8

5.4.2 Samples Preparation

All samples used in this study were prepared in the laboratory. The limestone aggregates, glass aggregates and hydrated lime were heated to 180°C, and the binder to 168°C, with a tolerance of ± 2°C prior to mixing. The heated aggregates were first mixed with the hydrated lime, and then mixed with the binder until a homogenous visual rendering was obtained. After mixing, samples were cured in a covered pan at 160°C in a ventilated oven for a minimum of 30 minutes, but no more than 2 hours to prevent oxidation of the binder. The samples used for E* testing were cored from samples compacted using a gyratory compactor mould of 150 mm diameter and 170 mm height to a target void content of 5.5 % ± 0.5 %. The cored samples were 75 mm in diameter and 150 mm in length.

5.4.3 Samples Conditioning

For each sample, four complex modulus E* tests were done. The first E* test was done in dry condition to characterize the mixture initial linear viscoelastic properties. The sample was then

saturated with water to a level of saturation between 70 % and 80 %. To introduce water in the sample voids network, a saturation process under vacuum was used. The sample was placed in a vacuum container which was filled with water until the sample was covered with a minimum of 25 mm of water. Then, the pressure in the vacuum container was kept below 4 kPa for five minutes. Following that step, the sample was taken out of the water and weighted to calculate the saturation level. If the saturation level was not within the specified range, the sample was put again in the vacuum container until saturation level was reached.

Once the level of saturation was reached, the sample was placed in a sand bed in a water bath at 60°C for 14 days. The sand bed was used to prevent creep of the sample. The water bath level and temperature were monitored each day to ensure the sample was always covered with water at the targeted temperature. Once the 14 days soaking period was over, the sample was taken out and put in a 25°C water bath for 4 hours. Then, the sample was weighted to calculate the saturation level after soaking. The sample was then placed in a latex membrane to limit any water loss and then tested for the second E* test. The second E* test was done with temperature over freezing point (+5°C to +35°C) in wet condition. Once completed, the saturation level of the sample was calculated to ensure it was still within the specified range. Then, the sample was submitted to three freeze-thaw cycles (FT). Each FT consisted of 24 hours in a freezer at -18°C and 24 hours at 25°C. The sample was kept in the latex membrane during all FT to limit any water loss. The third E* was done after the 3 FT cycles for all temperatures (-35°C to +35°C). After the third E*, another verification of the saturation level of the sample was done. Then, the sample was submitted to seven additional FT before the fourth E*.

5.5 Complex modulus test results and analysis

5.5.1 Introduction and modelling

For an asphalt mixture, linear viscoelastic properties can be measured in many ways, one of them being sinusoidal tension-compression loading in the small strain domain which is called complex modulus test (Di Benedetto & Corté, 2005a). From axial stress (σ_{01}) and axial strain (ε_{01}) values given by Equations (5.1) and (5.2), the complex Young's modulus is expressed as

Equation (5.3). Here, the complex modulus is characterized by the norm of the modulus ($|E^*|$), which is the stiffness of the material, and the phase angle (ϕ_E), which corresponds to the delay between the strain and the stress under sinusoidal cyclic loading.

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \phi_E) \tag{5.1}$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \tag{5.2}$$

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{j\phi_E} = \left|E^*\right| e^{j\phi_E} \tag{5.3}$$

Complex modulus tests were done using a servo-hydraulic press, with an electronic monitoring system in a strain control mode. An environmental chamber was used for thermal conditioning of the samples. The temperature was monitored by three temperature probes on the surface of the sample. A 100 kN load cell was used for load measurements, while the axial strain was measured with three extensometers (50 mm length) placed mid-height at 120° intervals around the sample. The target applied strain was fixed at 50 µm/m. This strain value was chosen to ensure that the measurement was maintained within the linear viscoelastic domain (Perraton et al., 2016). Also, in the small strain domain, the behaviour of the binder is generally linear and the Time Temperature Superposition Principle (TTSP) can be considered (Q. T. Nguyen, Di Benedetto, Sauzéat, & Tapsoba, 2013). Eight different temperatures (-35, -25, -15, -5, +5, +15, +25, +35°C) and seven frequencies (10, 3, 1, 0.3, 0.1, 0.03, 0.01 Hz) were used.

The complex modulus test results were modelled using the 2S2P1D model which is based on a simple combination of physical elements (2 springs, 2 parabolic elements and 1 dashpot) (Figure 5.2) (Olard & Di Benedetto, 2003). This model is widely used to model the linear viscoelastic unidimensional or tridimensional behaviour of bituminous materials (including binders, mastics and mixes) (Hervé Di Benedetto et al., 2004; Lachance-Tremblay et al., 2016a; Lamothe et al., 2017; Lamothe, Perraton, & Di Benedetto, 2016; Mangiafico et al.,

2014; Md. Yusoff et al., 2013; Perraton et al., 2016; Pham et al., 2015; Pouget, Sauzéat, Di Benedetto, & Olard, 2012). The 2S2P1D analytical expression of the complex Young's modulus, at a specific reference temperature, is given by Equation (5.4) where j is the complex number defined by $j^2 = -1$; ω is the pulsation (ω = 2πf, f is the frequency); k and h are constant exponents, such that 0 < k < h < 1; δ is a constant; E_{00} is the static modulus when ω → 0; E_0 is the glassy modulus when ω → ∞; β is a parameter linked with η, the Newtonian viscosity of the dashpot, η = (E_0 – E_{00}) and τ_E is a characteristic time values, which is the only parameters depending on the temperature (Equation (5.5)).

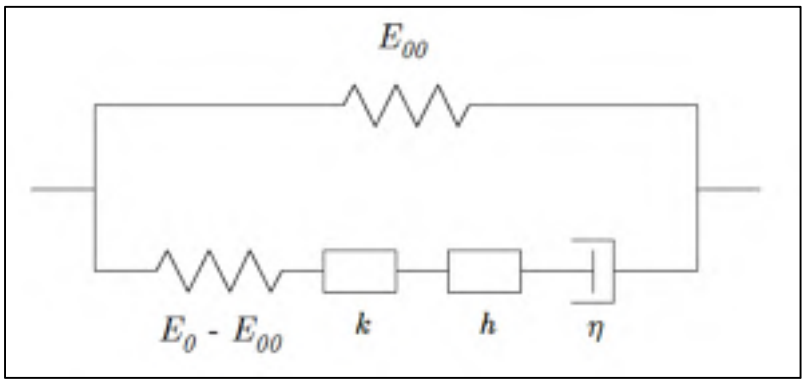


Figure 5.3 Analogical representation of the 2S2P1D model

$$E^*_{2S2P1D}(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau_E)^{-k} + (j\omega\tau_E)^{-h} + (j\omega\beta\tau_E)^{-1}} \tag{5.4}$$

$$\tau_E(T) = a_T(T) \times \tau_{0E} \tag{5.5}$$

Where $a_T(T)$ is the shift factor at temperature T, $\tau_E = \tau_{0E}$ at reference temperature T_0 and τ_E is determined at each isotherm by minimizing the error between $|E^*_{measured}|$ and $|E^*_{2S2P1D}|$. Seven constants (E_{00}, E_0, δ, k, h, β and τ_{0E}) are required to completely characterize the 1D LVE properties of the tested material at a given temperature. The evolution of τ_E was approximated by the Williams-Landel Ferry (WLF) function (Equation (5.6)). When the temperature effect

is considered, the number of constants becomes nine, including the two WLF constants (C_1 and C_2 calculated at the reference temperature).

$$\log\left(a_T\right) = -\frac{C_1\left(T - T_0\right)}{C_2 + T - T_0} \tag{5.6}$$

5.5.2 Results and analysis

5.5.2.1 Cole-Cole plots and Black diagrams

Experimental test results of the reference mixture and the 20 % glass asphalt mixtures are plotted on Figure 5.4 in Cole-Cole plots and Black diagrams for the four conditioning (i.e. 1) *DRY*, 2) *WET* after 14 days in 60°C water bath, 3) after 3 freeze-thaw cycles (*3 FT*), 4) after 10 freeze-thaw cycles (*10 FT*). The advantage of those plots is that results comparison is not affected by differences in terms of testing temperature (Perraton et al., 2016). For all figures, the 2S2P1D model in DRY conditions is also presented. The 2S2P1D model parameters and WLF constants are presented in Tableau 5.4.

Figure 5.4a & b shows the evolution of the curves following the different conditioning. The stiffness for low temperatures is higher after FT cycles (as also visible in Figure 5.5). This effect is probably due to the presence of ice in the sample voids when testing temperatures are below freezing point. On Figure 5.4c & d an increase of the phase angle up to a maximum value followed by a decrease is observed for both mixtures. The maximum value is observed when testing at high temperature (+35°C), where the binder is rather soft.

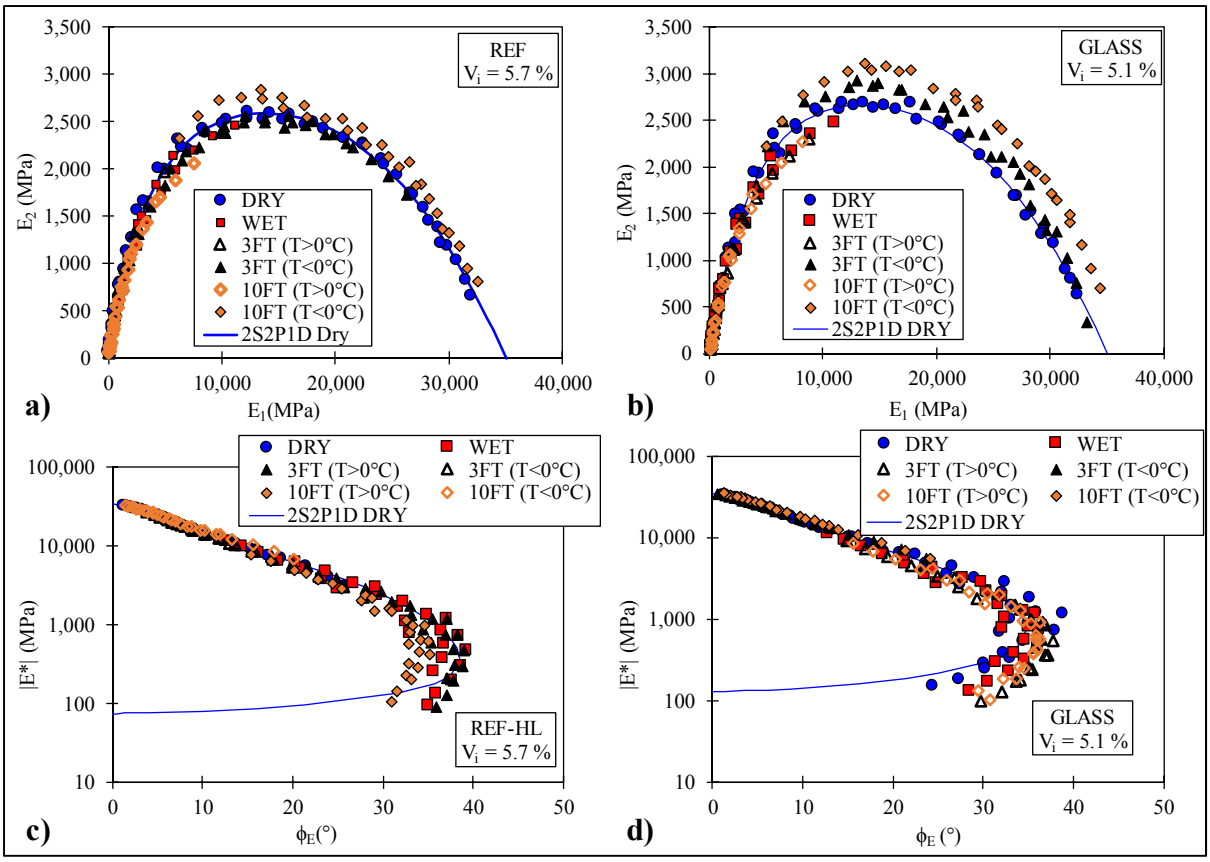


Figure 5.4 Complex modulus experimental results and 2S2P1D "DRY" model curves condition: **a)** Cole-Cole plot of Reference mixture; **b)** Cole-Cole plot of Glass asphalt mixture; **c)** Black diagram for Reference mixture; **d)** Black diagram for Glass asphalt mixture

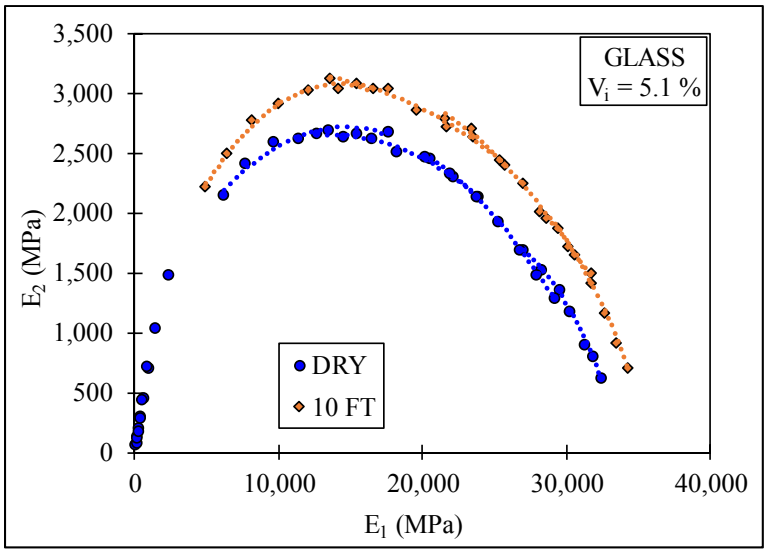


Figure 5.5 E* experimental results in DRY condition and after 10FT for the Glass asphalt mixture

Tableau 5.4 2S2P1D parameters and WLF constants for the reference and the glass asphalt mixture (T_{ref} = 10°C)

Mixture	Voids (%)	2S2P1D parameters						WLF constants		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	T_{ref} (C°)
REF	5.7	80	35,000	0.17	0.49	2.8	600	29.9	204.1	10
GLASS	5.1	130	35,000	0.17	0.50	2.7	600	29.5	204.1	10

5.5.2.2 Normalized Complex Young's Modulus

Experimental test results are normalized considering Equation (5.7) where E_{00} is the static modulus and E_0 is the glassy modulus. The real part of the normalized complex modulus varies from 0 to 1. Normalization of the complex Young's modulus was proposed by (Pham et al., 2015). Those authors showed that representation of the test results in normalized axes appears as independent of granular skeleton for dry mixtures and allows for better comparison.

$$E^*_{Norm} = \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \tag{5.7}$$

The normalized complex modulus data are plotted in Figure 5.6 for both mixtures and all conditioning. It is important to note that test results after FT cycles were normalized with two different E_0 values, one for temperatures over freezing point (T>0°) and another for temperatures below freezing point (T<0°). The E_0 and E_{00} values used for normalization are presented in Tableau 5.5. On Figure 5.6a, normalized data for the reference mixture are similar. However, a discontinuity is observed after FT cycles for the glass mixture when testing at temperature below freezing point (Figure 5.6b). In order to evaluate the effect of water soaking and FT cycles on E* experimental results, the evolution of E_0, E_{00}, τ_E and/or a_{TE} parameters can be considered (Lamothe et al., 2017).

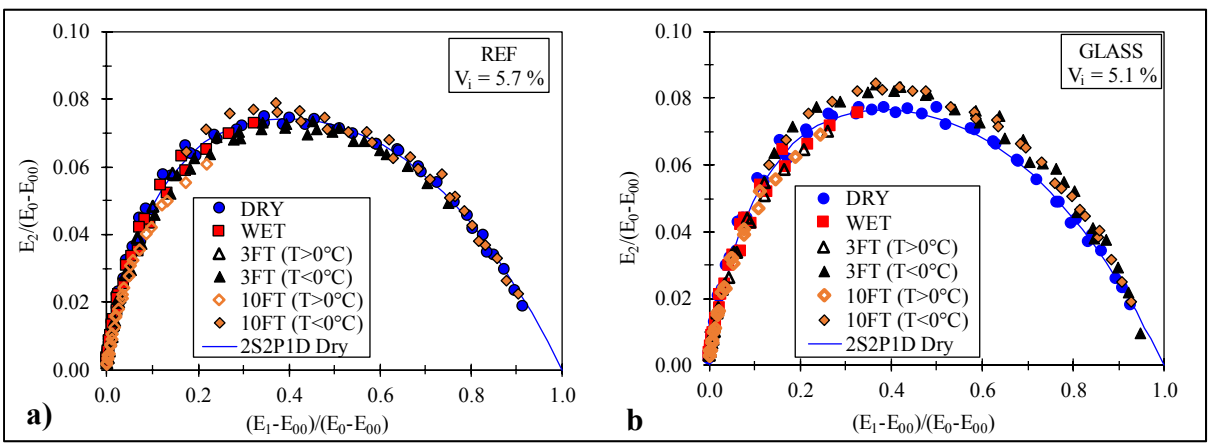


Figure 5.6 Cole-Cole plan of the normalized complex Young's modulus data after different conditioning (cf. Figure 5.1): a) Reference mixture; b) Glass asphalt mixture

Tableau 5.5 E_0 and E_{00} values used for normalization for both mixtures and all testing conditions

Mixture	Testing condition	E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)
REF	DRY	80	35,000
	WET	80	34,000
	3FT (T>0°C)	80	34,000
	3FT (T<0°C)	80	35,000
	10FT (T>0°C)	80	34,000
	10 FT (T<0°C)	80	36,000
GLASS	DRY	130	35,000
	WET	130	33,000
	3FT (T>0°C)	130	33,000
	3FT (T<0°C)	130	35,000
	10FT (T>0°C)	130	33,000
	10 FT (T<0°C)	130	37,000

5.5.2.3 Master Curves of Complex Modulus Norm

Master curves are used to show the evolution of the complex modulus (dynamic modulus) norm with equivalent frequency (f_{eq}), a variable that takes into consideration both the testing temperature as well as the testing frequency. Equivalent frequency is the product of the shift factor a_T, which is depending on the testing temperature (T) and the chosen reference temperature (T_{ref}) by the testing frequency (f) (Equation (5.8)). In this paper, master curves of the results are considered at a reference temperature of 10°C.

$$f_{eq} = f \times a_T(T_i; T_{ref}) \tag{5.8}$$

The master curves of the complex modulus norm are presented in Figure 5.7. In both cases, the top part of the complex modulus norm master curves tends toward a maximum value on

the Y axis (E^*) which correspond to the maximum asphalt mixture stiffness value (E_0, high frequencies). The bottom part of the master curves tends toward a minimum value, which is associated with the minimal asphalt mixture stiffness value (E_{00}, low frequencies). For both mixtures, small differences are observed after FT cycles, which means that the samples have been damaged (stiffness decrease) (Figure 5.7).

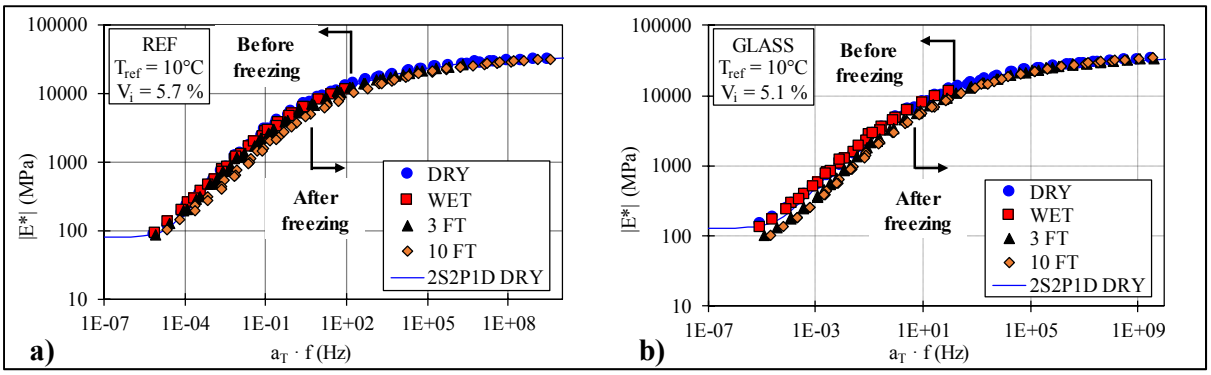


Figure 5.7 Master curves of the complex modulus norm at reference temperature of 10°C: **a)** Reference mixture; **b)** Glass asphalt mixture

5.5.2.4 Evolution of a_{TE} values

The evolution of a_{TE} versus temperature is presented in Figure 5.8. It can be seen that after FT cycles, the shift factors values increase for temperature lower than freezing point. Also, a discontinuity in data is observed at freezing point (0°C) for both mixtures after FT cycles (Figure 5.9a). This is associated with the presence of ice in the samples voids when testing at temperature lower than freezing point. In order to quantify this discontinuity, named $a_{TE\text{-}JUMP}$, two distinct a_{TE}-T° relationships are considered on each side of the freezing point which are represented as dotted lines on Figure 5.9a. For each distinct a_{TE}-T° relationship, an a_{TE} value at 0°C is calculated ($a_{T(0°C)\text{-}ICE}$ for temperature below 0°C and $a_{T(0°C)\text{-}WATER}$ for temperature over 0°C). Then, $a_{TE\text{-}JUMP}$ is calculated with Equation (5.9).

$$a_{TE-JUMP} = \frac{a_{T(0^\circ C)-ICE}}{a_{T(0^\circ C)-WATER}} \tag{5.9}$$

The relation between $a_{TE\text{-}JUMP}$ and the number of FT cycles for both mixtures is plotted in Figure 5.9b. An increase in the $a_{TE\text{-}JUMP}$ value is observed following the number of FT cycles. After 3 FT, the magnitude of the glass asphalt mixture jump is higher than the reference mixture. However after 10 FT, the opposite is observed whereas the reference mixture jump magnitude is higher than the glass asphalt mixture.

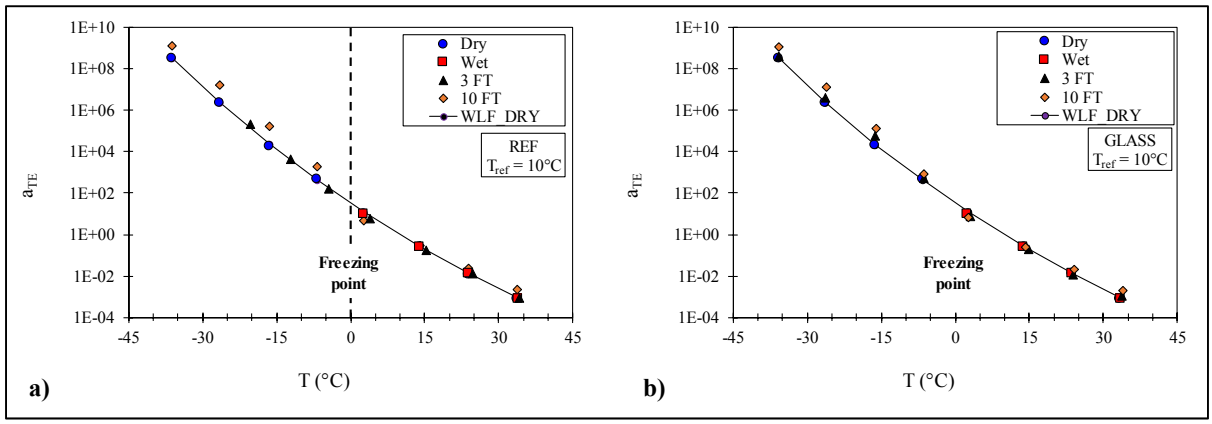


Figure 5.8 Shift factor a_{TE} at reference temperature of 10°C: **a)** Reference mixture; **b)** Glass asphalt mixture

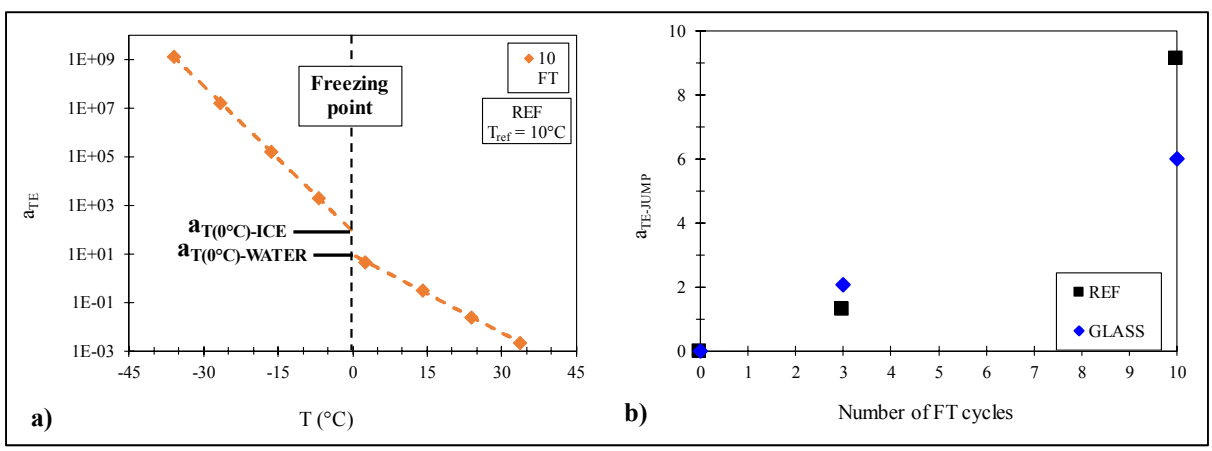


Figure 5.9 a) distinct aTE-T° relationships fitted on each side of the freezing point used to calculate $a_{TE\text{-}JUMP}$; b) $a_{TE\text{-}JUMP}$ versus the number of FT cycles for Reference and Glass asphalt mixture

5.5.3 Damage with a number of FT

5.5.3.1 Water and freeze-thaw effect on E*

When measuring complex modulus on different samples, there are small differences regarding testing conditions (i.e. frequency and temperature) even if the same apparatus is used. In order to compare the data on the same basis, experimental data from each conditioning are compared with a reference state given by the 2S2P1D model calibrated for each mixture in DRY condition (simulated values). The simulated complex modulus values in DRY condition are calculated considering the exact temperature and frequency values for each conditioning. This procedure has been used recently and has shown to be very efficient to evaluate and compare complex modulus experimental test results (Perraton et al., 2016).

Figure 5.10 shows the relative differences between simulated and experimental values for complex modulus norms and phase angle. The ability of the 2S2P1D model to simulate the material behaviour on the whole range of temperature and frequency is observed for both mixture in DRY condition. The rather low difference values in DRY condition obtained indicated that the model simulates the material behaviour correctly, especially in the high frequencies/low temperatures range. It is important to note that a change in material property is not given by the obtained values but by the difference between data for dry samples and conditioned samples (thickness of the cloud).

Figure 5.10a shows the distribution of the relative difference values of the reference mixture complex modulus norm. Relative difference values from DRY, WATER and 3 FT are pretty low and similar, which means that the sample has not been significantly damaged. However, after 10 FT, higher difference values are observed in the low frequencies range which means that the sample is damaged. Figure 5.10b shows the distribution of the relative difference values of the glass asphalt mixture complex modulus norm. In this case, difference values from DRY and WATER are pretty low and similar, but higher difference values are observed after FT and so, for low frequencies range. However, no significant differences are observed between 3 FT and 10 FT . This observation means that most damage seems to occur after 3

FT. For both mixtures, no significant difference values are observed for the phase angle (Figure 5.10c & d.

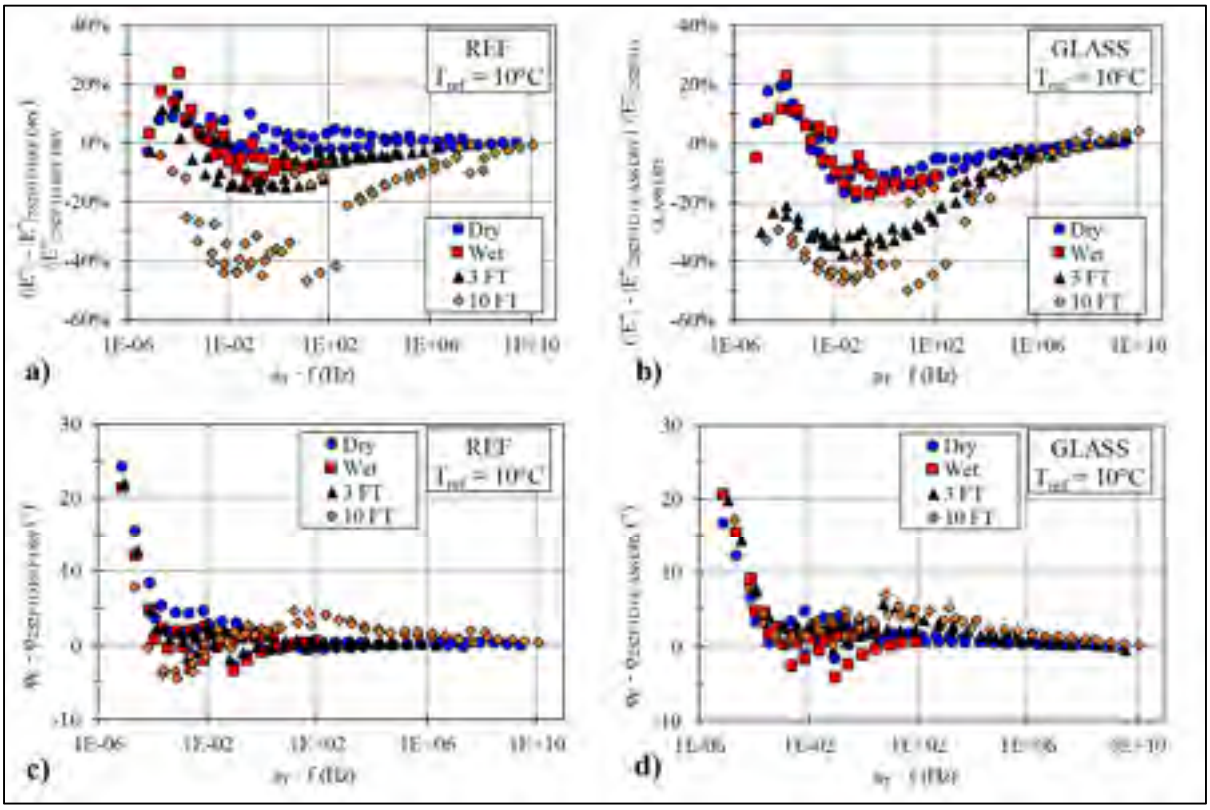


Figure 5.10 Difference between experimental test results and 2S2P1D simulated values calibrated with samples tested in DRY condition: **a)** Norms of the complex modulus of reference mixture; **b)** Norms of the complex modulus of glass asphalt mixture; **c)** Phase angle of the complex modulus for reference mixture; **d)** Phase angle of the complex modulus for glass asphalt mixture

5.5.3.2 Comparison of Reference and Glass Asphalt Mixture Using 2S2P1D Simulated Values

In order to compare the two mixtures together, experimental data after 10 FT are compared with a common reference given by the 2S2P1D model of the reference mixture calibrated in DRY condition. Figure 5.11a shows the distribution of the relative difference values of the complex modulus norm after 10 FT. It is interesting to see that even if the glass asphalt mixture

is damaged faster than the reference mixture (3 FT vs 10 FT), both mixtures have similar difference values (i.e. equivalent damage) after 10 FT.

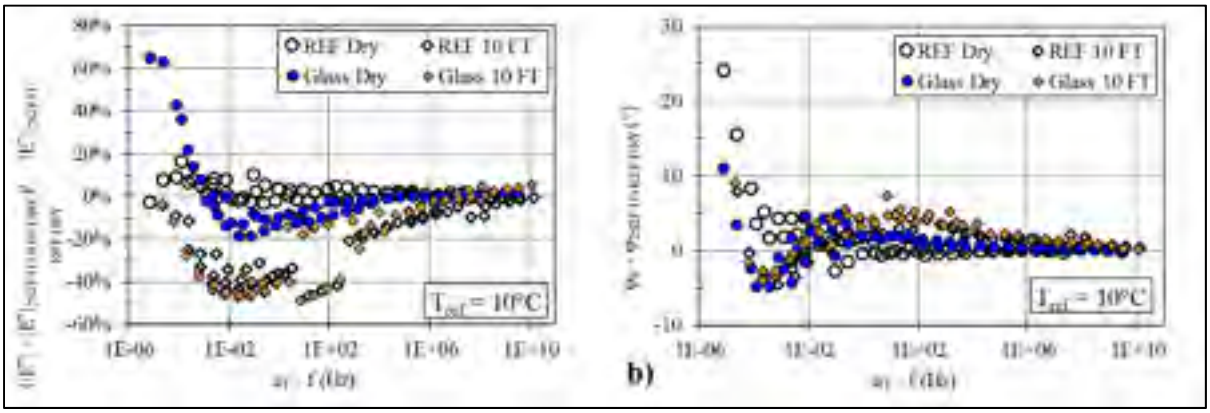


Figure 5.11 Difference between experimental test results after 10 FT for reference and glass asphalt mixture with 2S2P1D simulated values calibrated with reference mixture tested in DRY condition: **a)** Complex modulus norm; **b)** Phase angle of the complex modulus norm

5.6 Conclusion

In this paper, complex modulus test results of two mixtures (reference and glass) for different conditioning (dry, wet, 3 and 10 freeze-thaw cycles) were analyzed. For each mixture, the same sample was used for all conditioning. Both mixture was ESG10, a surface course mixture commonly used in Quebec region, with PG70-28 polymer modified binder. Complex modulus was measured under sinusoidal axial tension-compression loading for various frequencies and temperatures. Based on the results, the following observations were made:

- an increase of the mixture stiffness is observed for samples saturated with water at a temperature lower than freezing point;
- two types of experimental shift factors evolution is observed for samples saturated with water depending on whether the temperatures are below or over freezing point;
- the jump at 0°C of shift factors for temperatures below and above freezing-point increase with the number of freeze-thaw cycles;

- 2S2P1D model is appropriate to simulate the evolution of the linear viscoelastic behaviour for dry samples and can be extended easily for different conditioning;
- clear damage is observed after 3 freeze-thaw cycles for the glass asphalt mixture and after 10 freeze-thaw cycles for the reference mixture;
- both mixtures have equivalent damage after 10 freeze-thaw cycles, which is an interesting result regarding mixtures having recycled glass aggregates.

CHAPITRE 6

EFFECT OF HYDRATED LIME ON LINEAR VISCOELASTIC PROPERTIES OF ASPHALT MIXTURES WITH GLASS AGGREGATES SUBJECTED TO FREEZE-THAW CYCLES

Éric Lachance-Tremblay[a], Daniel Perraton[b], Michel Vaillancourt[c] and Hervé Di Benedetto[d]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3
[d] Université de Lyon - École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE), LGCB/LTDS (CNRS 5513), Rue Maurice-Audin, 69518 Vaulx-en-Velin, France

Article accepté pour publication dans la revue *Construction and Building Materials* en Juin 2018

6.1 Abstract

This paper focuses on the effect of hydrated lime on the linear viscoelastic (LVE) properties of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to conditioning: 1) 14 days in hot water and 2) repeated freeze-thaw cycles. Complex modulus test was used to evaluate LVE properties. Three glass aggregates (0 %, 20 %, 60 %) and two hydrated lime (0 %, 2 %) content were studied. Results show LVE properties of samples with glass aggregates (0 % hydrated lime) are greatly affected by conditioning. Adding hydrated lime to samples with glass aggregates significantly reduce the variation of LVE properties due to conditioning.

6.2 Introduction

In North America, glass recycling faces an important challenge (ÉEQ, 2017). Glass is a material that can be easily melted and reused to manufacture new glass products. To do so, the recycled glass must be exempt from any source of contamination such as paper, plastic or any other materials that can be collected during the recycling process (Lachance-Tremblay et al., 2016a). Moreover, to reuse recycled glass to manufacture new glass products, collected glass

must be separated and classified according to the type and color. However, most of the recycling sorting facilities in North America doesn't have the equipment required to produce a recycled glass quality that meets the needs of the recycling companies (ÉEQ, 2017). As an example, in 2015 in Quebec province, 86,000 tons of glass was sent to the landfills, which is an increase of 120% compared with 2012 (Recyc-Québec, 2017). Some research projects are trying to find alternatives to disposal in landfills for recycled glass.

The use of recycled glass in pavement structures, especially in asphalt mixtures, is the subject of some recent research publications (Mohajerani et al., 2017; Raschia et al., 2018; Simone et al., 2017). However, asphalt mixtures with glass aggregates might have a higher moisture susceptibility compared with conventional asphalt mixture. Silica (SiO_2) is the main chemical component of glass. Aggregates with high content of SiO_2 are classified as siliceous aggregates and are typically considered hydrophilic (high attracting power with water) (Nazirizad, Kavussi, & Abdi, 2015). It is well known in the literature that siliceous aggregates have poor adhesion properties with bituminous binder (in comparison with limestone aggregates) which result in poorer adhesion thus increasing the stripping potential (Ameri, Kouchaki, & Roshani, 2013; Cuadri, Partal, Ahmad, Grenfell, & Airey, 2015; D. Lesueur, J. Petit, & H-J. Ritter, 2013; Nazirizad et al., 2015; T. Nguyen, Byrd, Bentz, & Martin, 2005; Petersen & Plancher, 1998). General explanation suggests that the acids of siliceous aggregates counteract with the acids of the asphalt binder (repulsive forces) which make it very difficult to obtain a good aggregate-binder bond (Jo, Tarrer, Jeon, Park, & Yoon, 1997).

To improve the adhesion between siliceous aggregates and therefore, improve the durability of asphalt mixtures, hydrated lime is often added as an anti-stripping agent (Abuawad, Al-Qadi, & Trepanier, 2015; Lesueur et al., 2016; N. Little & A. Epps, 2006). Hydrated lime changes the aggregates surface by allowing precipitation of calcium ions on the aggregates surface. Those calcium ions bond with the acids from the bituminous binder therefore creating water-insoluble salts (Didier Lesueur et al., 2013). Therefore, there is an improvement of the adhesion between the binder and the aggregate surfaces and the tendency of the binder to be stripped from the surfaces of the aggregates is reduced (Hesami, Roshani, Hamedi, &

Azarhoosh, 2013). Moreover, some authors consider that hydrated lime improves the durability to freeze-thaw cycles (Akbari & Modarres, 2017) and slows down the aging of the bituminous binder (Lesueur et al., 2016; N. Little & A. Epps, 2006). A recent research has shown that in the case of asphalt mixture with glass aggregate, hydrated lime significantly improve the mixture resistance to stripping (Lachance-Tremblay, Perraton, Vaillancourt, & Di Benedetto, 2018).

This paper presents an evaluation of the effect of hydrated lime on asphalt mixtures with glass aggregates subjected to hot water conditioning and freeze-thaw cycles. To do so, the linear viscoelastic (LVE) properties were evaluated using complex modulus (E*) test at different state of conditioning. First, a description of the experimental program and the 2S2P1D LVE model is presented. Then, the experimental results are presented and the evolution of parameters linked with LVE properties (2S2P1D modelling parameters, experimental shift factors) is discussed.

6.3 Experimental program

6.3.1 Tested materials

One type of asphalt mixture with a nominal aggregate size of 0/10 mm (ESG-10, ESG: *Enrobé semi-grenu*) with a polymer modified binder PG70-28 (Tableau 6.1) was used. Figure 6.1 shows the gradation curve for the ESG-10 reference mixture. Three different glass contents (0 % identified as reference, 20 % and 60 % by volume of the aggregates) and two hydrated lime content (0 % and 2 % by mass of the aggregates) were studied (Tableau 6.2). The glass aggregates proportions (sizes from 0 to 5 mm, presented in Tableau 6.2) were chosen to keep as constant the gradation curve shown in Figure 6.1. Hydrated lime was used as an anti-stripping agent in replacement of a conventional limestone filler.

Tableau 6.1 PG 70-28 Binder Characteristics

Specific gravity	1.022
Viscosity at 135°C (Pa·s)	1.097
Viscosity at 165°C (Pa·s)	0.312
T_L (°C)	-32.8
T_H (°C)	73.8
Ring & Ball temperature (°C)	58.2
Penetration at 25°C (10^{-1}mm)	131
Elastic Recovery (%) at 10°C[(1)]	75
[(1)]ASTM D6084-13	

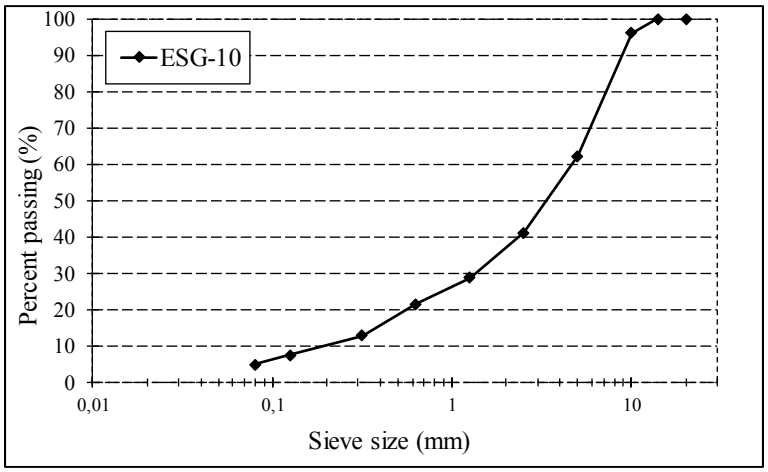


Figure 6.1 ESG-10 reference mixture gradation curve

Tableau 6.2 Voids content of the specimen and proportions of the different aggregates used

Asphalt mixture		**REF**	**REF-HL**	**20G**	**20-HL**	**60G**	**60G-HL**
Glass content (% by volume of the aggregates)		0	0	20	20	60	60
Hydrated lime content (% by mass of the aggregates)		0	2	0	2	0	2
Specimen voids content (%)		5.4	5.7	5.7	5.1	5.0	4.7
Proportion of the different aggregates used (% by mass)	Limestone 5-10 mm	39	39.0	40.6	39.7	42.8	42.8
	Limestone 0-5 mm	35.6	35.5	32.2	31.5	0	0
	Limestone 0-5 mm washed	14.8	14.7	8.7	8.4	0	0
	Sand 0-1.25 mm	8.9	8.8	0	0	0	0
	Limestone filler	1.7	0	0	0	0	0
	Hydrated lime	0	2.0	0	2.0	0	2.0
	Glass 1.25-5 mm	0	0	0	0	30.5	30.4
	Glass 1.25-2.5 mm	0	0	5.5	5.5	0	0
	Glass 0.630-1.25 mm	0	0	0	0	6.6	6.6
	Glass 0.160-0.630 mm	0	0	6.5	6.5	7.8	10.2
	Glass 0-0.630 mm	0	0	6.5	6.5	12.3	8.0

6.3.2 Samples preparation and conditioning

All samples used in this study were prepared in the laboratory. The limestone aggregates, glass aggregates and hydrated lime were heated to 180°C, and the binder to 168°C, with a tolerance of ± 2°C prior to mixing. The heated aggregates were first mixed with the limestone filler or

hydrated lime for homogenization and then with the binder for 60 to 90 seconds. After mixing, loose HMA samples were cured in a covered pan at 160°C in a ventilated oven for a minimum of 30 minutes, but no more than 2 hours. After curing, HMA samples were compacted using a shear gyratory compactor (SGC) mould with 150 mm diameter. The mass of HMA placed in the SGC mould was chosen to get a 170 mm sample height at a target void content of 5.5 ± 1 percent. The complex modulus testing samples were cored/sawed from SGC compacted samples at 75 mm diameter and 150 mm length.

The complex modulus (E*) tests performed are presented in Tableau 6.3. The testing temperatures and frequencies used for the E* tests are presented in Tableau 6.4. The first E* test was done in dry condition (DRY), which gave the initial Linear Viscoelastic (LVE) properties of the sample (referenced as « dry state »). The sample was then saturated with water to a level of saturation between 70 % and 80 %. To introduce water in the sample voids network, a saturation process under vacuum was used. Once the level of saturation was reached, the sample was placed on a sand bed in a water bath at 60°C for 14 days of conditioning. The sand bed was used to prevent creep of the sample. Once the 14-day soaking period was over, the sample was put in a 25°C water bath for 4 hours allowing thermal conditioning. Once thermal conditioning completed, the sample was placed in a latex membrane to limit any water loss. The second E* test was done at temperatures above freezing (+5 to +35°C) in the wet condition (WET). The sample was not tested for temperatures below freezing point to prevent damage from freezing. Once the E* test in WET condition completed, the saturation level of the sample was calculated to ensure it was still within the specified range. Then, the sample was submitted to three freeze-thaw (FT) cycles. Each FT cycle consisted of 24 hours in a freezer at -18°C and 24 hours at 25°C. The sample was kept in the latex membrane during all FT to limit any water loss. The third E* was done after the 3 FT cycles for all temperatures (-35°C to +35°C, referenced as 3 FT test). After the third E* test, another verification of the saturation level of the sample was done. Then, the references and 20 % glass samples were submitted to seven additional FT cycles before the fourth E* test (referenced as 10 FT test). Figure 6.2 shows the detailed sequence of testing and conditioning performed on each sample.

Tableau 6.3 Summary of the complex modulus (E*) test sequence performed on each sample

E* test number	Mixture State	REF[1]-HL[2]	REF	20G[3]-HL	20G	60G[4]-HL	60G
1st	DRY	X	X	X	X	X	X
2nd	WET	X	X	X	X	X	Broken
3rd	3 Freeze-thaw cycles (3 FT)	X	X	X	X	X	N/A
4th	10 Freeze-thaw cycles (10 FT)	X	X	X	X	Not tested	N/A

[1] REF: Reference mixture, [2] HL: Hydrated lime, [3] 20G: 20 % Glass, [4] 60G: 60 % Glass

Tableau 6.4 Testing temperatures and frequencies used for the complex modulus tests

E* test number	Mixture State	Testing temperatures (°C)[a]	Testing frequencies (Hz)
1st	DRY	-35 to +35	10; 3; 1; 0.3; 0.1; 0.03; 0.01
2nd	WET	+5 to +35	
3rd	3 Freeze-thaw cycles (3 FT)	-35 to +35	
4th	10 Freeze-thaw cycles (10 FT)	-35 to +35	

[a] By 10°C increments

Test	Name	Testing temperatures (°C)	Conditioning
1st E*	DRY	-35 to +35	None
2nd E*	WET	+5 to +35	+ 14 days in 60°C water bath
3rd E*	3FT	-35 to +35	+ 3 freeze-thaw cycles
4th E*	10FT	-35 to +35	+ 7 freeze-thaw cycles

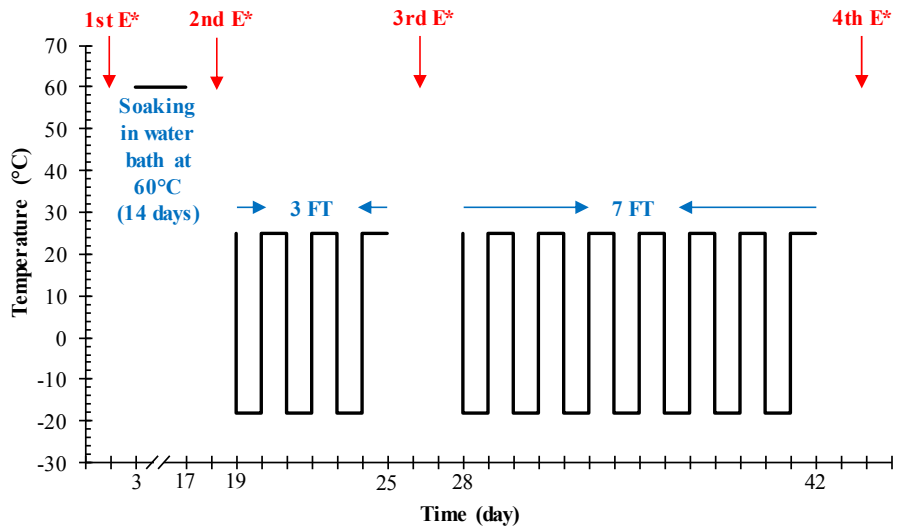


Figure 6.2 Details of the testing and conditioning procedure
Tirée de (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017)

6.3.3 Complex modulus test

LVE properties of asphalt mixture can be measured in multiple ways; complex modulus being one of them. Complex modulus tests are done in sinusoidal tension-compression loading within the small strain domain. With axial stress (σ_{01}) and axial strain (ε_{01}) shown in Equations (6.1) and (6.2), the complex Young's modulus, is expressed as Equation (6.3). The complex modulus is defined by the norm of the modulus ($|E^*|$), which is the stiffness of the material and the phase angle (ϕ_E), which is related to the delay between strain and stress when testing under sinusoidal cyclic loading.

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \tag{6.1}$$

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \phi_E) \tag{6.2}$$

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{j\phi_E} = \left|E^*\right| e^{j\phi_E} \tag{6.3}$$

Complex modulus tests were done in a strain control mode using a servo-hydraulic press (100 kN load cell). For thermal conditioning under testing, an environmental chamber was used and the temperature monitored by three temperature probes positioned on the surface of the sample. The testing procedure for complex modulus test is presented in Figure 6.3. The target applied strain was fixed to 50 µm/m to ensure that the measurements were done in the LVE domain (Perraton et al., 2016). In the small strain domain, the binder's behaviour is generally linear and the Time Temperature Superposition Principle (TTSP) can be considered (Q. T. Nguyen et al., 2013). Three extensometers of 50 mm length placed at 120° intervals around the sample were used to measure the axial strain. Between each frequency change, a rest period (axial stress $\sigma = 0$) was applied. A conditioning period of 5 hours was allowed for thermal conditioning when the testing temperature was changed. During the thermal conditioning, the axial stress was maintained at 0 MPa.

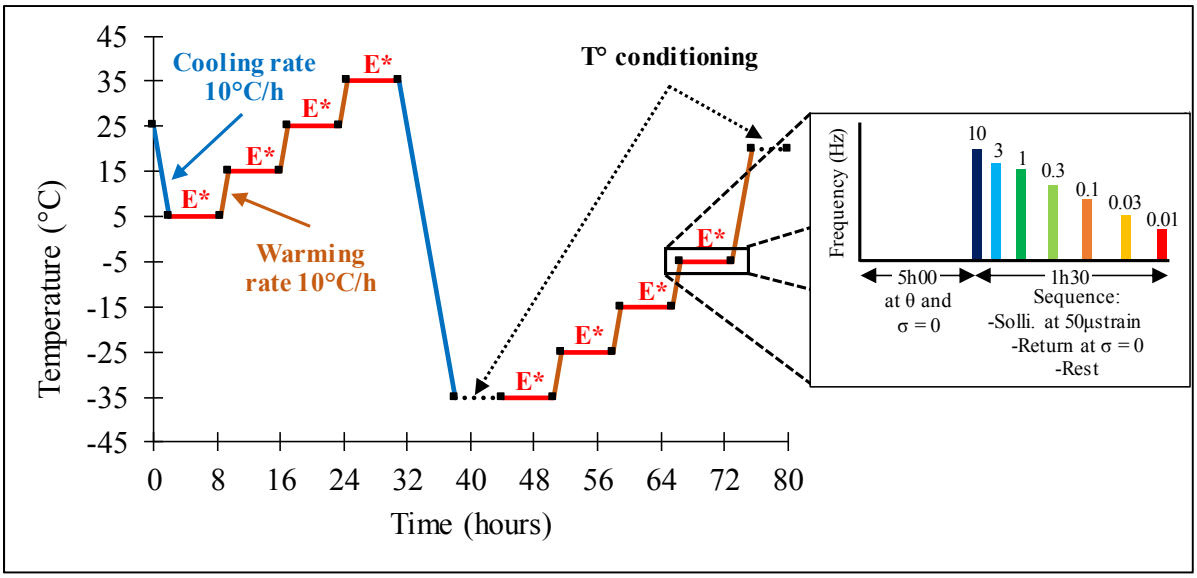


Figure 6.3 Complex modulus (E*) test procedure : temperature (θ) variation and stabilization, relaxation at σ = 0 and solicitation sequence which includes solicitation at 50 µm/m, return to σ = 0 and rest

6.4 2S2P1D Linear viscoelastic model

Complex modulus test results were modelled using the 2S2P1D model (Olard & Di Benedetto, 2003). This model is based on a simple combination of physical elements: 2 springs, 2 parabolic elements and 1 dashpot, which explain its name 2S2P1D. The 1 dim analogical representation of 2S2P1D model is given in Figure 6.4. It was used to model successfully the linear viscoelastic 1D or 3D behaviour of asphalt mixtures, mastic and binder (Babadopulos, Sauzéat, & Di Benedetto, 2017; Badeli, Carter, & Doré, 2018; Mangiafico et al., 2014; Mounier, Di Benedetto, & Sauzéat, 2012; Ramirez Cardona, Di Benedetto, Sauzeat, Calon, & Saussine, 2016; Specht et al., 2017). The 2S2P1D analytical expression of the complex Young's modulus is given by Equation (6.4).

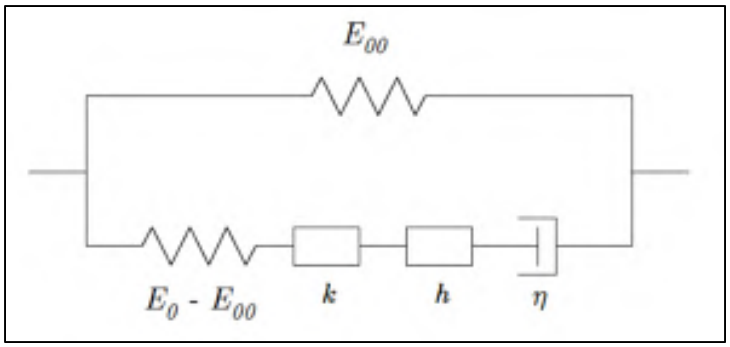


Figure 6.4 Analogical representation of the
2S2P1D model
Tirée de Olard et Di Benedetto (2003)

$$E^*_{2S2P1D}(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau_E)^{-k} + (j\omega\tau_E)^{-h} + (j\omega\beta\tau_E)^{-1}} \tag{6.4}$$

- where: j is the complex number defined by j2 = -1;
- ω is the pulsation, ω = 2πf, (f is the frequency);
- k, h are constant exponents, such that 0 < k < h < 1;
- δ is a constant;
- E_{00} is the static modulus when ω → 0;
- E_0 is the glassy modulus when ω → ∞;
- β is a parameter linked with η, the Newtonian viscosity of the dashpot, η = (Eθ – E_{00}) β τ_E
- τ_E are characteristic time values, which is the only parameters dependent on the temperature as per Equation (6.5).

$$\tau_E(T) = a_T(T) \times \tau_{0E} \tag{6.5}$$

Where: a_T (T) is the shift factor at temperature T; and $\tau_E = \tau_{0E}$ at reference temperature $T_{ref.}\tau_E$ is determined at each isotherm by minimizing the error between $|E^*_{measured}|$ and $|E^*_{2S2P1D}|$. Seven constants (E_{00}, E_0, δ, k, h, β and τ_{0E}) are required to completely characterize the 1D LVE

properties at a given temperature. The partial time-temperature superposition principle was validated and the evolution of τ_E was obtained using the Williams-Landel Ferry (WLF) function given in Equation (6.6). When the temperature effect is considered, the number of constants becomes nine (in 1D case), including the two WLF constants (C_1 and C_2 calculated at the chosen reference temperature).

$$\log\left(a_T\right) = -\frac{C_1\left(T - T_0\right)}{C_2 + T - T_0} \tag{6.6}$$

6.5 Test results and analysis

6.5.1 Cole-Cole and Black diagrams

Figure 6.5 shows the Cole-Cole plots for all samples and testing conditions as well as the 2S2P1D modelling curves in DRY condition (Figure 6.5a). 2S2P1D modelling parameters as well as voids content of the samples are presented in Tableau 6.5. Four samples (REF-HL, REF, 20G-HL and 20G) have similar 2S2P1D modelling parameters except for the E_0 value of 20G which is lower. The impact of a lower E_0 parameter is visible of Figure 6.5a where the 2S2P1D modelling curve of 20G mixture shrink compared with the modelling curves of REF-HL, REF and 20G-HL. Regarding samples with 60 % glass (60G-HL and 60G), the 2S2P1D modelling parameters are different than the other four samples.

Regarding WET condition, samples were tested for a limited range of temperature (+5°C to +35°C). Because of that, the experimental data in the Cole-Cole plot do not follow a complete parabolic curve as shown in Figure 6.5b. For that reason, the modelling of the experimental data in the Cole-Cole plot cannot be done with good precision. Moreover, it is important to note that 60G was not tested in WET condition because the sample broke during testing. A visual observation of the broken sample showed that important stripping occurred on the glass aggregates.

After freeze-thaw cycles (FT) a discontinuity is observed between the experimental data for low temperatures (T°<0°C) and high temperatures (T°>0°C) as indicated in Figure 6.5c. This discontinuity is more significant after 10 FT (Figure 6.5d). Because of that, the modelling of the experimental data with 2S2P1D model cannot be done. This discontinuity of the experimental data is due to the presence of ice in the samples voids when testing at temperature below freezing point (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017). This has also been observed in other researches (Badeli et al., 2018; Lamothe et al., 2017).

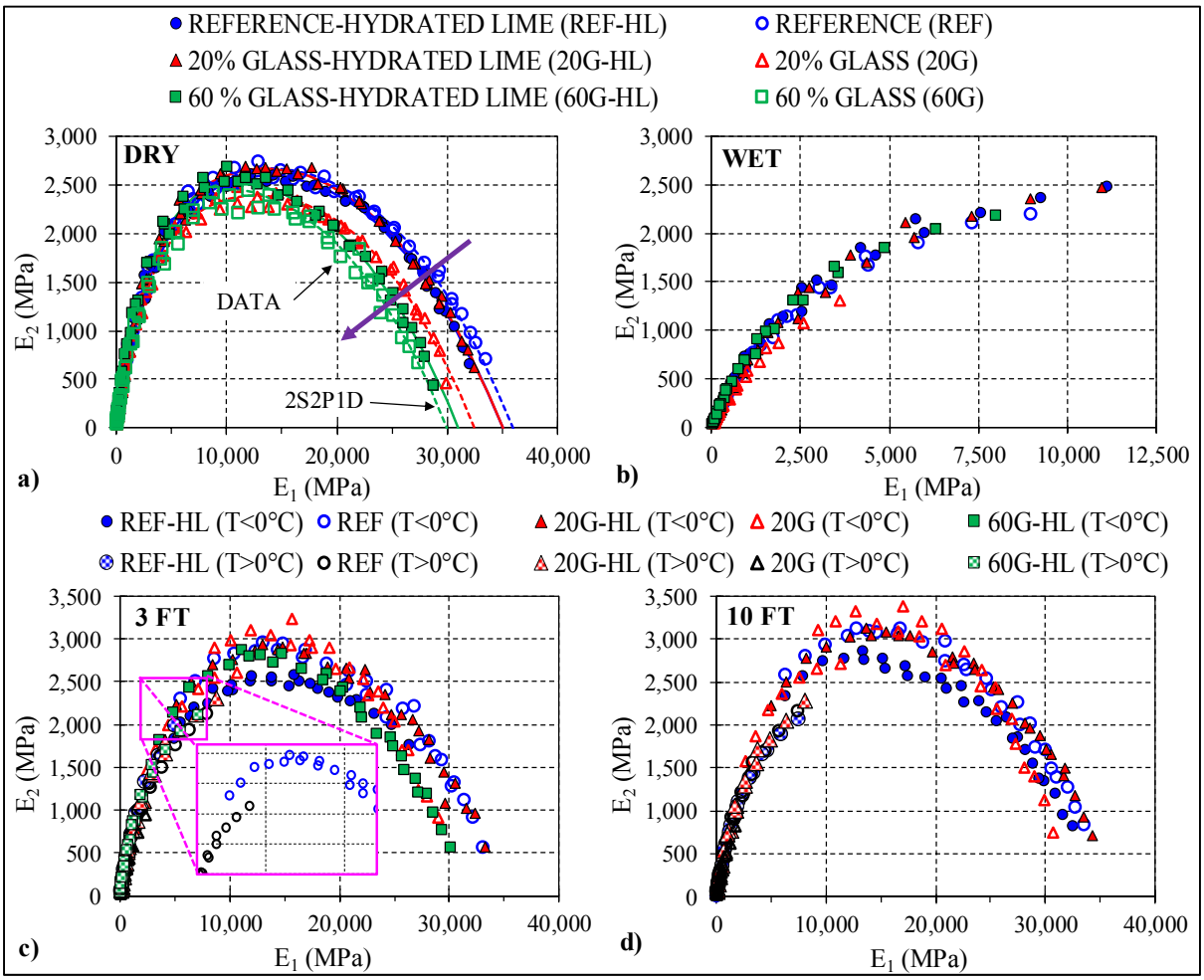


Figure 6.5 Complex modulus (E*) experimental results in Cole-Cole plots (c.f. Tableau 6.3): a) DRY condition with 2S2P1D model simulations (according to Tableau 6.5); dotted lines for samples without hydrated lime, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT cycles

Tableau 6.5 Voids content, 2S2P1D parameters and WLF constants for tested samples (T_{ref} = 15°C)

Mixture	Voids content (%)	2S2P1D parameters						WLF constants		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
REF-HL	5.7	75	35,000	0.17	0.50	2.8	500	27.7	204.7	0.0059
REF	5.4	100	36,000							0.0068
20G-HL	5.1	130	35,000							0.0058
20G	5.7	60	32,500							0.0052
60G -HL	4.7	60	31,000			2.3	300			0.0016
60G	5.0	80	30,000			2.5				0.0024

Black diagrams for all samples and testing conditions are presented in Figure 6.6. It shows the relation between complex modulus norm (|E*|) and phase angle (ϕ_E) values. The 2S2P1D model curves of DRY testing are represented as well (Figure 6.6a). First observation is that the data for samples in DRY condition do not seem to be located on a unique curve (zoom in Figure 6.6a). This is often seen when testing asphalt mixtures with polymer modified binder (Hervé Di Benedetto et al., 2004; Olard & Di Benedetto, 2003; Olard, Di Benedetto, Eckmann, & Triquigneaux, 2003). The consequence of that observation is that only a partial time-temperature superposition principle (PTTSP) can be applied (Hervé Di Benedetto et al., 2004). The PTTSP allows plotting the master curves of the complex modulus norm with shift factors values that do not allow to obtain a unique master curve for phase angle. Regarding Black diagrams for WET testing condition (Figure 6.6b), no significant differences between the experimental data of each sample are visible. However, after 3 FT and 10 FT, experimental data for 20G sample differs from the other samples, especially for low temperatures (T°<0°, Figure 6.6c & d).

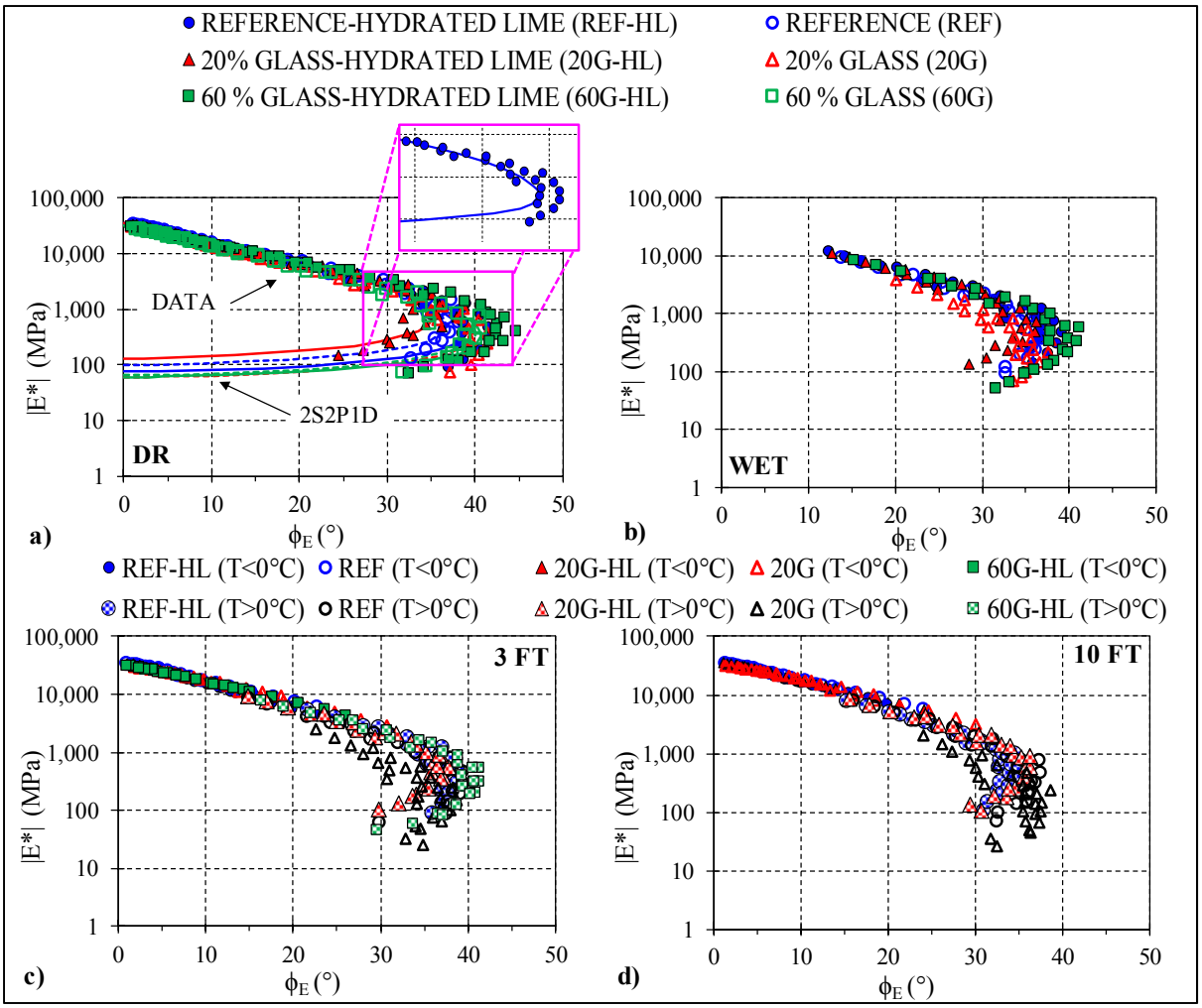


Figure 6.6 Complex modulus (E*) experimental results in Black diagrams (c.f. Tableau 6.3): a) DRY condition with 2S2P1D model simulations (according to Tableau 6.5); dotted lines for samples without hydrated lime, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT cycles

6.5.2 Master curves of the complex modulus norm

Master curves of the complex modulus norm and 2S2P1D model are plotted for all samples in DRY condition on Figure 6.7 (T_{ref} = 15°C). Differences are observed between all the tested samples, especially for low equivalent frequencies. (Pham et al., 2015) proposed a representation of the experimental data without the influence of the asymptotic values E_0 and E_{00} which are dependent on the aggregate skeleton characteristics, especially the voids content.

This allows for comparison of the linear viscoelastic (LVE) properties of the different samples. The normalized complex modulus can be calculated with Equation (6.7).

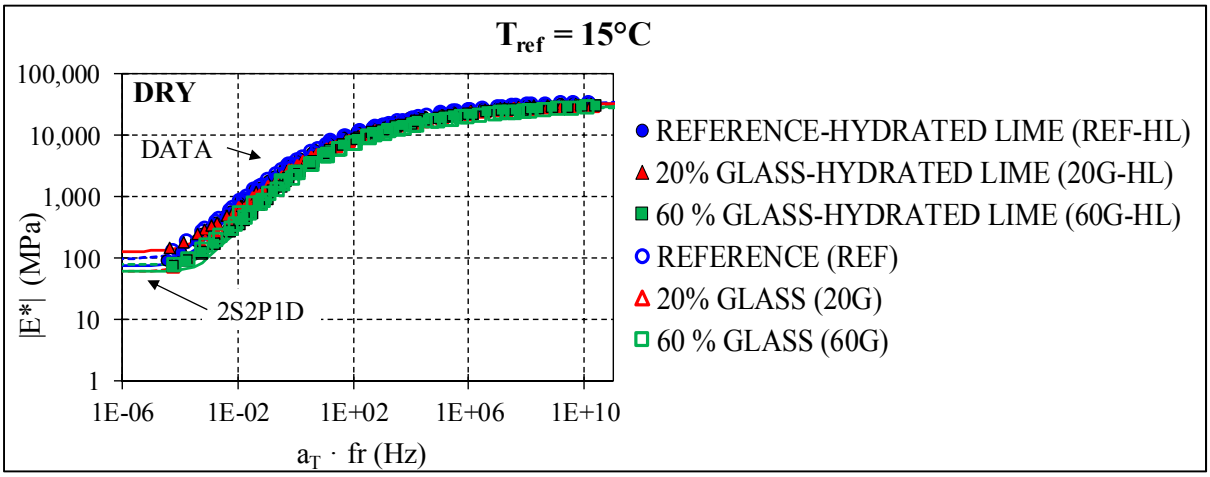


Figure 6.7 Master curves of the complex modulus norm at a reference temperature of 15°C in DRY condition with 2S2P1D model simulations

$$E^*_{Norm} = \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \tag{6.7}$$

By choosing different reference temperature (T_{ref}) for each mixture, it is possible to superimpose all master curves as shown for DRY condition in Figure 6.8. Moreover, in Figure 6.8, the master curves of the 2S2P1D model calculated with a τ_0 value of 0.005 and k, h, δ and β values of the different samples (Tableau 6.5) are presented. A very good superposition of the master curves in DRY condition is obtained. For 60G and 60G-HL, the T_{ref} are lower than the other samples.

In WET condition, a very good superposition of the master curves is also obtained. To appreciate the effect of hydrated lime in WET condition, we shall compare the T_{ref} of the references samples (REF compared with REF-HL) and samples with 20 % glass content (20G compared with 20G-HL). For the reference mixtures, the difference between their respective T_{ref} is 1.1°C (REF 14.5°C vs REF-HL 15.6°C) and for the samples with 20 % glass content,

the difference is 6.5°C (20G 8.9°C vs 20G-HL 15.4°C). Therefore, WET conditioning has a significant impact for samples with 20 % glass content. A much higher T_{ref} is obtained with for 20G-HL compared with 20G.

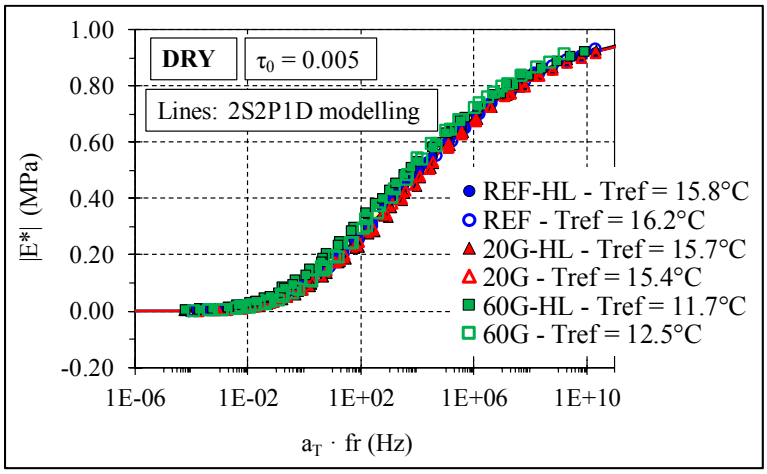


Figure 6.8 Normalized master curve of the complex modulus norm with $\tau_0 = 0.005$ in DRY condition

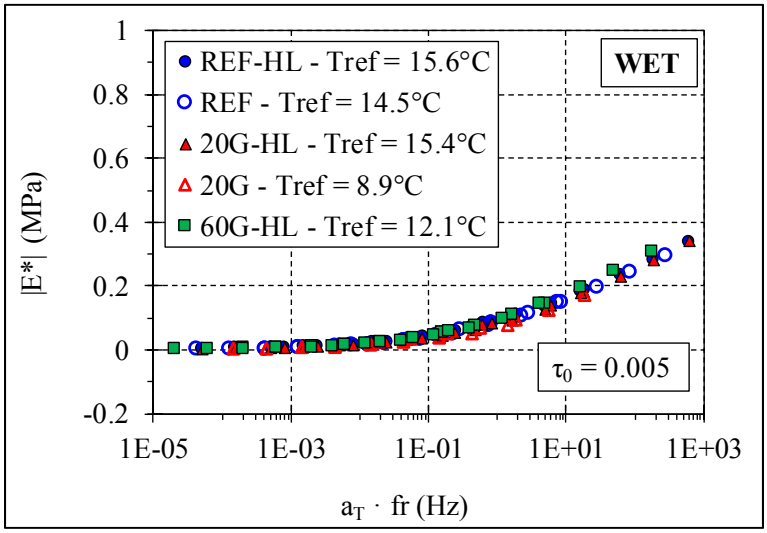


Figure 6.9 Normalized master curve of the complex modulus norm with $\tau_0 = 0.005$ in WET condition

Figure 6.10 shows the normalized master curves of the complex modulus norm after 3 FT. In this case, 20G and 60G-HL master curves do not superimpose very well with REF, REF-HL and 20G-HL. Moreover, 20G and 60G-HL T_{ref} are significantly lower than the other samples (Figure 6.10). After 10 FT cycles, the effect of hydrated lime is very significant for the samples with 20 % glass (Figure 6.11). The T_{ref} of 20G is lower than 20G-HL (4.4°C vs 11.8°C respectively). For REF and REF-HL, the difference between their T_{ref} is smaller (11.2°C vs 11.8°C respectively). Overall, this shows that hydrated lime is very beneficial regarding hot water conditioning (WET condition) and freeze-thaw cycles (FT condition) for samples with glass aggregates. For conventional samples (i.e. named as reference), the impact of hydrated lime is less significant.

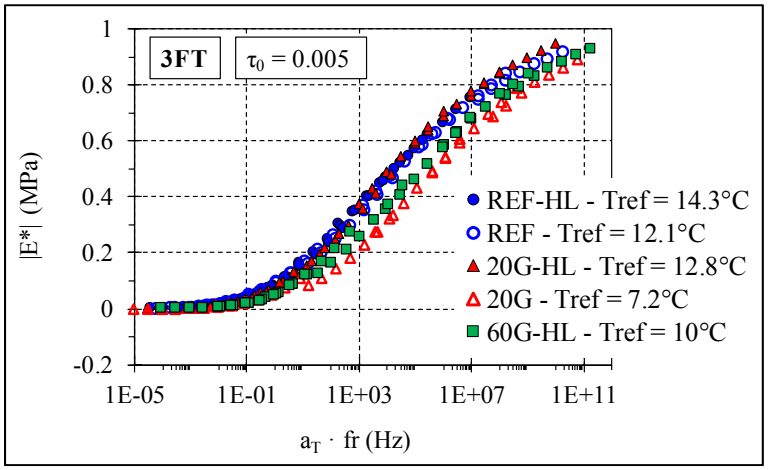


Figure 6.10 Normalized master curve of the complex modulus norm with $\tau_0 = 0.005$ after 3 freeze-thaw cycles

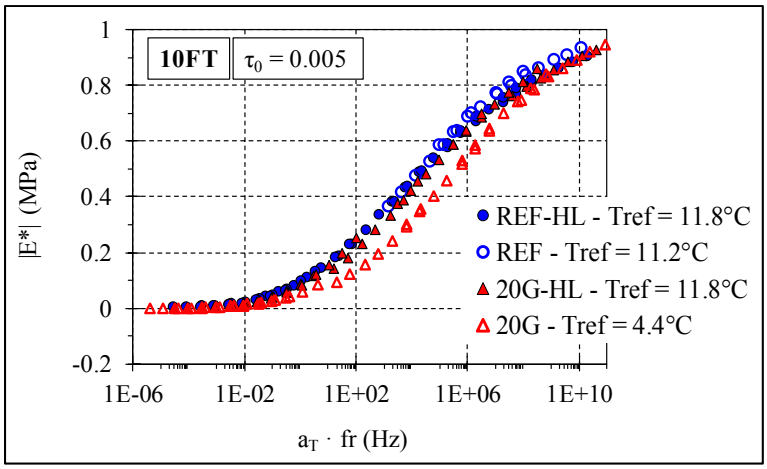


Figure 6.11 Normalized master curve of the complex modulus norm with $\tau_0 = 0.005$ after 10 freeze-thaw cycles

6.5.3 Experimental shift factor

Figure 6.12 shows the experimental shift factors (a_{TE}) according to temperature for all samples and testing conditions. The red dotted lines represent the evolution of the a_{TE} according to temperature for 20G sample. In DRY condition (Figure 6.12a), a_{TE} values are similar for all samples. William, Landel and Ferry (WLF) function (Equation 6) was used to fit the a_{TE} values (Ferry, 1980). For WET condition (Figure 6.12b), the a_{TE} for 20G (blank red triangle) are different from the other samples. After 3 FT and 10 FT (Figure 6.12c & d), a discontinuity of the a_{TE} is observed at freezing point (0°C). This phenomenon is associated with the presence of ice into the sample voids when testing temperatures are below freezing point (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017; Lamothe et al., 2017). Therefore, two distinct a_{TE}-T° relationships are to be considered on each side of the freezing point, represented as dotted lines on Figure 6.12c & d.

To evaluate the effect of conditioning on the experimental shift factors (a_{TE}), the ratio between the a_{TE} for a given testing condition with their respective a_{TE} from WLF function in DRY condition is calculated using Equation (6.8). To demonstrate the significance of the a_{TE} ratio, 20G experimental data are taken as an example. On Figure 6.13, a partial master curve of the

complex modulus norm for temperature from -15°C to -35°C is presented. The equivalent frequency to reach a complex modulus norm (stiffness) value of 15,000 MPa is very different whether DRY or 10 FT testing condition is considered. For 15,000 MPa, the equivalent frequency is higher after FT cycles than from DRY testing. The 10 FT master curve has shifted along the X-axis compared with the DRY master curve. The a_{TE} have increased due to FT cycles. Therefore, the a_{TE} ratio express the difference between master curves of two testing conditions. The higher the a_{TE} ratio, the more significant the sample has been affected by the conditioning.

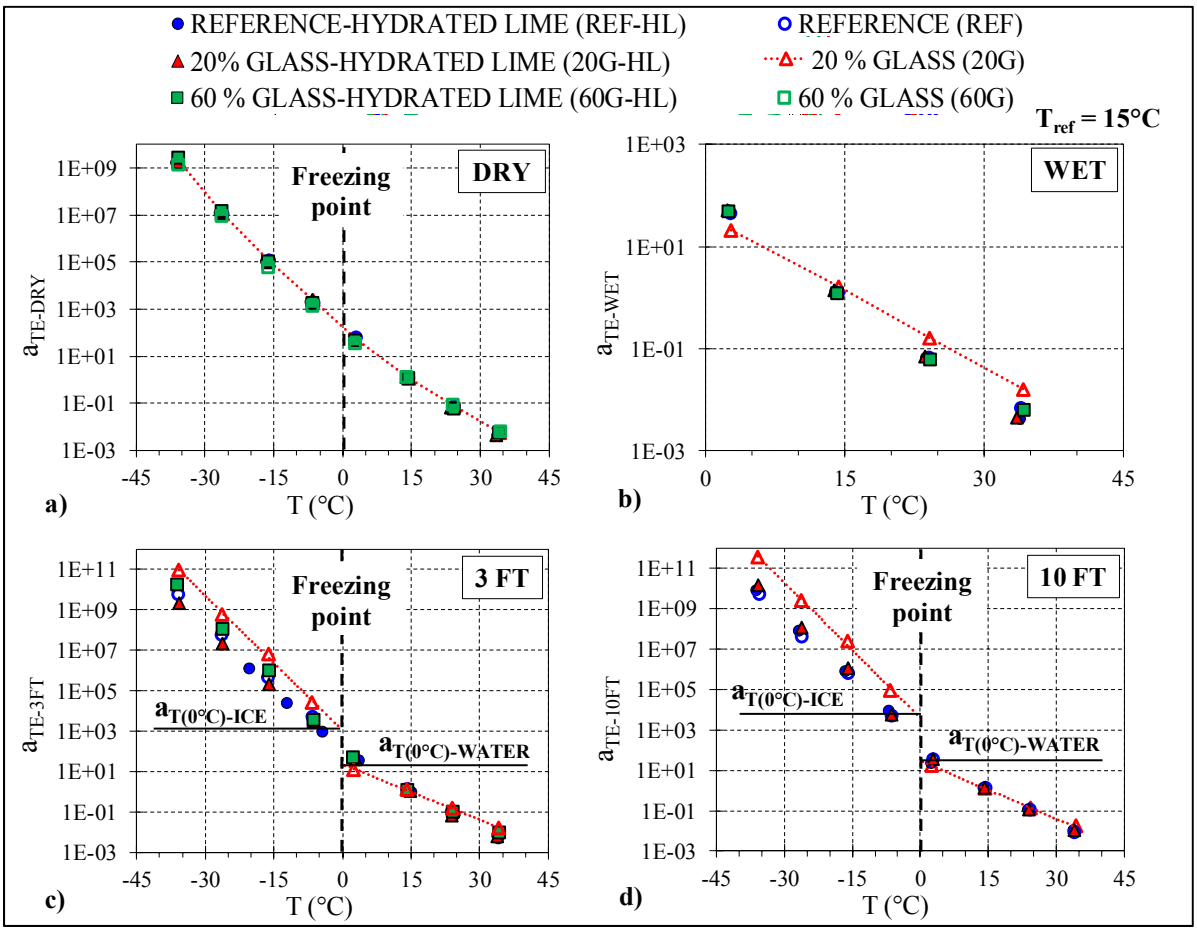


Figure 6.12 Experimental shift factors (a_{TE}) at a reference temperature of 15°C (c.f. Tableau 6.3), dashed red line for 20G): a) DRY condition, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT

$$a_{TE}\text{ratio}=\frac{a_{TE\text{-}WET\,or\,3FT\,or\,10FT}}{a_{TE\text{-}DRY(WLF)}} \tag{6.8}$$

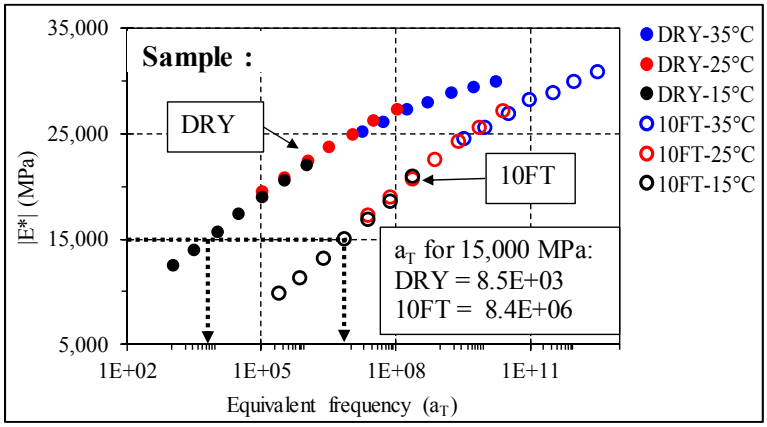


Figure 6.13 Partial master curves of the complex modulus norm for 20G sample for DRY and 10 FT testing condition at a reference temperature of 15°C

Figure 6.14 shows the a_{TE} ratio for all samples and testing conditions. On Figure 6.14a, the ratio between a_{TE} for DRY condition and from WLF function are small. WLF function gives a good approximation of the experimental a_{TE} values in DRY condition. For WET testing, a_{TE} ratios of 20G increase compared with the other samples (Figure 6.14b). After 3 FT, a_{TE} ratio for 20G, REF and 60G-HL are higher than REF-HL and 20G-HL for low temperatures (Figure 6.14c).

The calculation of a_{TE} ratio seems to be an effective way to assess the effect of conditioning on the samples. In this case, the effect of hot water conditioning (WET testing) is significant for 20G samples, especially at +35°C where the higher a_{TE} ratio is obtained. Regarding the effect of FT cycles, higher a_{TE} ratio are obtained for samples without hydrated lime (REF and 20G) than samples with hydrated lime (REF-HL and 20G-HL) after 3 FT. After 10 FT, the a_{TE} ratio of REF-HL and REF are similar, but very different for 20G-HL and 20G. This shows that hydrated lime has a positive effect on the freeze-thaw resistance of asphalt samples with glass aggregates.

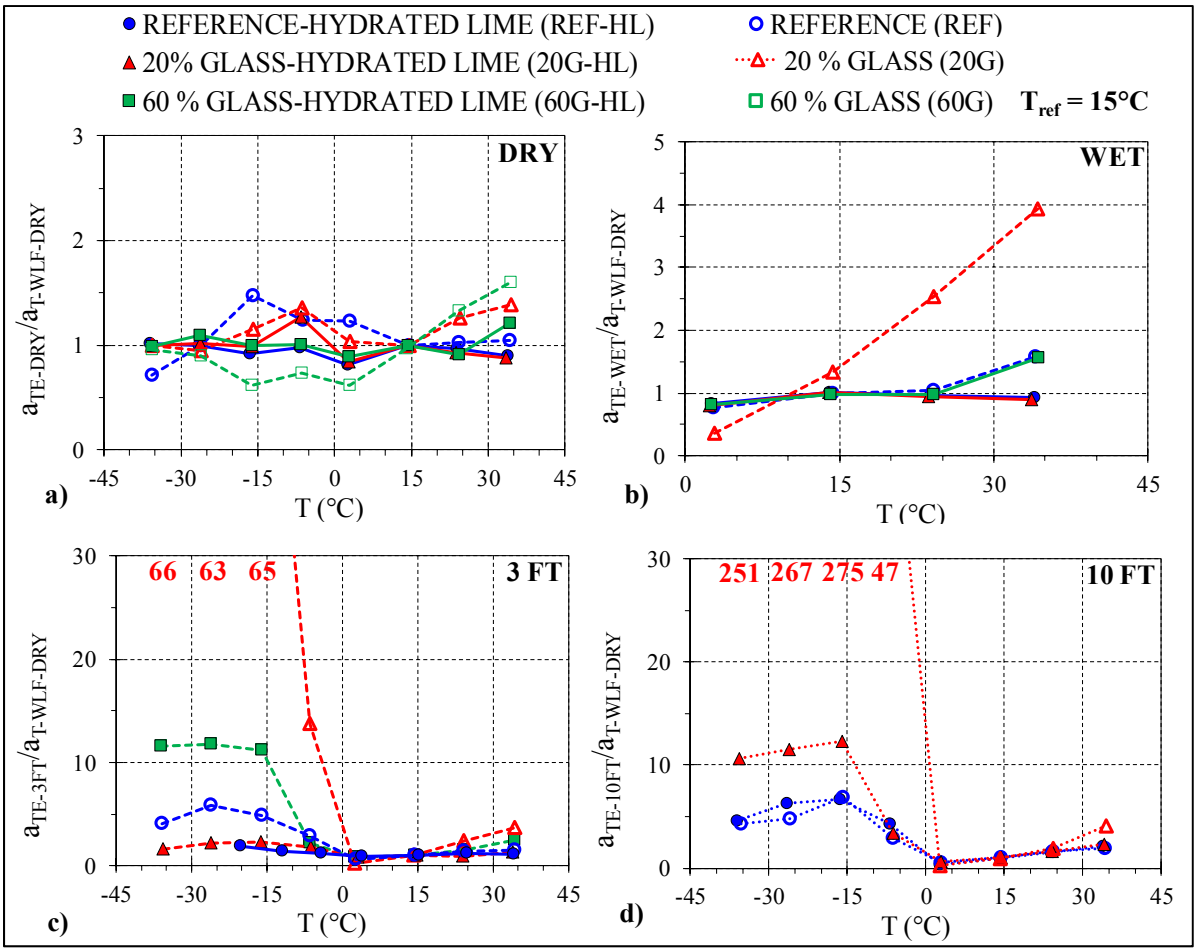


Figure 6.14 Ratio between experimental shift factors (a_{TE}) at a given testing condition with a_{TE} from WLF function in DRY condition (c.f. Tableau 6.3): a) DRY condition, b) WET condition, c) 3 freeze-thaw (FT) cycles, d) 10 FT

6.6 Conclusion

The objective of this paper was to evaluate the effect of hydrated lime on linear viscoelastic (LVE) properties of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to hot water conditioning and freeze-thaw (FT) cycles. Six asphalt mixtures with various glass aggregates (0 %, 20 % and 60 %) and hydrated lime (0 % and 2 %) content were studied. LVE properties were evaluated with the complex modulus test (E*) in DRY condition, after a 14 days conditioning period in hot water bath (60°C) (WET) and after 3 and 10 freeze-thaw cycles (3 FT and 10 FT). The following conclusions were drawn:

- reference mixtures (i.e. 0 % glass) and 20 % glass mixtures had similar 2S2P1D model parameters. Different 2S2P1D model parameters were obtained for mixtures with 60 % glass;
- in the Cole-Cole plots after FT cycles, a discontinuity is observed between experimental data for low (T<0°C) and high (T>0°C) testing temperatures. This is associated with the presence of ice in the samples voids;
- for DRY condition, experimental data in the Black diagram are not located on a unique curve. Therefore, the partial time-temperature superposition principle (PTTSP) must be considered. In this project, PTTSP was effective to plot the master curves of the complex modulus norm for all testing condition;
- mixture with high glass aggregate content (60 %) without hydrated lime broke after hot water conditioning. Therefore, for high glass aggregates content, hydrated lime must be used;
- a very good superimposition of the master curves of the normalized complex modulus norm is obtained in DRY and WET condition (when considering different reference temperatures). However, in FT condition, 20G and 60G-HL master curves do not superimpose;
- the LVE properties of the sample with 20 % glass aggregate without hydrated lime (20G) were greatly affected by the various conditioning. In comparison, the conditioning had less impact on the LVE properties of 20G-HL. Therefore, adding hydrated lime is very beneficial for mixtures with 20 % glass aggregates.
- the evolution of shift factors is affected by FT cycles, a discontinuity is observed at freezing point (0°C). This discontinuity is more significant for mixtures without hydrated lime.

CHAPITRE 7

SOMMAIRE DES RÉSULTATS DE MODULE COMPLEXE PUBLIÉS

7.1 Sommaire des résultats d'essais de module complexe sur EB avec bitume PG70-28

Plusieurs articles ont été rédigés concernant les essais de module complexe réalisés. À cet effet, un sommaire des principales observations est présenté dans cette section. Le Tableau 7.1 rappel les différents enrobés (EB) avec bitume PG70-28 (total de 6) et dont les résultats d'essais de module complexe ont été publiés dans les articles suivants :

- Linear Visco-Elastic (LVE) Properties of Asphalt Mixtures with Different Glass Aggregates and Hydrated Lime Content (soumis à la revue International Journal of Pavement Engineering) (CHAPITRE 4);
- Degradation of Asphalt Mixture with Glass Aggregates Subjected to Freeze-Thaw Cycles (publié dans la revue Cold Regions Science and Technology) (CHAPITRE 5);
- Effect of Hydrated Lime on Linear Viscoelastic Properties of Asphalt Mixtures with Glass Aggregates Subjected to Freeze-Thaw Cycles (soumis à la revue Construction and Building Materials) (CHAPITRE 6).

Tableau 7.1 Identification et teneur en vides des enrobés ESG-10 avec bitume PG70-28

Enrobé	Identification de l'enrobé	Teneur en vides de l'éprouvette pour essai E*	Teneur en bitume (%)
Référence	REF	5.4	5.4
Référence avec 2 % chaux hydratée	REF-HL	5.7	5.4
20 % verre	20G	5.7	5.3
20 % verre avec 2 % chaux hydratée	20G-HL	5.1	5.3
60 % verre	60G	5.0	5.2
60 % verre avec 2 % chaux hydratée	60G-HL	4.7	5.2

7.1.1 Normalisation des résultats expérimentaux de module complexe

La normalisation des résultats de module complexe dans le plan Cole-Cole, le diagramme de Black et pour les courbes maîtresses s'est fait afin de s'affranchir des effets reliés aux caractéristiques du squelette granulaire (E_0 et E_{00}) ainsi qu'à la teneur en vides. La procédure de normalisation a été présentée à la section 4.6.4. À la section 4.6.4, on retrouve les résultats d'E* normalisés dans le plan Cole-Cole, dans le diagramme de Black et les courbes maîtresses des six EB en condition sèche. À la section 5.5.2.2 on retrouve les résultats de E* normalisé dans le plan Cole-Cole des enrobés REF-HL et 20G-HL et ce, pour toutes les conditions d'essais.

Concernant les résultats normalisés en condition sèche, on remarque des différences significatives pour les EB 60G et 60G-HL sur le plan Cole-Cole (Figure 4.14). Cela signifie que ces deux EB ont un comportement VEL différent des autres EB. On peut ainsi conclure qu'un dosage élevé en verre (60G et 60G-HL ont un dosage de 60 % en granulat de verre) modifie le comportement VEL d'un EB en comparaison du même type d'EB, mais sans

granulats de verre. De plus, après exposition aux cycles de gel-dégel, on remarque une discontinuité dans le plan Cole-Cole entre les résultats de E* normalisés pour les températures positives et les températures négatives pour 20G-HL (20 % verre et 2 % chaux hydratée) (Figure 5.6). Cette discontinuité est associée à la présence de glace dans les vides de l'EB ce qui a pour effet d'augmenter la rigidité de l'EB (pour les températures négatives). Les résultats d'E* normalisés dans le plan Cole-Cole des six EB testés pour toutes les conditions d'essais seront présentés à la section 8.1.1.

7.1.2 Courbes maîtresses et facteurs de translation

Le principe de superposition temps-température (*Time temperature superposition principle TTSP*) n'a pas été validé pour les EB avec bitume PG70-28 puisque les résultats expérimentaux ne suivent pas une courbe unique dans le diagramme de Black (mentionné à la section 4.6.1, illustré à la Figure 7.1).

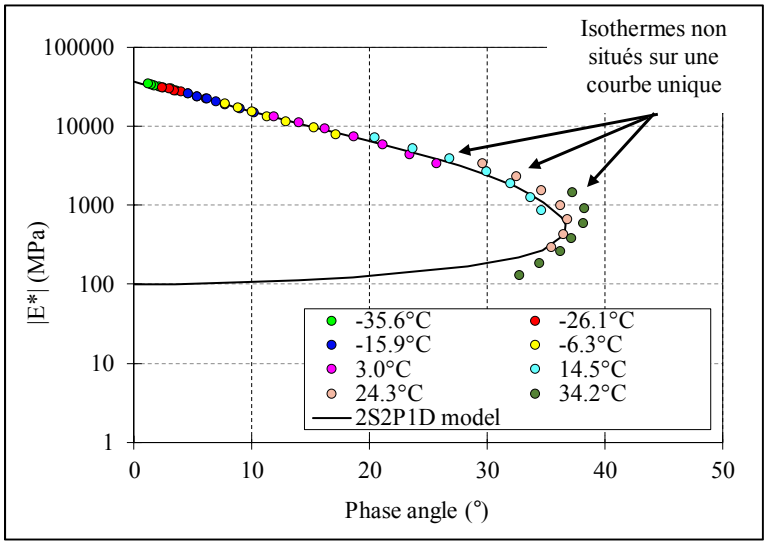


Figure 7.1 Diagramme de Black de l'enrobé REF avec bitume PG70-28 testé en condition sèche

En revanche, le principe de superposition temps-température partiel a été considéré et a permis de tracer les courbes maîtresses pour la norme du E*. Les courbes maîtresses des six EB en

condition sèche ont été présentées à la Figure 4.12 (T_{ref} = 15°C). On observe de légères différences entre les courbes maîtresses de la norme des EB dans le domaine des basses fréquences équivalentes (haute température, basse fréquence). Pour comparer les EB au moyen des courbes maîtresses, il est possible de superposer celles-ci en choisissant des températures de référence différentes pour chacun des EB. Cette procédure est détaillée à la section 4.6.4. En procédant de la sorte, on remarque qu'en condition sèche, quatre des EB testés ont des températures de référence très similaire (REF, REF-HL, 20G et 20G-HL) tandis que pour les deux EB avec 60 % de verre (60G et 60G-HL) les températures de références sont différentes des autres EB (Figure 4.16). Puisque la température de référence des EB avec 60 % de verre est inférieure aux autres EB, cela signifie que les EB avec 60 % de verre ont une rigidité inférieure à celle des autres EB. Un parallèle peut se faire avec le module vitreux des EB (E_0, valeur lorsque $\omega \rightarrow \infty$). Les EB avec 60 % de verre ont tous les deux des valeurs de module vitreux inférieur aux autres EB (Tableau 4.3).

En condition humide (WET), il est possible de superposer les courbes maîtresses (Figure 6.9). Dans ce cas, la température de référence de l'EB 20G (sans chaux hydratée) est beaucoup plus basse que les autres EB. Cela signifie que le conditionnement humide a grandement affecté les propriétés VEL de cet EB, effet qui s'exprime par une diminution de la rigidité. Pour ce qui est de l'EB 60G (sans chaux hydratée), l'éprouvette a brisé suite au conditionnement humide. Après l'exposition à trois cycles de gel-dégel (Figure 6.10), les courbes maîtresses des EB 60G-HL et 20G ne sont pas superposées avec celles des autres EB (REF, REF-HL et 20G-HL). La même observation s'applique après 10 cycles de gel-dégel pour l'EB 20G (Figure 6.11).

Concernant les facteurs de translation expérimentaux (a_{TE}), ceux-ci sont très similaires pour tous les EB en condition sèche (Figure 4.13). Or, en condition humide, on remarque que les a_{TE} de l'EB 20G sont différents des autres EB (Figure 6.12b). Suite à l'exposition aux cycles de gel-dégel, les a_{TE} de l'EB 20G sont très différents des autres EB et ce, surtout pour les températures négatives (peu de différences observées pour les a_{TE} des températures positives, Figure 6.12c & d). De plus, pour certains EB on remarque une discontinuité entre l'évolution des a_{TE} pour les températures négatives et les températures positives. Il a été montré que plus

l'EB est exposé à des cycles de gel-dégel, plus cette discontinuité s'accentue (Figure 5.9b). De plus, cette discontinuité et qu'elle est d'autant plus significative pour les EB sans chaux hydratée (Figure 6.14c & d).

Le calcul du ratio des a_{TE} expérimental vis-à-vis les a_T obtenus à partir de la fonction WLF a été présenté à la section 6.5.3. L'effet du conditionnement sur les ratios des a_{TE} est significatif après l'exposition aux cycles de gel-dégel pour les EB sans chaux hydratée (REF et 20G) ainsi que l'EB avec 60 % de verre (60G-HL). Les ratios augmentent avec le nombre de cycles de gel-dégel. Ces observations permettent d'affirmer que la chaux hydratée améliore la résistance à la dégradation due au gel-dégel des EB.

7.1.3 Modélisation et comparaison des résultats avec les valeurs 2S2P1D simulées

Le modèle rhéologique 2S2P1D a permis de simuler le comportement VEL des six EB testés en condition sèche, et ce, avec une très bonne approximation. Cette affirmation est valide autant pour les EB conventionnels que pour les EB avec granulats de verre. On peut le constater notamment à la Figure 4.6 et Figure 4.7 où sont présentés les résultats expérimentaux des six EB testés (plan Cole-Cole et diagramme de Black).

En condition humide (WET), il y a très peu de résultats expérimentaux ce qui fait en sorte que la modélisation des résultats expérimentaux ne peut pas se faire avec une bonne précision (Figure 6.5b). Pour ce qui est des résultats expérimentaux après exposition aux cycles de gel-dégel (FT), la discontinuité observée dans le plan Cole-Cole entre les températures négatives et les températures positives (illustré à la Figure 5.5) fait en sorte qu'il n'est pas possible de modéliser les résultats expérimentaux de E* avec une seule combinaison de paramètres 2S2P1D.

Malgré le fait qu'il ne soit pas possible de modéliser le comportement des EB pour les conditions d'essai WET et FT, il est possible de comparer les résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D pour apprécier l'effet du conditionnement sur les propriétés VEL.

Cette procédure est détaillée à la section 5.5.3. Les résultats présentés ont permis de constater que dans le cas des EB REF-HL et 20G-HL, les deux EB avaient un niveau d'endommagement équivalent après 10 cycles de gel-dégel. Or, l'EB 20G-HL s'endommage plus rapidement dans le sens ou après trois cycles de gel-dégel, le niveau d'endommagement de cet EB est plus élevé que l'EB REF-HL.

CHAPITRE 8

PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS NON-PUBLIÉS

En complément de l'analyse des résultats expérimentaux des six enrobés (EB) avec bitume PG70-28 présentés dans les chapitres précédents, une analyse complémentaire est présentée dans la section 8.1. De plus, les résultats expérimentaux de trois EB (référence, 20 % et 60 % de verre, tous avec 2 % de chaux hydratée) confectionnés avec un bitume PG58-28 seront présentés à la section 8.2. Finalement, les différences marquantes entre les résultats du bitume PG70-28 et du bitume PG58-28 seront présentées à la section 8.3.

8.1 Analyse complémentaire des résultats d'essais de module complexe sur EB avec bitume PG70-28

8.1.1 Résultats de module complexe normalisés Cole-Cole

La Figure 8.1 présente les résultats d'E* normalisés dans le plan Cole-Cole pour les enrobés REF, 20G et 60G-HL (rappel : Figure 5.6 pour REF-HL et 20G-HL). Les valeurs utilisées pour la normalisation sont présentées dans le Tableau 8.1. Comparer les résultats d'E* normalisés permet de vérifier si les propriétés VEL des EB ont été modifiées par le conditionnement. Pour tous les enrobés, les résultats normalisés en condition sèche (DRY) et condition humide (WET) sont superposés. Après exposition au gel-dégel (FT), pour les EB REF et 20G on observe une discontinuité entre les températures positives et les températures négatives (Figure 8.1a & b). Il a été mentionné que pour les températures négatives, l'eau se retrouve sous la forme solide (glace) dans les vides de l'éprouvette ce qui a pour effet d'augmenter la rigidité de l'EB. C'est aussi le cas pour les EB 20G-HL (résultats présentés à la Figure 5.6b) et 60G-HL (Figure 8.1c). Pour REF-HL (Figure 5.6a), il n'y a pas de discontinuité observable. Les résultats montrent que la discontinuité observable dans le plan Cole-Cole est plus importante pour les EB sans chaux hydratée.

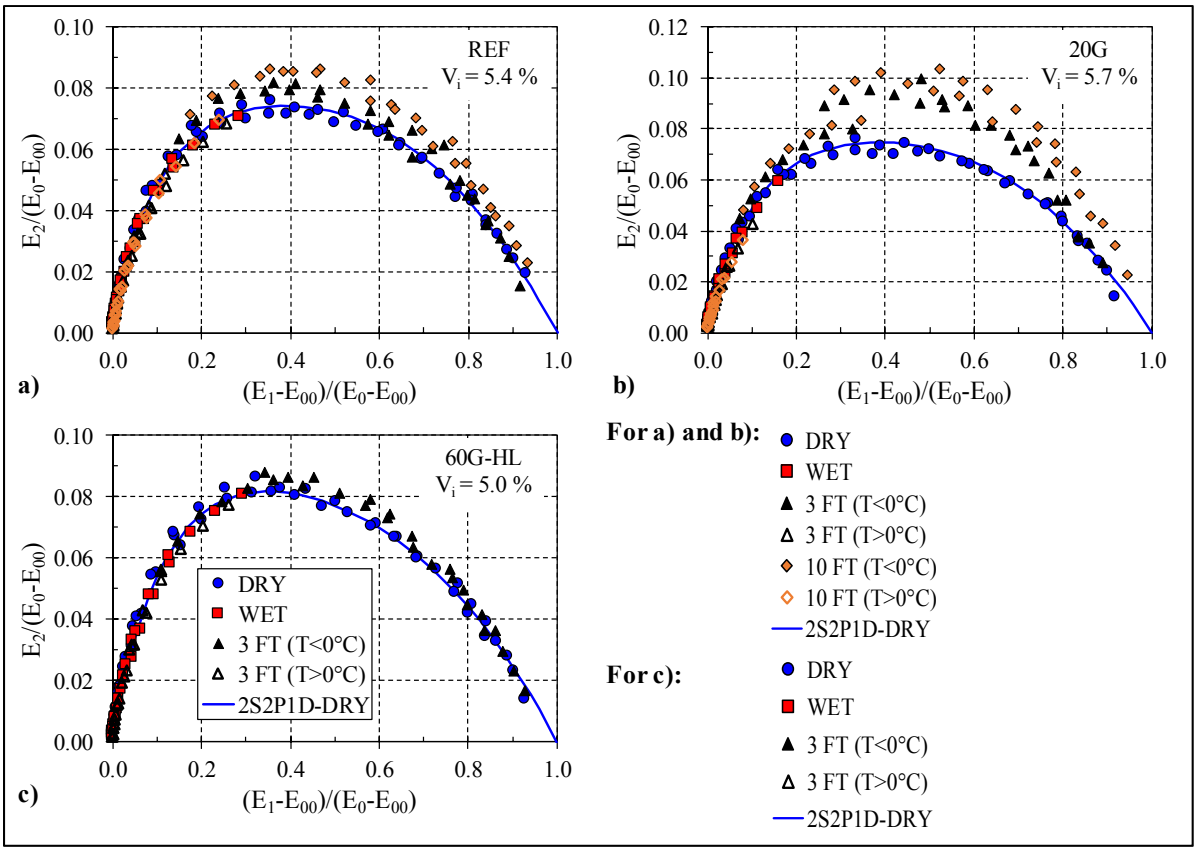


Figure 8.1 Résultats expérimentaux de module complexe normalisés dans le plan Cole-Cole pour les enrobés REF, 20G et 60G-HL

Tableau 8.1 Valeurs des paramètres E_{00} et E_0 utilisés pour la normalisation des enrobés REF, 20G et 60G-HL

Enrobé	Condition d'essai	E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)
REF	DRY	100	36,000
	WET	100	31,000
	3 FT (T°>0°C)	60	31,000
	3 FT (T°<0°C)	60	36,000
	10 FT (T°>0°C)	60	31,000
	10 FT (T°<0°C)	60	36,000
20G	DRY	60	32,500
	WET	60	22,000

Tableau 8.1 Valeurs des paramètres E_{00} et E_0 utilisés pour la normalisation des enrobés REF, 20G et 60G-HL (suite)

Enrobé	Condition d'essai	E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)
20G	3 FT (T°>0°C)	60	22,000
	3 FT (T°<0°C)	60	32,500
	10 FT (T°>0°C)	60	22,000
	10 FT (T°<0°C)	60	32,500
60G-HL	DRY	60	31,000
	WET	60	27,000
	3 FT (T°>0°C)	60	27,000
	3 FT (T°<0°C)	60	32,500

8.1.2 Différences entre résultats expérimentaux et valeurs simulées 2S2P1D (EB avec chaux)

La procédure présentée dans l'article au CHAPITRE 5 permet de quantifier la variation des propriétés VEL des EB suite aux différents conditionnements. Le changement des propriétés VEL peut s'exprimer à la fois par une diminution/augmentation de la norme du E* (relié à de l'endommagement), mais aussi par un changement des angles de phase (modification du comportement rhéologique). Dans cette section, les différences entre résultats expérimentaux et valeurs simulées 2S2P1D pour tous les EB avec bitume PG70-28 et chaux hydratée seront analysées. La Figure 8.2 présente les différences entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées 2S2P1D pour la norme du E* ainsi que pour l'angle de phase en condition sèche, en condition humide et après exposition aux cycles de gel-dégel. En condition sèche (DRY, Figure 8.2a), les différences au niveau de la norme d'E* sont faibles (± 20 %) pour les EB REF-HL et 20G-HL. Pour ce qui est de 60G-HL, on remarque que les différences au niveau de la norme d'E* sont faibles également excepté pour une certaine gamme de fréquences (différence supérieure à 20 % pour cinq fréquences équivalentes). Puisqu'il s'agit d'un nombre limité de cas et non d'une tendance générale, on peut conclure que le modèle 2S2P1D représente assez bien le comportement VEL de cet EB en condition sèche. Pour tous les EB, on observe des

différences notables entre les valeurs simulées et expérimentales pour l'angle de phase à basse fréquence équivalente (Figure 8.2b). Cela s'explique par le fait que pour les hautes températures et basses fréquences (basses fréquences équivalentes), il est assez difficile de modéliser les résultats expérimentaux avec une très bonne précision tel qu'illustré dans le diagramme de Black à la Figure 8.3.

Les différences pour les essais en condition humide (WET) sont présentées à la Figure 8.2c & d. Pour apprécier l'effet du conditionnement humide, il faut regarder l'écart entre le nuage de point DRY vs WET. On remarque un écart significatif pour la norme d'E* de l'EB 60G-HL (Figure 8.2c). Dans ce cas on conclut que le conditionnement humide a modifié les propriétés VEL de cet EB, effet qui s'exprime par une réduction de la norme d'E*. En ce qui concerne les angles de déphasage, il n'y a pas de différences observables pour tous les EB testés en condition WET (Figure 8.2d).

Pour quantifier l'effet des cycles de gel-dégel (FT), il faut comparer les nuages de point WET vs FT. Après 3 FT on remarque un écart significatif pour les deux EB avec verre (20G-HL et 60G-HL) au niveau de la norme d'E* (Figure 8.2e). Au niveau des angles de déphasage, on remarque qu'il y a un écart pour les EB 20G-HL et 60G-HL (Figure 8.2f). Au final, l'effet des FT sur les deux EB avec verre s'exprime par une réduction de la norme d'E* et par un changement des angles de déphasage et donc, du comportement rhéologique. À la section 5.5.3.2, les différences entre résultats expérimentaux après 10 FT et les valeurs simulées 2S2P1D ont été présentées. On a conclu que l'EB 20G-HL s'endommageait plus rapidement (réduction de la norme d'E*) que l'EB REF-HL, mais qu'après 10 FT, les deux EB avaient un niveau d'endommagement équivalent.

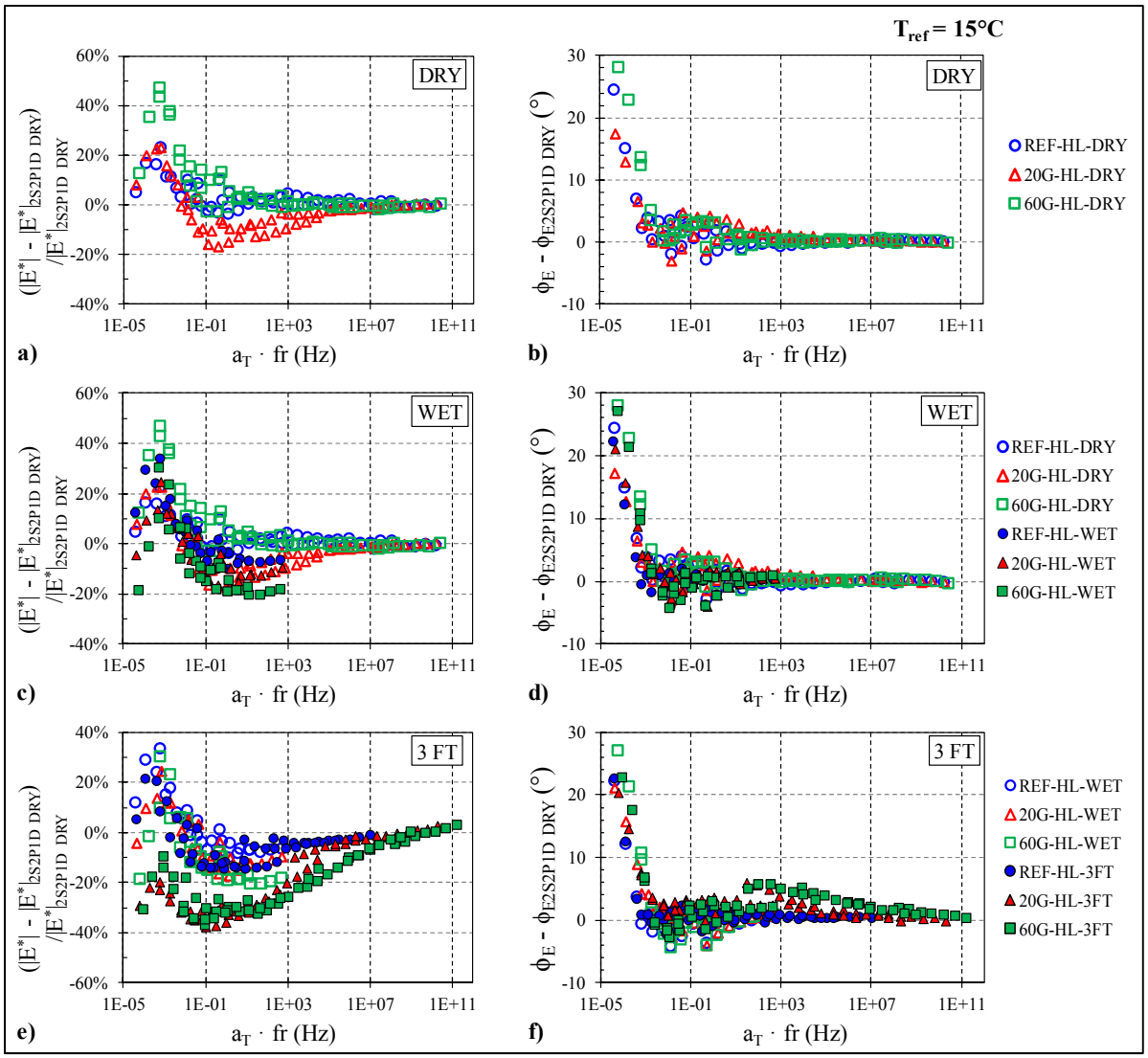


Figure 8.2 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG70-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche, b) angle de phase (ϕ_E) en condition sèche, c) |E*| en condition humide vs sec, d) ϕ_E en condition humide vs sec, e) |E*| en condition humide vs 3 FT, f) ϕ_E en condition humide vs 3 FT

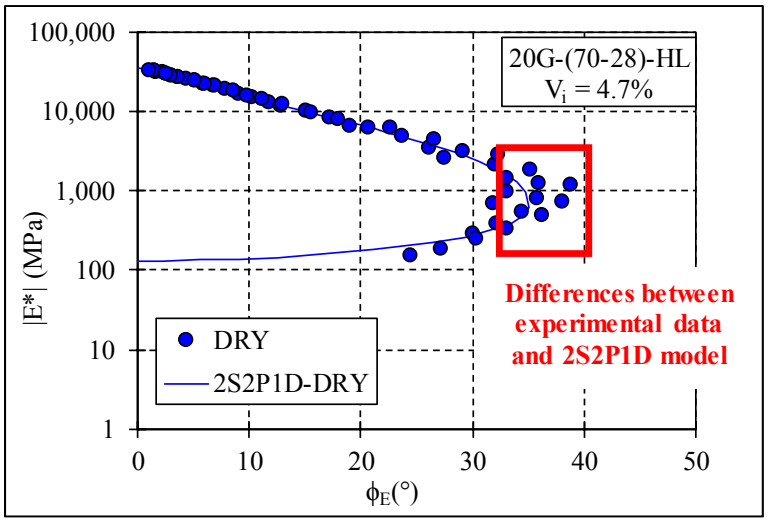


Figure 8.3 Résultats expérimentaux en condition sèche et modélisation 2S2P1D dans le diagramme de Black pour l'enrobé 20G-HL

8.1.3 Différences entre résultats expérimentaux et valeurs simulées 2S2P1D (EB sans chaux)

Dans cette section, les différences entre résultats expérimentaux et valeurs simulées 2S2P1D pour les EB avec bitume PG70-28 sans chaux hydratée seront analysées. La Figure 8.4 présente les différences entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées 2S2P1D pour la norme du E* ainsi que l'angle de déphasage pour toutes les conditions d'essai (DRY, WET, FT). Encore une fois, on remarque qu'en condition sèche, le modèle 2S2P1D simule bien le comportement VEL des EB testés tant pour la norme du module complexe que pour l'angle de phase (Figure 8.4a & b).

Pour quantifier l'effet du conditionnement humide, il faut comparer les nuages de point en condition DRY vs WET. À noter que l'EB 60G a brisé après le conditionnement humide. Cela indique un endommagement majeur qui est le résultat du trempage dans l'eau chaude. Une inspection visuelle a permis de déceler des granulats de verre dont la surface n'était plus recouverte de bitume, résultat d'un désenrobage sévère. En ce qui concerne les EB REF et 20G, dans les deux cas l'écart entre les nuages de point en condition DRY et WET pour la

norme d'E* est significatif (Figure 8.4c). La réduction de la norme de E* est considérable, diminution de l'ordre de 40 % (REF) et de 80 % (20G). Pour ce qui est de l'angle de déphasage, l'effet du conditionnement est visible pour 20G ce qui traduit un changement du comportement rhéologique (Figure 8.4d). Un écart positif au niveau des différences d'angle de déphasage signifie que l'angle déphasage expérimental est plus élevé que l'angle de déphasage des valeurs simulées. À titre de rappel, plus l'angle de déphasage est élevé, plus la portion visqueuse du comportement VEL est importante par rapport à la portion élastique. Ainsi une augmentation de l'angle de déphasage expérimental traduit une augmentation de la portion visqueuse du comportement par rapport à la portion élastique. Un écart négatif indique une diminution de l'angle de déphasage expérimental, et donc une augmentation de la portion élastique du comportement par rapport à la portion visqueuse.

Après 3 FT, on remarque un écart significatif au niveau de la norme d'E* entre les nuages de point WET vs 3 FT pour les deux EB (Figure 8.4e). Or, en comparant l'écart entre les nuages de point WET et 3 FT (endommagement dû aux cycles de gel-dégel) avec les nuages de point DRY et WET (endommagement dû au conditionnement humide), on remarque que l'écart est plus grand entre les nuages de point DRY et WET. Cela indique que la majorité de la réduction de la norme d'E* a été causée par le conditionnement humide. Pour ce qui est des écarts des angles de déphasage (Figure 8.4f), on remarque des différences significatives entre les nuages de point WET vs 3 FT. Fait intéressant, on observe deux tendances au niveau des écarts des angles de déphasage (Figure 8.5). On remarque une discontinuité pour le nuage de point 3 FT entre les températures de +5°C et -5°C. Pour les températures positives (T°>0°C, Figure 8.5), l'écart entre les nuages de point WET et 3 FT est faible. Pour les températures positives (T°<0°C, Figure 8.5), on ne dispose pas de données expérimentales en condition WET. Il faut donc comparer le nuage de point 3 FT avec celui DRY. L'écart entre les nuages DRY et 3 FT est très significatif. Les différences obtenues pour les angles de déphasage après 3 FT varient de l'ordre de 0° à 17° (T°<0°C, Figure 8.5). Les écarts sont d'autant plus significatifs pour l'isotherme -5°C.

Pour les isothermes -5°C, -15°C, -25°C et -35°C, les écarts entre les nuages DRY et 3 FT sont positives, ce qui signifie que les valeurs d'angles de déphasage expérimentales sont plus élevées que les valeurs simulées. Les écarts les plus importants sont obtenus pour l'isotherme -5°C et les écarts les moins importants pour l'isotherme -35°C (Figure 8.5). Lors de la réalisation de l'essai de E*, les mesures expérimentales ont été réalisées dans l'ordre suivant : -35°C, -25°C, -15°C et -5°C. On peut émettre comme hypothèse que pour la première isotherme testée (-35°C), l'eau contenue dans les pores est majoritairement gelée et donc se retrouve sous forme de glace rigide. Au fur et à mesure que l'essai avance, la température d'essai se réchauffe et se rapproche de la température de fusion de la glace (estimation de 0°C). Ainsi, plus la glace se réchauffe, plus sa rigidité diminue et plus l'angle de déphasage expérimental est élevé (portion visqueuse du module qui augmente en comparaison avec la portion élastique). Les mêmes observations s'appliquent, mais dans un ordre de grandeur plus faible pour l'EB REF (Figure 8.4f). Concernant les essais après 10 FT (Figure 8.6), les écarts entre les nuages de point 3 FT et 10 FT sont faibles, ce qui indique que la majorité de l'endommagement (réduction norme) et de la variation des angles de déphasage a été causée par les trois premiers cycles de gel-dégel.

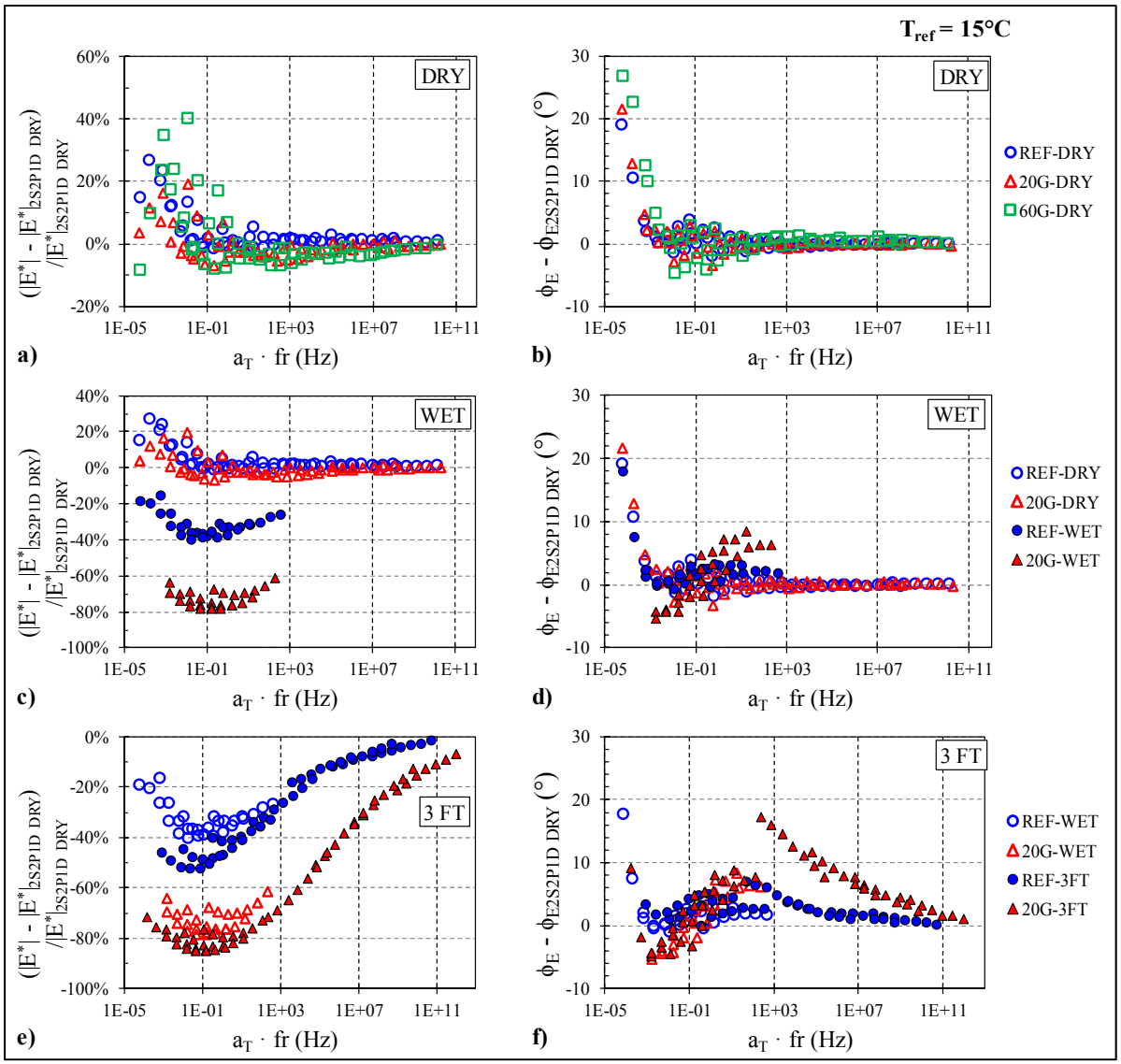


Figure 8.4 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés sans chaux hydratée et bitume PG70-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche, b) angle de phase (ϕ_E) en condition sèche, c) |E*| en condition humide vs sec, d) ϕ_E en condition humide vs sec, e) |E*| en condition humide vs 3 FT, f) ϕ_E en condition humide vs 3 FT

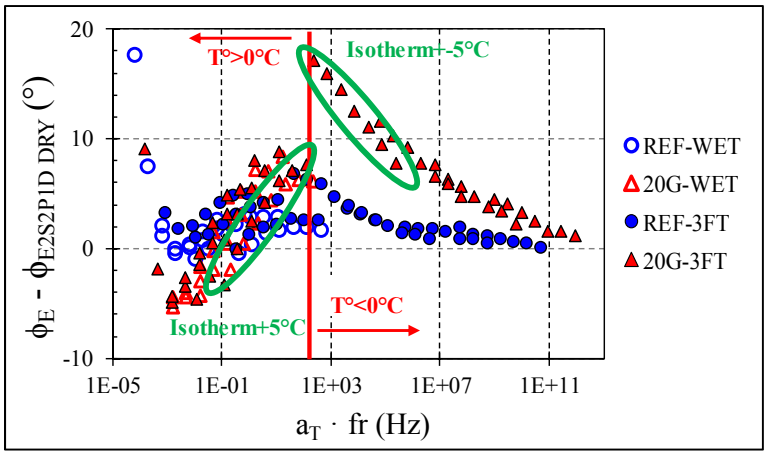


Figure 8.5 Écarts entre les résultats expérimentaux et les valeurs simulées pour l'angle de phase des enrobés REF et 20G : discontinuité observée au point de gel

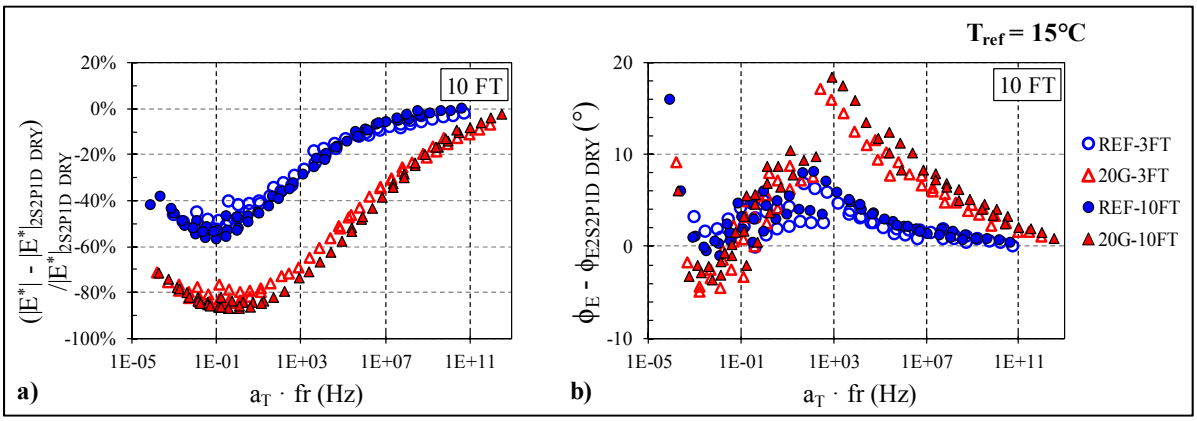


Figure 8.6 Différences entre les valeurs expérimentales |E*| et ϕ_E et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés bitumineux sans chaux hydratée et bitume PG70-28 : a) |E*| en condition 3 FT vs 10 FT, f) ϕ_E en condition 3 FT vs 10 FT

8.1.4 Sommaire des différences de comportement pour les EB avec/sans chaux hydratée (bitume PG70-28)

Afin d'apprécier l'effet de la chaux sur la variation des propriétés VEL des EB testés, il convient de comparer les résultats des EB avec chaux avec les résultats des EB sans chaux. En condition humide, les différences entre les EB avec/sans chaux sont significatives. Pour l'EB

avec 60 % de verre, l'EB sans chaux n'a pas pu être testé après le conditionnement humide dû à une rupture de l'éprouvette. Ainsi, pour un dosage élevé en verre, l'ajout de chaux hydratée est essentiel afin de s'assurer d'un minimum de durabilité.

En ce qui concerne les EB de référence et les EB avec 20 % de verre, la présence de chaux hydratée est très bénéfique au niveau de la résistance au conditionnement humide. Pour le dosage en verre de 20 % avec chaux hydratée (20G-HL), il n'y a pas de différences significatives au niveau de la norme d'E* et des angles de déphasage après conditionnement humide en comparaison avec les résultats en condition sèche. Or, pour le dosage en verre de 20 % sans chaux hydratée (20G), on observe une réduction de la norme du module de l'ordre de 60 à 80 % ainsi qu'une variation significative des angles de déphasage après conditionnement humide. Pour l'EB de référence avec chaux (REF-HL), il n'y a pas de réduction de la norme de E* ni de variation significative des angles de déphasage causés par le conditionnement humide. Pour l'EB de référence sans chaux (REF), on observe une réduction de la norme du module de l'ordre de 20 à 40 %, mais pas de variation significative des angles de phase. Suivant ces observations, on peut conclure que la chaux hydratée limite la variation des propriétés VEL (réduction de la norme d'E*, augmentation de l'angle de déphasage) causée par le conditionnement humide surtout pour les EB avec granulats de verre. Le même constat s'applique concernant l'effet des cycles de gel-dégel.

8.1.5 Effet du séchage

Suite à la série d'essais en condition humide et après cycles de gel-dégel, un essai de module complexe supplémentaire a été réalisé sur l'éprouvette de l'EB 20G afin de vérifier le comportement VEL suite au séchage (retrait complet de l'eau). L'objectif était de vérifier si l'EB allait recouvrir ses propriétés VEL initiales sans modification permanente. L'éprouvette a été soumise à un séchage prolongé (30 jours à environ 25°C) afin de retirer l'eau présente dans les vides de l'EB. Suite au séchage, un module complexe a été réalisé sur l'éprouvette, et ce, sur la gamme complète de températures (-35°C à +35°C). Les écarts entre les résultats expérimentaux après séchage et les valeurs simulées 2S2P1D pour la norme d'E* et l'angle de

phase sont présentés à la Figure 8.7. À titre de comparaison, on retrouve aussi les nuages de point DRY (LVE initial) et 10 FT.

Après séchage, on remarque que les écarts entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées 2S2P1D (en condition sèche) pour la norme d'E* et l'angle de déphasage sont plus faibles qu'en condition 10 FT. Le séchage a permis à l'enrobé de recouvrir une portion de ses propriétés VEL. Pour la norme de E*, il y a une différence entre les nuages de point DRY (condition sèche, VEL initial) et AIR DRIED, ce qui signifie que l'EB soumis à des conditions humides et des cycles de gel-dégel présente un endommagement permanent (Figure 8.7a). Cet endommagement s'exprime soit par une réduction ou une augmentation de la norme d'E* en fonction de la fréquence équivalente considérée. Concernant les angles de déphasage, on observe une réduction des différences entre les résultats expérimentaux AIR DRIED et les valeurs simulées 2S2P1D après le séchage (Figure 8.7b).

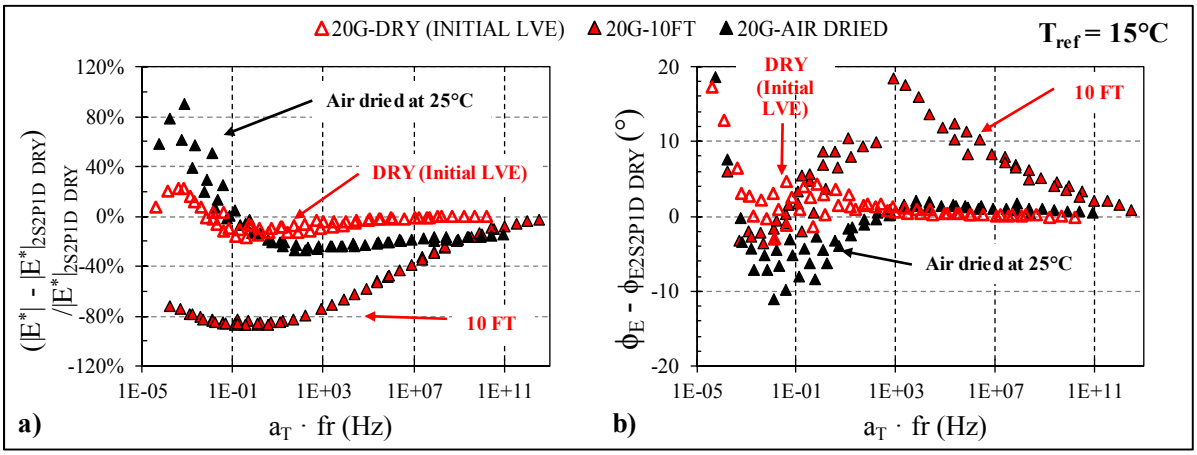


Figure 8.7 Différences entre les valeurs expérimentales des normes du module complexe (|E*|) et des angles de phase (ϕ_E) et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour l'enrobé 20G: a) |E*| en condition séchée (DRYED) vs DRY et 10 FT, b) ϕ_E en condition séchée (DRYED) vs DRY et 10 FT

8.2 Présentation et analyse des résultats des essais de module complexe des EB avec bitume PG58-28

Tel que mentionné, une série d'éprouvettes d'EB confectionnées avec un bitume pur (PG58-28) a aussi été testée selon les différentes conditions d'essais présentées dans ce document. Ainsi, les résultats expérimentaux de module complexe de trois EB avec chaux hydratée (2 %) et bitume PG58-28 seront présentés dans cette section. Les caractéristiques du bitume PG58-28 sont présentées dans le Tableau 8.2 et le Tableau 8.3 présente les teneurs en vides des éprouvettes testées. À noter que les proportions des différents granulats calcaires et verres utilisés sont exactement les mêmes que celles des EB testés avec bitume PG70-28 (ANNEXE I).

Tableau 8.2 Caractéristiques du bitume PG58-28

Masse volumique à 25°C	1.023
Viscosité à 135°C (Pa·s)	0.265
Viscosité à 165°C (Pa·s)	0.083
Température bille-anneau (°C)	41.2

Tableau 8.3 Identification et teneur en vides des éprouvettes testés pour les enrobés bitumineux avec bitume PG58-28

Enrobé	**Identification de l'éprouvette**	**Teneur en vides (%)**
Référence avec 2% chaux hydratée	REF-HL	5.3
20 % verre avec 2% chaux hydratée	20G-HL	5.6
60 % verre avec 2% chaux hydratée	60G-HL	5.2

8.2.1 Plan Cole-Cole et diagramme de Black

La Figure 8.8 illustre les plans Cole-Cole de chacun des enrobés avec bitume PG58-28 pour toutes les conditions d'essais. À noter que les paramètres de modélisation 2S2P1D en condition

sèche ainsi que les teneurs en vides des éprouvettes sont présentés au Tableau 8.4. Dans un premier temps, on remarque une différence entre les résultats expérimentaux en condition humide (WET) et les résultats en condition sèche (DRY) dans les plans Cole-Cole (Figure 8.9). Cela laisse sous-entendre que le conditionnement humide a un effet non négligeable sur les propriétés VEL de ces trois EB incorporant un bitume standard (PG58-28). En ce qui concerne les résultats après gel-dégel (3FT), on remarque une discontinuité entre les résultats 3 FT pour les températures positives (T°>0°C) et les températures négatives (T°<0°C). Cette discontinuité observée à de multiples reprises dans le cadre de cette thèse est attribuée à la présence de glace dans les vides de l'EB ce qui a pour effet d'augmenter la rigidité de l'EB pour les températures négatives. En ce qui concerne les diagrammes de Black (Figure 8.9), on remarque que les résultats expérimentaux se situent sur une courbe unique, ce qui permet d'affirmer que les enrobés respectent le principe de superposition temps-température. Cette observation est mise en évidence à la Figure 8.10.

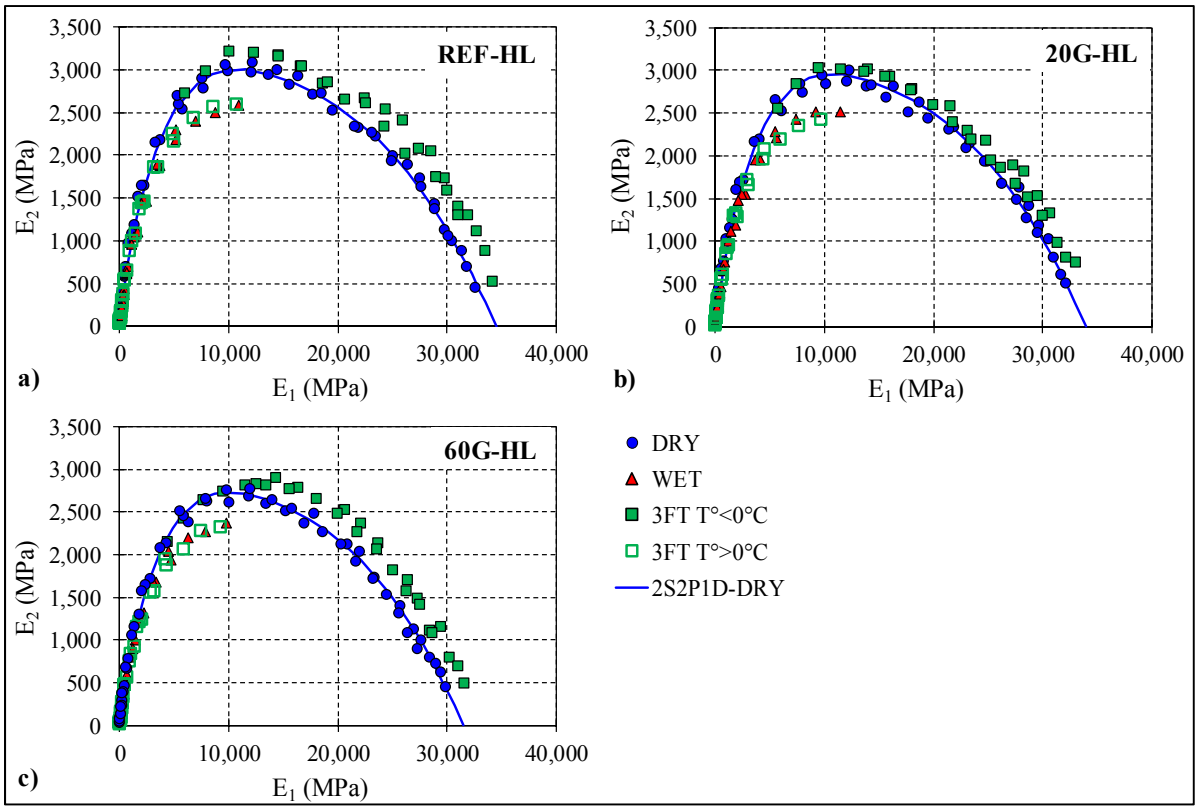


Figure 8.8 Résultats expérimentaux des essais de module complexe et modélisation 2S2P1D en condition sèche des enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 présentés dans le plan Cole-Cole : a) Enrobé de référence, b) Enrobé avec 20% de verre, c) Enrobé avec 60% de verre

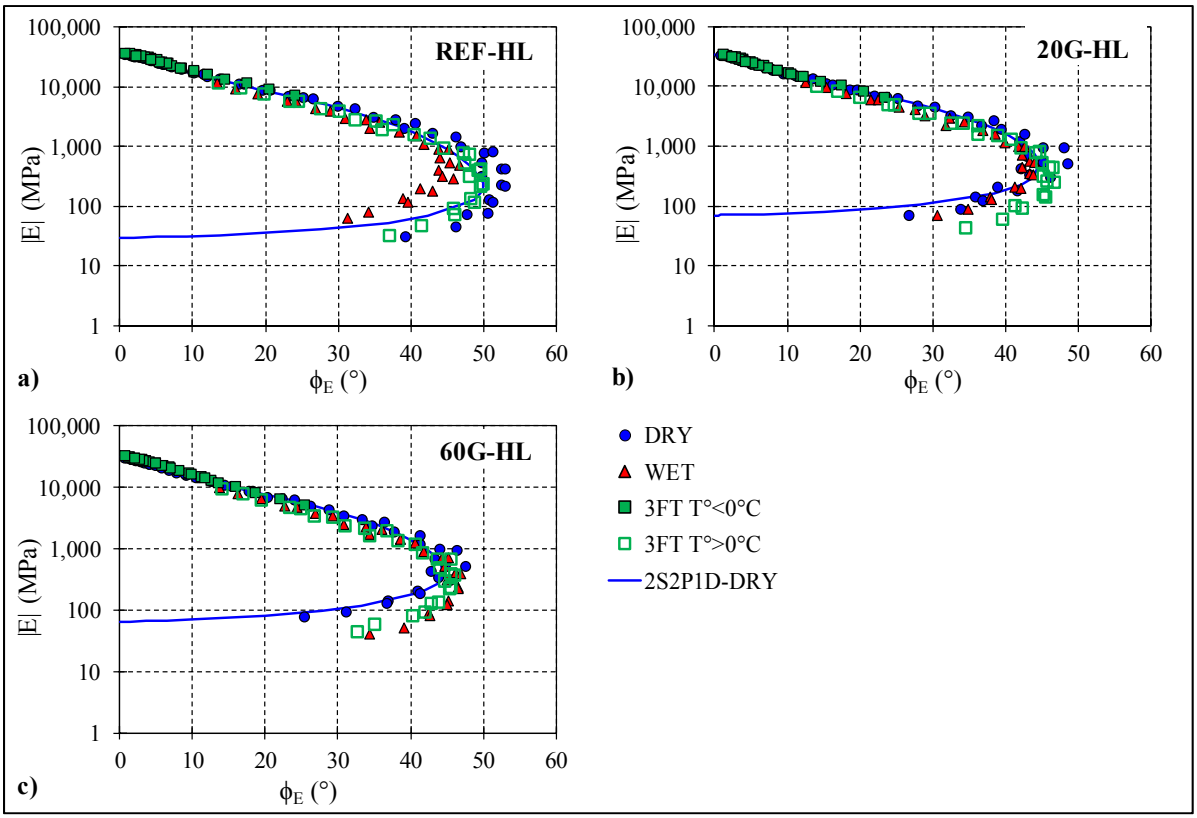


Figure 8.9 Résultats expérimentaux des essais de module complexe et modélisation 2S2P1D en condition sèche des enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 présentés dans le diagramme de Black : a) Enrobé de référence, b) Enrobé avec 20% de verre, c) Enrobé avec 60% de verre

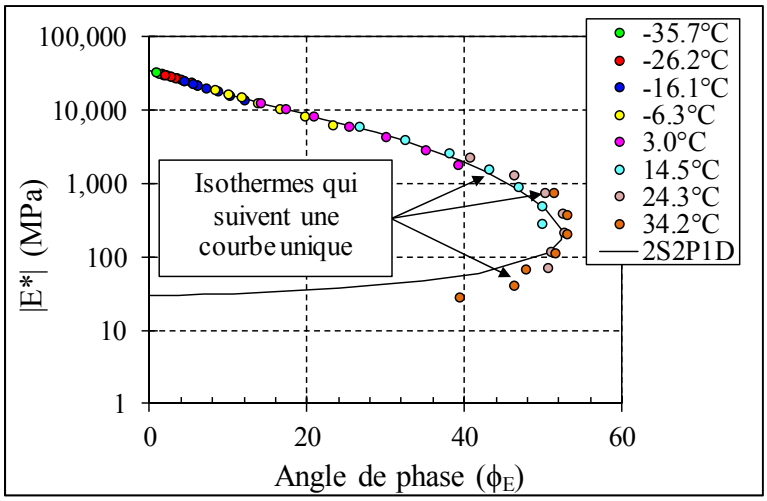


Figure 8.10 Diagramme de Black de l'enrobé REF avec bitume PG58-28 testé en condition sèche

Tableau 8.4 Paramètres 2S2P1D des enrobés avec bitume PG58-28 testé en condition sèche

Enrobé	**Teneur en vides (%)**	**Paramètres 2S2P1D**						**Constante WLF**		
		E_{00} (MPa)	**E_0 (MPa)**	***k***	***h***	***δ***	***β***	**C_1**	**C_2**	**τ_0**
REF-HL	5.3	30	34,500	0.18	0.56	2.3	150	23.8	185.1	0.0034
20G-HL	5.6	70	34,000							0.0036
60G-HL	5.2	65	31,500							0.0060

8.2.2 Normalisation des résultats expérimentaux

La normalisation des résultats de E* en condition sèche s'est fait afin vérifier si les trois EB ont un comportement VEL similaire. Les valeurs de E_0 et E_{00} utilisés sont présentées dans le Tableau 8.4. Dans le plan Cole-Cole (Figure 8.11a), les trois courbes normalisées sont superposées, ce qui est aussi le cas pour le diagramme de Black (Figure 8.11b). Cela permet de conclure que les trois EB ont un comportement VEL similaire en condition sèche.

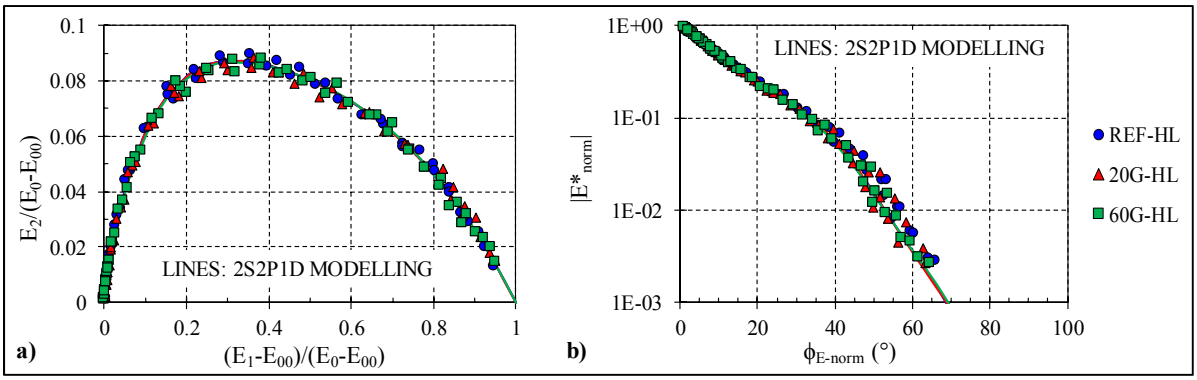


Figure 8.11 Résultats normalisés des essais de module complexe en condition sèche pour les enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 : a) plan Cole-Cole, b) diagramme de Black

8.2.3 Comparaison des résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D

Afin d'évaluer l'effet du conditionnement sur les propriétés VEL des trois EB avec bitume PG58-28, la procédure de comparaison des résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D est employée. Dans un premier temps, il convient de vérifier que le modèle 2S2P1D simule avec une bonne précision les résultats expérimentaux en condition sèche. À la Figure 8.12a et la Figure 8.12b, on remarque que les différences entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées 2S2P1D sont relativement basses, et ce, tant pour la norme du module complexe que pour les angles de déphasage. Ainsi, on conclut que le modèle 2S2P1D simule avec une bonne précision le comportement VEL des trois EB en condition sèche.

Pour quantifier l'effet du conditionnement humide, il convient de comparer l'écart entre les nuages de point en condition DRY vs WET. Précédemment, nous avons mentionné que pour ces trois EB, le conditionnement humide semblait avoir eu un impact non négligeable sur les résultats d'E* (voir plan Cole-Cole, Figure 8.8). Pour l'EB REF-HL, on remarque cinq points dont la différence entre la norme du E* expérimentale et la norme E* simulés 2S2P1D est supérieure à 50 %, tous situés dans les basses fréquences (Figure 8.12c). Ces points correspondent aux couples température-fréquence suivants : 35°C-0.01 Hz, 35°C-0.03 Hz, 25°C-0.01 Hz, 25°C-0.03 Hz et 25°C-0.1 Hz. Ainsi, pour l'EB REF-HL, il y a modification des propriétés VEL pour ces couples température-fréquence. Cela se traduit par une

augmentation de la norme d'E* et donc de la rigidité de l'EB. Pour l'EB 20G-HL, il n'y a pas de différences significatives au niveau de la norme du E* en condition WET, tandis que pour l'EB 60G-HL on note une réduction généralisée de la norme du E* de l'ordre d'environ 20 % en condition WET (Figure 8.12c). En ce qui concerne les angles de déphasage, on note une diminution des angles de déphasage pour les EB REF-HL et 20G-HL en condition WET (Figure 8.12d). À noter qu'une réduction de l'angle de déphasage signifie un changement du comportement rhéologique de l'EB et que dans ce cas, la portion élastique du module augmente par rapport à la portion visqueuse. Pour l'EB 60G-HL, il n'y a pas de différence significative au niveau des angles de déphasage. Au final, l'effet du conditionnement WET pour les trois EB se traduit par les observations suivantes :

- augmentation de la norme du E* de l'EB REF-HL pour 5 couples température-fréquence;
- diminution de la norme du module complexe généralisé pour 60G-HL;
- diminution des angles de phase pour REF-HL et 20G-HL.

Pour apprécier l'effet des cycles de gel-dégel (FT) sur les trois EB, il convient de comparer les nuages de point 3 FT vs WET. Pour les deux EB avec verre, on observe des différences significatives entre les nuages de point WET vs 3 FT pour la norme du E* (Figure 8.12e). Dans les deux cas, il s'agit d'une réduction de la norme du module complexe. Concernant les angles de déphasage, il ne semble pas avoir de différence significative entre les nuages 3 FT vs WET et ce pour les trois EB (Figure 8.12f). Au final, on conclut que l'effet des cycles de FT est marqué pour les EB avec verre et s'exprime par une réduction de la norme d'E*.

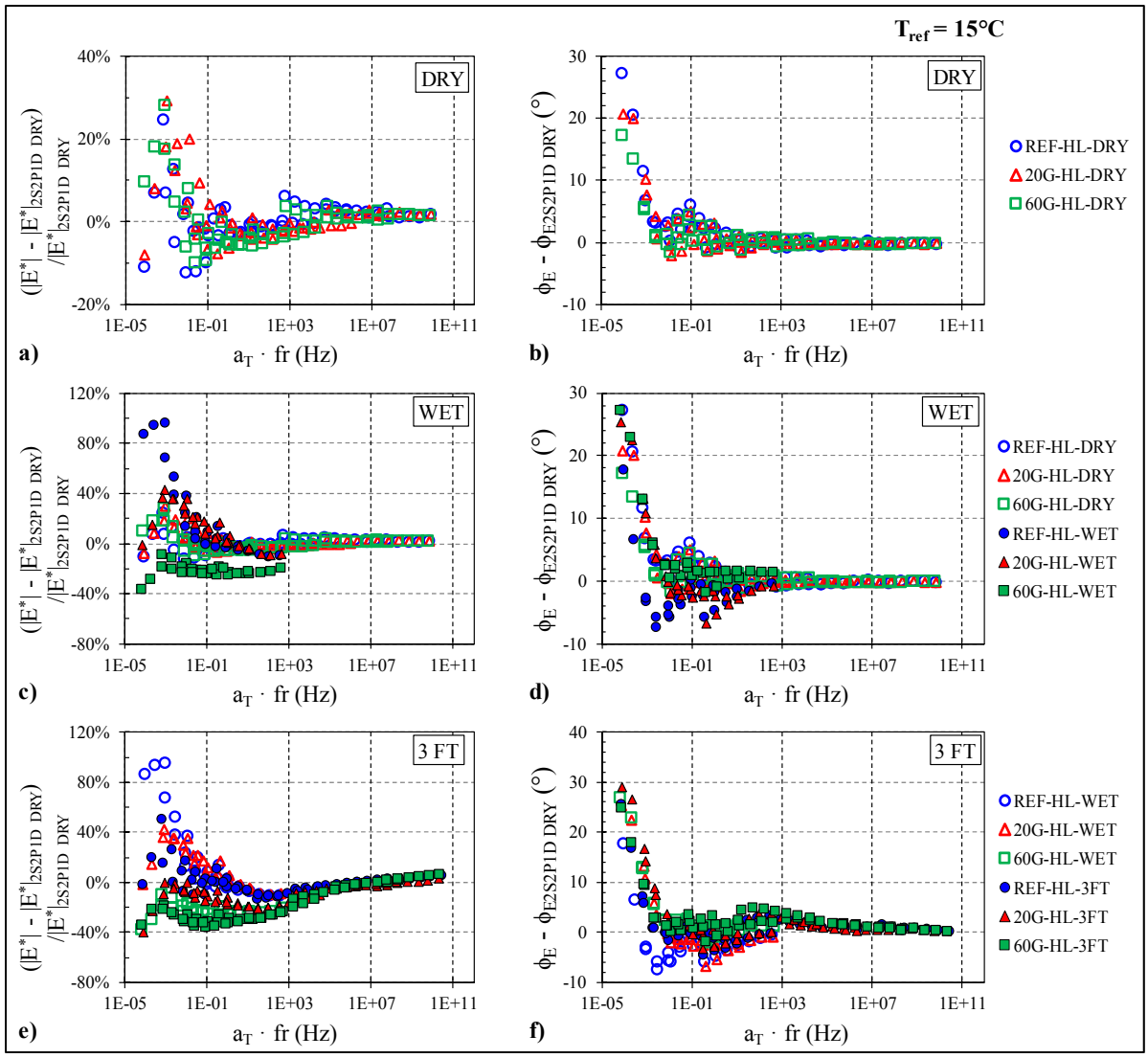


Figure 8.12 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec chaux hydratée (HL) et bitume PG58-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche, b) angle de phase (ϕ_E) en condition sèche, c) |E*| en condition humide vs sec, d) ϕ_E en condition humide vs sec, e) |E*| en condition humide vs 3 FT, f) ϕ_E en condition humide vs 3 FT

8.3 Sommaire des différences de comportement entre les bitumes PG70-28 et PG58-28

Dans cette thèse, deux séries d'EB confectionnées avec des bitumes différents ont été testées. Les dosages en verre étudiés étaient de 0 %, 20 % et 60 % et le dosage en chaux hydratée de 2 %. L'objectif était de vérifier s'il y a des différences au niveau du potentiel d'endommagement entre des EB confectionnées avec un bitume pur (PG58-28) et un bitume modifié aux polymères (PG70-28).

À la Figure 8.13, les nuages de points DRY et WET (comparaison des résultats expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D) des EB référence (REF), 20 % verre (20G) et 60 % verre (60G) avec les bitumes PG58-28 et PG70-28 sont présentés. Pour les EB REF, on remarque un écart significatif entre les nuages de point DRY et WET pour le bitume PG58-28 (Figure 8.13a). Dans ce cas, il s'agit d'une augmentation de la norme d'E*. On observe aussi une réduction des angles de déphasage pour le bitume PG58-28 (Figure 8.13b). Pour le bitume PG70-28, les nuages de point DRY et WET sont similaires. Concernant les EB 20G, il n'y a pas d'écarts observables entre les nuages de point DRY et WET pour les deux bitumes (Figure 8.13c), mais on remarque une réduction des angles de déphasage pour le bitume PG58-28 (Figure 8.13d). Pour les EB 60G, on remarque un écart entre les nuages de point DRY et WET pour les deux bitumes, ce qui exprime une réduction de la norme d'E* (Figure 8.13e).

À la Figure 8.14, les nuages de point WET et 3 FT des EB REF, 20G et 60G avec les bitumes PG58-28 et PG70-28 sont présentés. Pour les EB REF, on remarque très peu de différence entre les nuages de point WET et 3 FT pour le bitume PG70-28 contrairement au bitume PG58-28 ou l'écart entre les nuages de point WET et 3 FT est notables (Figure 8.14a). Dans le cas du bitume PG58-28, il y a une réduction de la norme d'E* suite au FT. Pour les EB 20G, on observe un écart entre les nuages de point WET et 3 FT pour les deux types de bitume, ce qui exprime une réduction de la norme d'E* (Figure 8.14c). Finalement pour les EB 60G, l'écart entre le nuage de point WET et 3 FT est plus marqué pour le bitume PG70-28 que pour le bitume PG58-28 (Figure 8.14e). Par contre, le niveau de réduction de la norme d'E* (valeur

des différences sur l'axe des Y) est similaire pour les deux EB en condition 3 FT, ce qui suggère un endommagement équivalent.

En conclusion, les principales différences de comportement observées entre le bitume PG58-28 et le bitume PG70-28 sont les suivantes :

- l'effet du conditionnement WET est plus marqué pour les EB avec bitume PG58-28. Pour l'EB REF, on observe une augmentation de la norme d'E* et une réduction des angles de déphasage (PG58-28). Pour l'EB 20G, il y a réduction des angles de déphasage (PG58-28) et pour 60G, il y a réduction de la norme d'E* (PG58-28 & PG70-28);
- l'effet des cycles de FT dépend du type d'EB considéré. Pour les EB REF, l'effet des FT engendre une réduction de la norme d'E* pour le bitume PG58-28, mais a très peu d'effet sur le bitume PG70-28. Pour les EB 20G et 60G, l'effet des FT s'exprime par une réduction de la norme d'E* pour les deux types de bitumes.

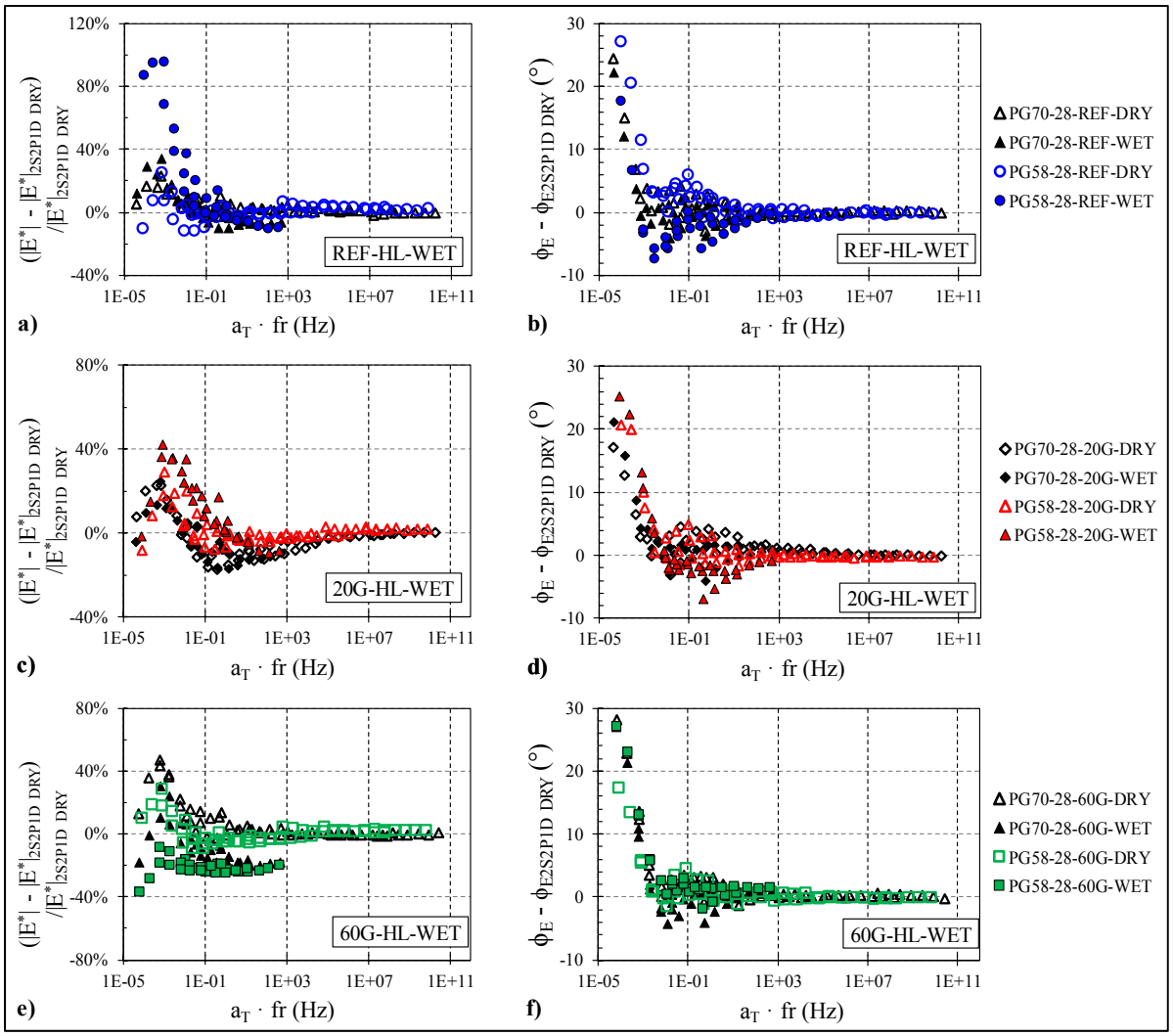


Figure 8.13 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec bitume PG70-28 comparé avec les enrobés avec bitume PG58-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition sèche (DRY) vs humide (WET) pour les enrobés de référence, b) angle de phase (ϕ_E) en condition DRY vs WET pour les enrobés de référence, c) |E*| en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 20 % verre, d) ϕ_E en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 20 % verre, e) |E*| en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 60 % verre, f) ϕ_E en condition DRY vs WET pour les enrobés avec 60 % verre

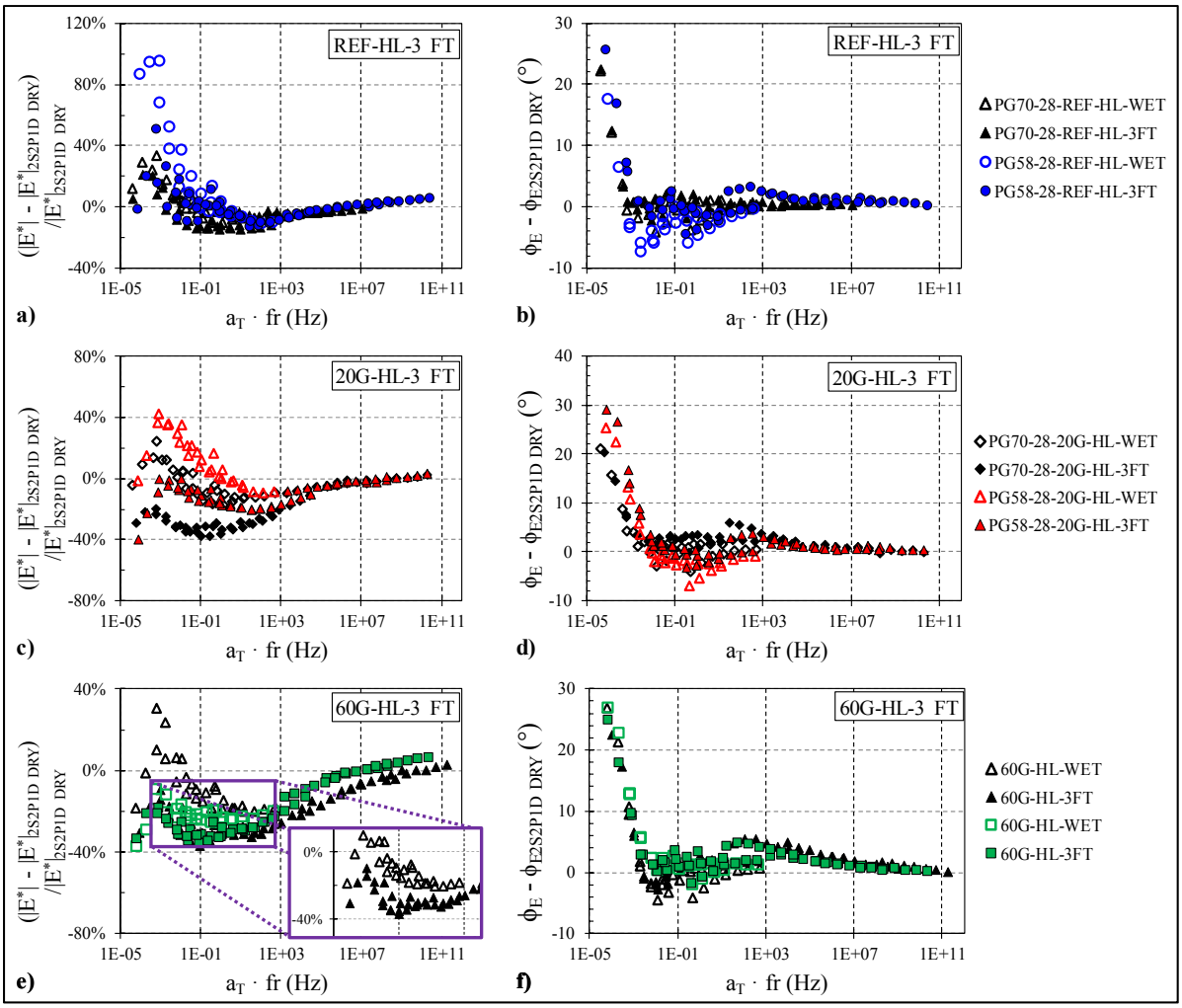


Figure 8.14 Différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées du modèle 2S2P1D calibré en condition sèche pour les enrobés avec bitume PG70-28 comparé avec les enrobés avec bitume PG58-28 : a) norme du module complexe |E*| en condition humide (WET) vs 3 cycles de gel-dégel (3 FT) pour les enrobés de référence, b) angle de phase (ϕ_E) en condition WET vs 3 FT pour les enrobés de référence, c) |E*| en condition WET vs 3 FT pour les enrobés avec 20 % verre, d) ϕ_E en condition WET vs 3 FTpour les enrobés avec 20 % verre, e) |E*| en condition WET vs 3 FTpour les enrobés avec 60 % verre, f) ϕ_E en condition WET vs 3 FTpour les enrobés avec 60 % verre

CONCLUSION

Le programme expérimental de cette thèse était divisé en deux volets. Plus spécifiquement, le premier volet avait pour objectif de vérifier l'impact du type de bitume et du type de granulat sur l'adhérence bitume-granulat. Cela s'est fait par la mesure de la force nécessaire à l'arrachement d'un plot collé avec du bitume sur un substrat donné. Cet essai d'arrachement a permis de quantifier la force d'adhérence entre le bitume et le substrat. Six bitumes (bitumes purs PG58-28 et PG64-22, bitumes modifiés aux polymères PG70-28 et PG76-28) et deux substrats (verre et calcaire) ont testé en condition sèche et en condition humide après trempage dans l'eau chaude (60°C) durant 7 jours. Dans le deuxième volet, la mesure des propriétés viscoélastiques linéaires (VEL) s'est faite selon différents conditionnements afin d'apprécier la sensibilité à l'eau d'éprouvettes d'enrobés. La mesure des propriétés VEL s'est faite sur éprouvettes cylindriques au moyen de l'essai de module complexe (E*). Les éprouvettes ont été testées en condition sèche (propriétés VEL initiales), en condition humide après trempage dans l'eau chaude (60°C) durant 14 jours et après cycles de gel-dégel. Trois dosages en verre (0, 20% et 60 %), deux dosages en chaux hydratée (0 et 2 %) et deux bitumes (bitume pur PG58-28 et bitume modifié aux polymères PG70-28) ont été utilisés pour confectionner les éprouvettes (total de 9 éprouvettes). L'enrobé étudié était de type ESG-10, couramment utilisé en couche de roulement au Québec.

La réalisation des essais d'arrachement a révélé qu'en condition sèche, la rupture se situait dans le film de bitume, soit une rupture de type cohésive. De plus, les résultats ont montré que la résistance à l'arrachement en condition sèche ne dépend pas du type de substrat, mais plutôt du type de bitume utilisé. Après conditionnement humide, une augmentation de la force d'arrachement a été observée pour les bitumes pur (PG58-28 et PG64-22) combinés avec le substrat de verre. L'hypothèse soulevée est que les bitumes purs ont subi du vieillissement (oxydation) suite au conditionnement humide. La rigidité de ces bitumes se retrouve donc augmentée. En ce qui concerne les bitumes modifiés aux polymères (PG70-28 et PG76-28) testés sur substrats de verre, l'effet du conditionnement humide n'est pas significatif sur la résistance d'arrachement. Pour le substrat de calcaire, l'effet du conditionnement humide est

significatif seulement pour un type de bitume (PG58-28) et se traduit aussi par une augmentation de la force d'arrachement. Au final, les essais ont permis de conclure qu'il convient d'utiliser des bitumes modifiés aux polymères lorsque des granulats de verre sont utilisés. Les combinaisons bitume polymères-verre sont moins sensible au vieillissement (oxydation) que les combinaisons bitume pur-verre.

En ce qui concerne les essais de module complexe (E*) sur enrobés, plusieurs conclusions peuvent être tirées de l'analyse des résultats. La normalisation des résultats expérimentaux d'E* s'est faite afin de comparer les propriétés VEL dans les plans Cole-Cole et les diagrammes de Black. On remarque qu'en condition sèche, les trois enrobés testés avec bitume PG58-28, soit un enrobé de référence et deux enrobés avec verre (20 % et 60 %) ont des propriétés VEL similaires. Or, pour les enrobés avec bitume PG70-28, les enrobés avec 60 % de verre ont des propriétés VEL différentes de l'enrobé de référence et celui avec 20 % de verre. Après exposition aux cycles de gel-dégel, on remarque une discontinuité dans le plan Cole-Cole entre les résultats d'E* normalisés pour les températures positives et les températures négatives. Cette discontinuité est associée à la présence de glace dans les vides de l'enrobé lorsque testé pour des températures négatives. L'effet de la glace se traduit par une augmentation de la rigidité de l'enrobé pour les températures négatives. Cette discontinuité est d'autant plus significative pour les enrobés sans chaux hydratée.

Pour les enrobés avec bitume PG70-28, le principe de superposition temps-température (PSTT) n'a pas été validé puisque les résultats d'E* ne suivent pas une courbe unique dans le diagramme de Black. Ainsi, les courbes maîtresses ont été tracées pour la norme du E* considérant le PSTT partiel. À titre indicatif, le PSTT a été vérifié pour les enrobés avec bitume pur. On remarque pour certains des enrobés testés après exposition aux cycles de gel-dégel qu'il y a une discontinuité au niveau de l'évolution des facteurs de translation expérimentaux (a_{TE}) entre les températures positives et les températures négatives. Cette discontinuité est associée à la présence de glace dans les vides de l'enrobé pour les températures négatives et est d'autant plus significative pour les enrobés sans chaux hydratée. Le calcul des ratios des a_{TE} après conditionnement vis-à-vis les a_{TE} obtenu par la fonction WLF en condition sèche a

été réalisé. Cela a permis de constater que l'effet des cycles de gel-dégel est plus marqué sur les propriétés VEL des enrobés sans chaux hydratée que pour les enrobés avec chaux hydratée. On conclut alors que la chaux hydratée améliore la résistance à la dégradation due aux cycles de gel-dégel.

Pour les enrobés avec bitume PG70-28, les courbes maîtresses de la norme d'E* ont pu être superposées en condition sèche en considérant des températures de référence différentes pour chacun des enrobés. Les températures de référence obtenues pour les enrobés avec 60 % de verre sont inférieures aux autres enrobés (référence REF et 20 % de verre 20G). On conclut alors qu'en condition sèche les enrobés avec 60 % de verre sont moins rigides que les REF et 20G. La superposition des courbes maîtresses s'est aussi faite en condition humide. Dans ce cas, la température de référence obtenue suite à la superposition des courbes maîtresses de l'enrobé avec 20 % de verre (sans chaux hydratée) est plus basse que tous les autres enrobés. De plus, l'éprouvette de l'enrobé avec 60 % de verre (sans chaux hydratée) a brisé suite au conditionnement humide. Ainsi, on conclut que la chaux hydratée améliore la résistance au conditionnement humide, l'effet est encore plus marqué pour les enrobés avec granulats de verre.

La modélisation des résultats expérimentaux de E* a été réalisé avec le modèle 2S2P1D avec une très bonne approximation, et ce, pour tous les enrobés étudiés en condition sèche. La modélisation en condition humide et après cycles de gel-dégel n'a pas pu être réalisée. La procédure de comparaison entre les résultats expérimentaux et les valeurs simulées 2S2P1D s'est avérée très efficace pour évaluer l'effet du conditionnement sur les propriétés VEL des enrobés. Cette procédure a aussi permis de comparer les propriétés VEL des différents enrobés entre elles. Dans un premier temps, la comparaison des propriétés VEL de l'enrobé de référence avec l'enrobé 20 % de verre (bitume PG70-28, 2 % chaux hydratée dans les deux cas) a permis de constater que l'enrobé avec 20 % verre s'est endommagé plus rapidement que l'enrobé de référence. Le niveau d'endommagement après 3 cycles de gel-dégel de l'enrobé avec 20 % de verre était plus élevé que l'enrobé de référence. Or, après 10 cycles de gel-dégel, le niveau d'endommagement des deux enrobés était équivalent. Par la suite, la procédure de

comparaison des résultats d'E* expérimentaux avec les valeurs simulées 2S2P1D a permis d'apprécier l'effet de la chaux sur les propriétés VEL des enrobés. Cela s'est fait sur les enrobés avec bitume PG70-28 ou deux séries d'éprouvettes ont été confectionnées (0 % vs 2 % chaux hydratée). En condition sèche, il n'y a pas eu d'effet observable associé à la présence de chaux dans l'enrobé. Or, en condition humide les différences étaient très significatives. Pour le dosage de 60 % en verre, l'utilisation de chaux hydratée s'est avérée nécessaire afin de résister au conditionnement humide. Pour les enrobés de référence et avec 20 % verre (sans chaux hydratée), l'effet du conditionnement humide se traduit par une réduction importante de la norme du E*. Après exposition aux cycles de gel-dégel, la réduction de la norme d'E* s'accentue et l'on observe aussi un changement des angles de phase pour les enrobés sans chaux hydratée. Ces observations permettent de renforcer l'argumentaire qui indique que la chaux hydratée améliore la résistance au conditionnement humide et à l'exposition aux cycles de gel-dégel.

Les propriétés VEL des enrobés avec bitume PG58-28 et PG70-28 ont aussi été comparées afin d'apprécier l'effet du type de bitume vis-à-vis les conditionnements imposés. Dans les deux cas, les séries d'éprouvettes (référence, 20 % verre et 60 % verre) avaient 2 % de chaux hydratée. Au final, on remarque que l'effet du conditionnement humide est plus marqué pour les enrobés avec bitume PG58-28 que les enrobés avec bitume PG70-28. Concernant l'effet des cycles de gel-dégel, il n'y a pas de différences marquées entre les deux types de bitume.

Finalement, suite à la série d'essais d'E* en condition humide et après cycles de gel-dégel, une éprouvette (enrobé 20 % verre, sans chaux hydratée, PG70-28) a été séchée à l'air (25°C) avant d'être soumise à un essai de E* supplémentaire. Le séchage a permis de retirer toute l'eau présente dans les vides de l'éprouvette. L'objectif était d'évaluer l'effet du séchage (retrait de l'eau) sur les propriétés VEL de l'enrobé. Après séchage, les propriétés VEL de l'enrobé se rapprochent des propriétés VEL initiales. Il y a un endommagement permanent qui s'exprime par une augmentation ou une réduction de la norme de E* en comparaison avec la norme du E* en condition initiale, et ce, dépendamment de la fréquence équivalente considérée. On

remarque aussi qu'après séchage il y a réduction des angles de déphasage en comparaison avec les angles de déphasage en condition initiale.

RECOMMANDATIONS

Basé sur les résultats de cette recherche, les recommandations suivantes sont proposées par rapport aux travaux futurs :

1) L'une des hypothèses suite aux essais d'arrachement est la suivante : les bitumes purs ont subi du vieillissement (oxydation) suite au conditionnement humide. À cet effet, dans les travaux futurs il serait intéressant lors de la réalisation d'essais d'arrachement de suivre la variation de la composition chimique du bitume suite au processus de conditionnement.
2) Pour les travaux futurs il est recommandé de suivre l'évolution des propriétés volumétriques des éprouvettes d'enrobés suivant différents conditionnements. Il serait ainsi possible de quantifier le changement de volume dû notamment à l'expansion de la glace.
3) Il a été montré dans cette thèse que l'utilisation de chaux hydratée comme additif d'adhésivité est très efficace pour lutter contre les effets négatifs du trempage et des cycles de gel-dégel spécialement pour les enrobés avec granulats de verre. Or, l'utilisation de chaux hydratée dans les enrobés apporte des défis au niveau opérationnels (gestion des stocks de chaux, incorporation dans le processus de fabrication en centrale d'enrobage, etc.). Ainsi, le potentiel de remplacement de la chaux hydratée par un bitume à haute résistance au désenrobage (bitume HRD) devrait être étudié et ce, selon les procédures d'essais développé dans cette thèse (essai d'arrachement, essais de module complexe suivant différents conditionnements). Notamment, il serait important de voir si l'effet d'un bitume HRD au niveau de la résistance aux cycles de gel-dégel est aussi marqué que l'effet de la chaux hydratée par le biais d'essais de module complexe.
4) Il a été montré dans cette thèse que les performances d'un enrobé avec 20% de verre et 2 % de chaux hydratée sont équivalentes à celles d'un enrobé conventionnel. Ainsi, pour la suite des travaux il est recommandé d'évaluer les performances suivantes de l'enrobé avec 20% de verre : résistance au retrait thermique empêché (TSRST), résistance à la fissuration par fatigue.

5) Dans une optique où l'enrobé avec 60% de granulats de verre pourrait être utilisés pour des applications particulières (pistes cyclables, voie de circulation à faible trafic), il serait important dans un premier temps de valider les performances suivantes : aptitude au compactage et résistance à l'orniérage.

ANNEXE I

CARACTÉRISTIQUES DE FORMULATION ET DISTRIBUTION GRANULOMÉTRIQUE DES ENROBÉS ET DES GRANULATS DE VERRE UTILISÉS

Tableau-A I-1 Distribution granulométrique et proportions des classes granulaires des enrobés étudiés

Enrobé		**REF**	**REF-HL**	**20G**	**20-HL**	**60G**	**60G-HL**
Dosage en verre (% volumique)		0	0	20	20	60	60
Dosage en chaux hydratée (% massique masse totale granulat)		0	2	0	2	0	2
Tamisat (%)	14 mm	100	100	100	100	100	100
	10 mm	96	96	96	96	96	96
	5 mm	62	62	61	62	62	62
	2.5 mm	41	41	43	45	40	40
	1.25 mm	29	29	28	30	28	28
	0.630 mm	22	22	22	24	21	21
	0.315 mm	13	13	12	14	9	11
	0.160 mm	8	8	9	10	6	8
	0.080 mm	4.9	5.1	4.1	5.8	4.0	4.1
Proportions des classes granulaires (%)	Pierre 5-10	39	39.0	40.6	39.7	42.8	42.8
	Pierre 0-5	35.6	35.5	32.2	31.5	0	0
	Pierre 0-5 non lavé	14.8	14.7	8.7	8.4	0	0
	Sable 0-1.25	8.9	8.8	0	0	0	0
	Filler calcaire	1.7	0	0	0	0	0
	Chaux hydratée	0	2.0	0	2.0	0	2.0
	Verre 4-8	0	0	0	0	30.5	30.4
	Verre 10-16	0	0	5.5	5.5	0	0
	Verre 16-30	0	0	0	0	6.6	6.6
	Verre 30-80	0	0	6.5	6.5	7.8	10.2
	Verre 80-200	0	0	6.5	6.5	12.3	8.0

Tableau-A I-2 Caractéristiques de formulations des enrobés étudié

Enrobé	**REF**	**REF-HL**	**20G**	**20-HL**	**60G**	**60G-HL**
% bitume d'ajout par rapport à la masse totale	5.4	5.4	5.3	5.3	5.2	5.2
% bitume absorbé	0.62	0.56	0.39	0.33	0.16	0.13
V_{be} (%)	12.2					
d_{gb} combiné	2.742	2.730	2.706	2.694	2.606	2.600
d_{mm}	2.549	2.536	2.511	2.498	2.421	2.413

Tableau-A I-3 Granulométrie des grades de verre utilisés

		Verre 4-8	**Verre 10-16**	**Verre 16-30**	**Verre 30-80**	**Verre 80-200**
Tamisat (%)	5 mm	100	100	100	100	100
	2.5 mm	40	100	100	100	100
	1.25 mm	1	6	97	100	100
	0.630 mm	0	0	4	98	100
	0.315 mm	0	0	0	16	86
	0.160 mm	0	0	0	0	71
	0.080 mm	0	0	0	0	25

ANNEXE II

REPRÉSENTATION GRAPHIQUE DES RÉSULTATS DES ESSAIS DE MODULE COMPLEXE ET PARAMÈTRES DE MODÉLISATION 2S2P1D

ENROBÉ DE RÉFÉRENCE, BITUME PG58-28, 2 % DE CHAUX HYDRATÉE

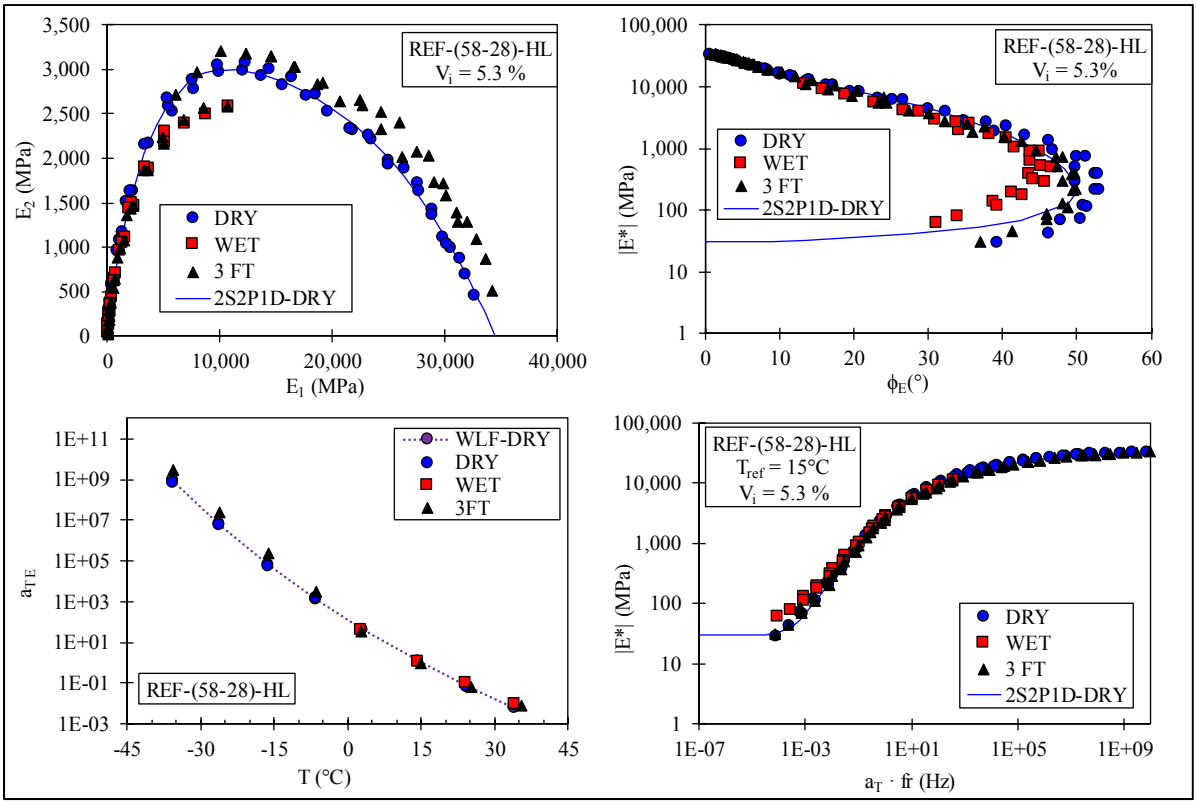


Figure-A II-1 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé de référence, bitume PG58-28 et 2 % de chaux hydratée

Tableau-A II-1 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé de référence, bitume PG58-28 et 2 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.3	30	34,500	0.18	0.56	2.3	150	23.8	185.1	0.0034
WET	N/D	N/A								0.0050
3 FT										0.0049

ENROBÉ AVEC 20 % DE GRANULATS DE VERRE, BITUME PG58-28, 2 % DE CHAUX HYDRATÉE

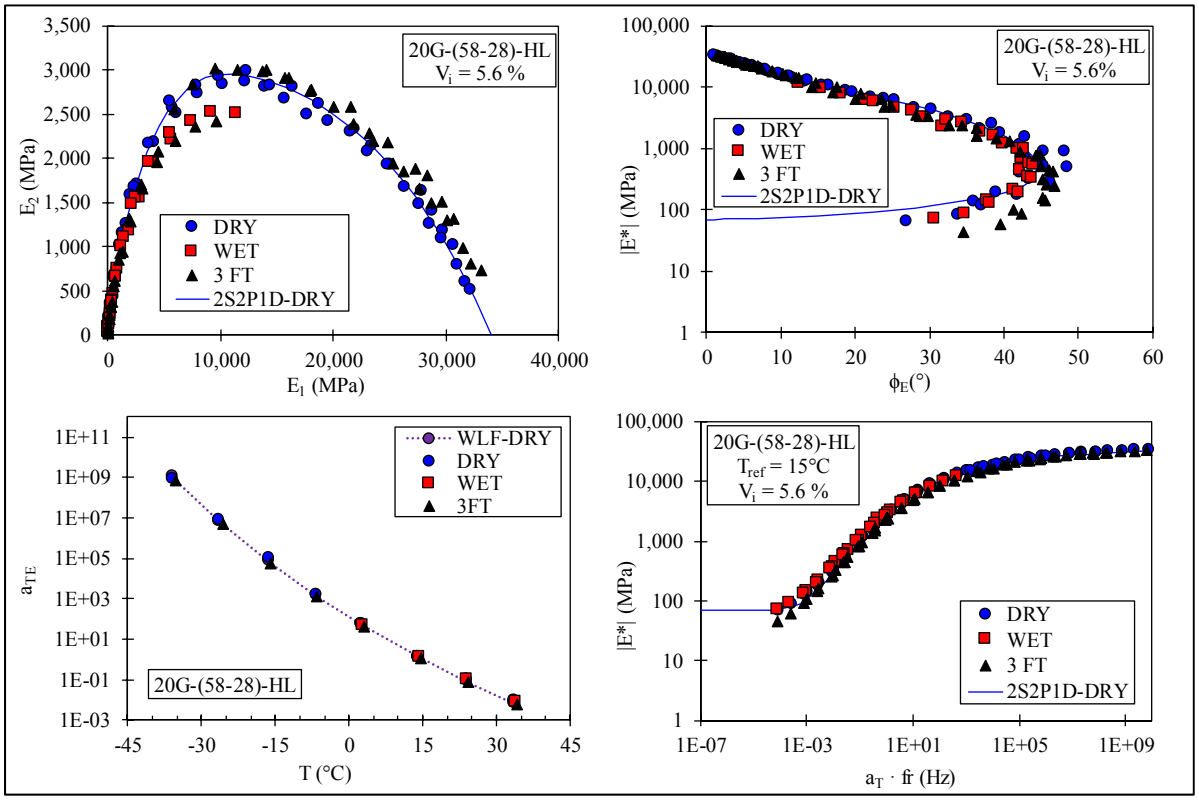


Figure-A II-2 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé avec 20 % de granulats de verre, bitume PG58-28 et 2 % de chaux hydratée

Tableau-A II-2 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé avec 20 % de granulats de verre, bitume PG58-28 et 2 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.6	70	34,000	0.18	0.56	2.3	150	23.8	185.1	0.0036
WET	N/D	N/A								0.0067
3 FT										0.0044

ENROBÉ AVEC 60 % DE GRANULATS DE VERRE, BITUME PG58-28, 2 % DE CHAUX HYDRATÉE

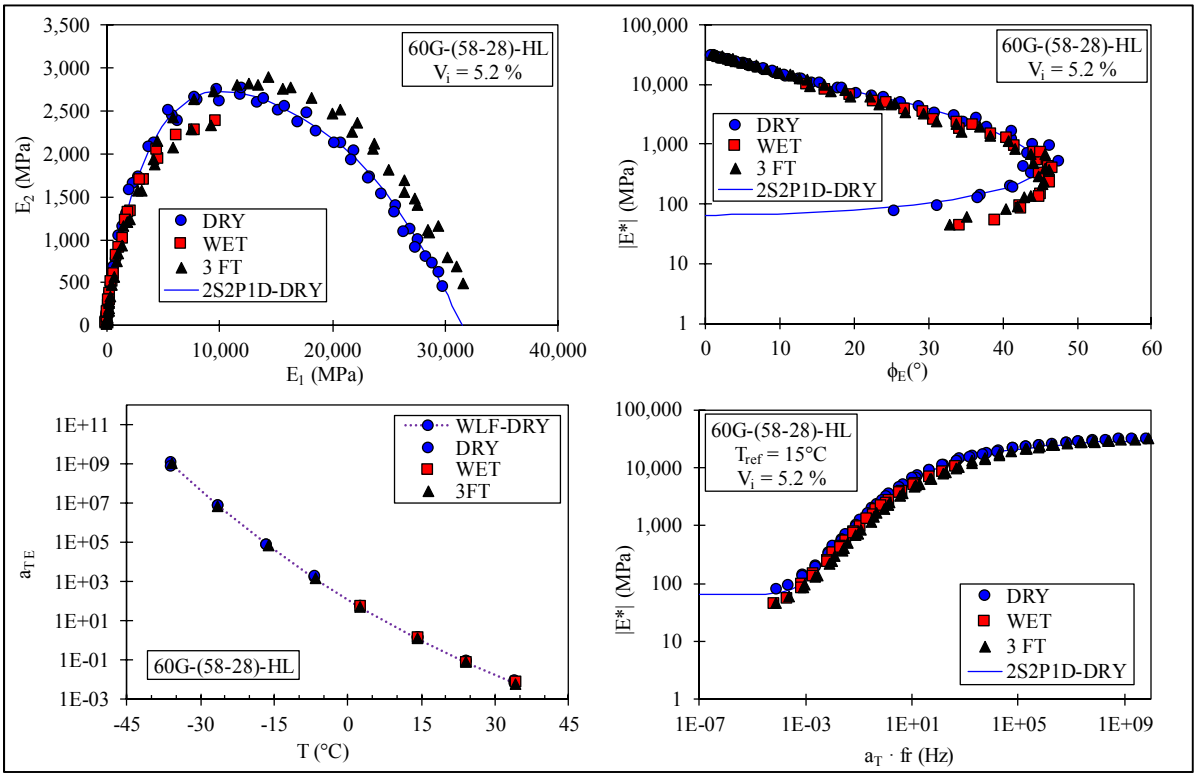


Figure-A II-3 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé avec 60 % de granulats de verre, bitume PG58-28 et 2 % de chaux hydratée

Tableau-A II-3 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé avec 60 % de granulats de verre, bitume PG58-28 et 2 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.2	65	31,500	0.18	0.56	2.3	150	23.8	185.1	0.0060
WET	N/D	N/A								0.0043
3 FT										0.0032

ENROBÉ RÉFÉRENCE, BITUME PG70-28, 0 % DE CHAUX HYDRATÉE

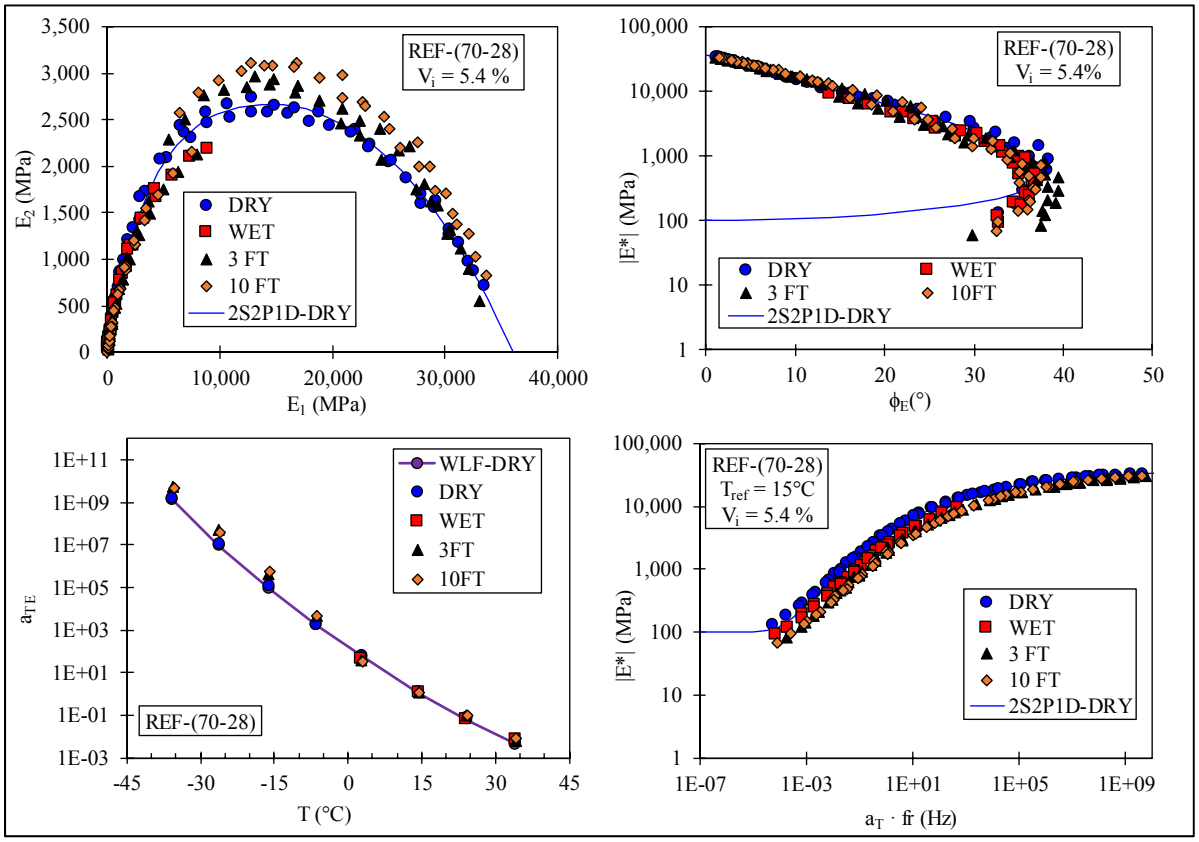


Figure-A II-4 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé de référence, bitume PG70-28 et 0 % de chaux hydratée

Tableau-A II-4 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé de référence, bitume PG70-28 et 0 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.4	100	36,000	0.17	0.49	2.8	500	27.7	204.7	0.0068
WET	N/D	N/A								0.0029
3 FT										0.0016
10 FT										0.0012

ENROBÉ RÉFÉRENCE, BITUME PG70-28. 2 % CHAUX HYDRATÉE

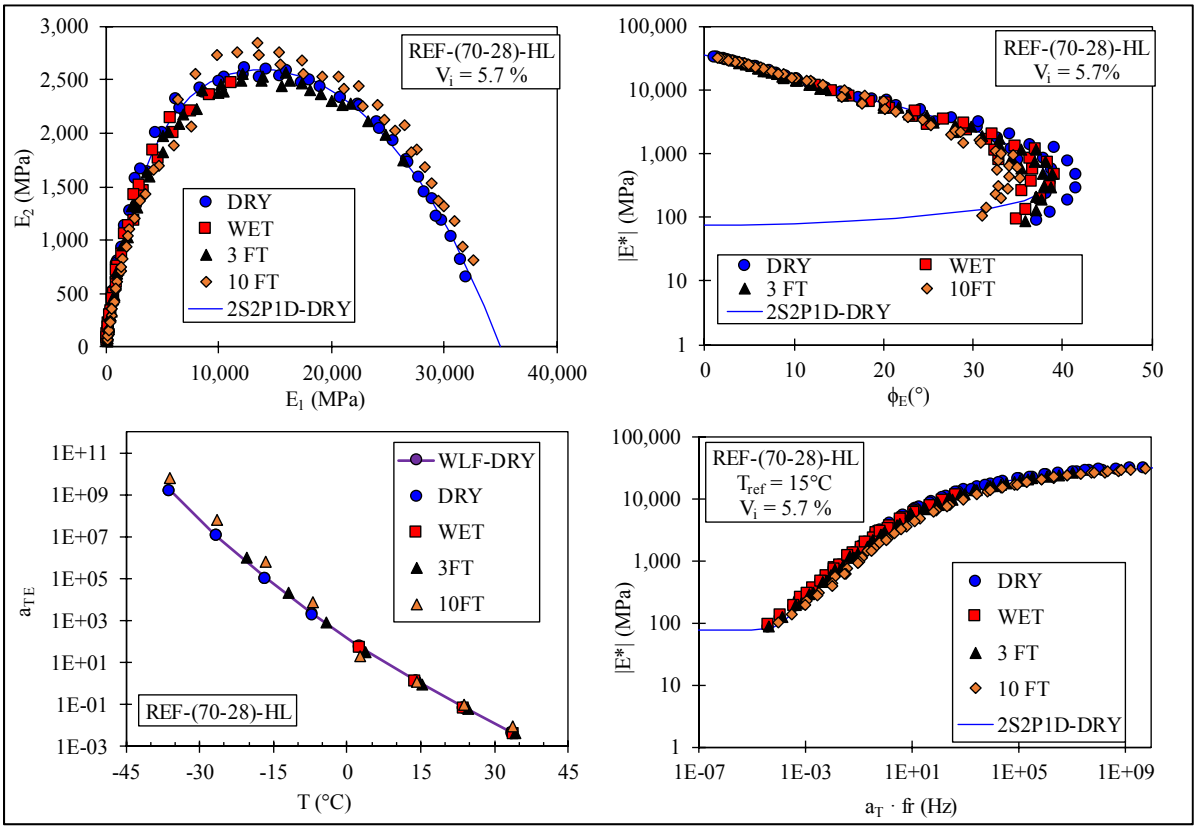


Figure-A II-5 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé de référence, bitume PG70-28 et 2 % de chaux hydratée

Tableau-A II-5 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé de référence, bitume PG70-28 et 2 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.7	75	35,000	0.17	0.49	2.8	500	27.7	204.7	0.0060
WET	N/D	N/A								0.0059
3 FT										0.0044
10 FT										0.0014

ENROBÉ AVEC 20 % DE GRANULATS DE VERRE, BITUME PG70-28, 0 % DE CHAUX HYDRATÉE

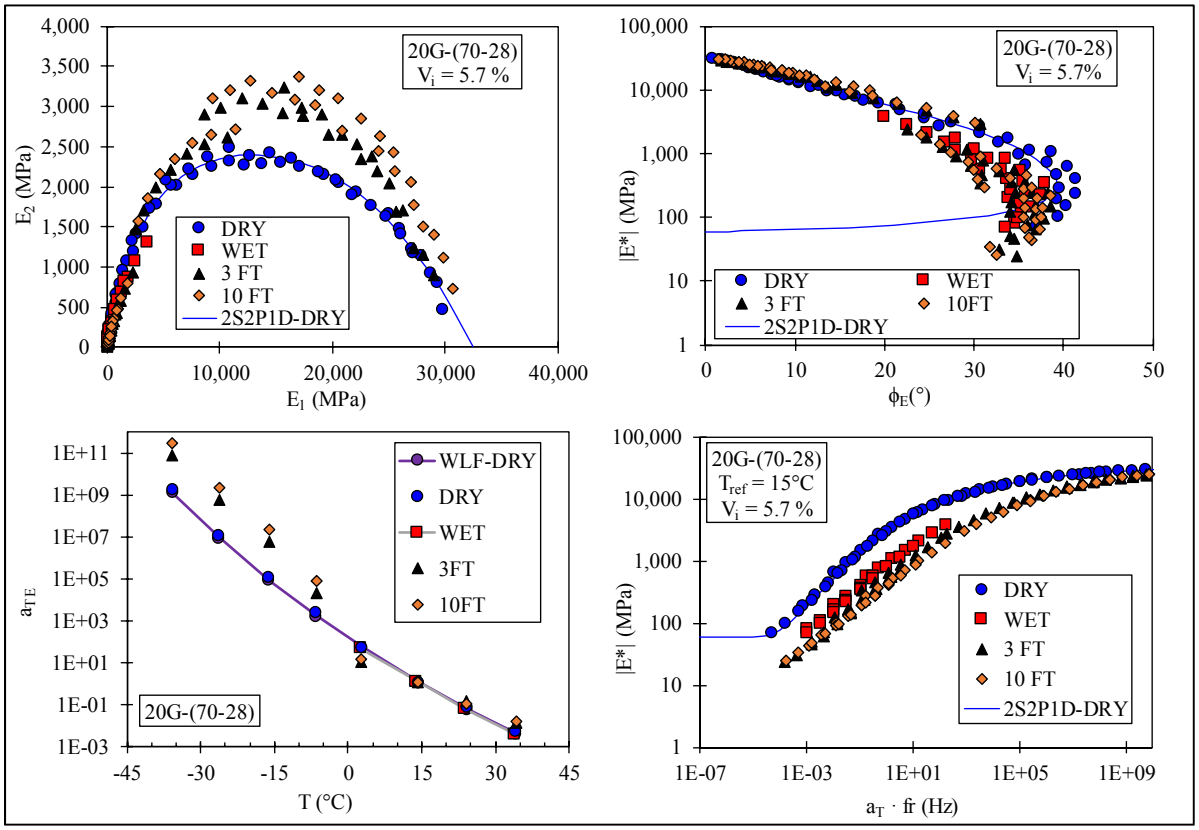


Figure-A II-6 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé avec 20 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 0 % de chaux hydratée

Tableau-A II-6 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé avec 20 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 0 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.7	60	32,500	0.17	0.49	2.8	500	27.7	204.7	0.0052
WET	N/D	N/A								0.0004
3 FT										0.0003
10 FT										0.0001

ENROBÉ AVEC 20 % DE GRANULATS DE VERRE, BITUME PG70-28, 2 % DE CHAUX HYDRATÉE

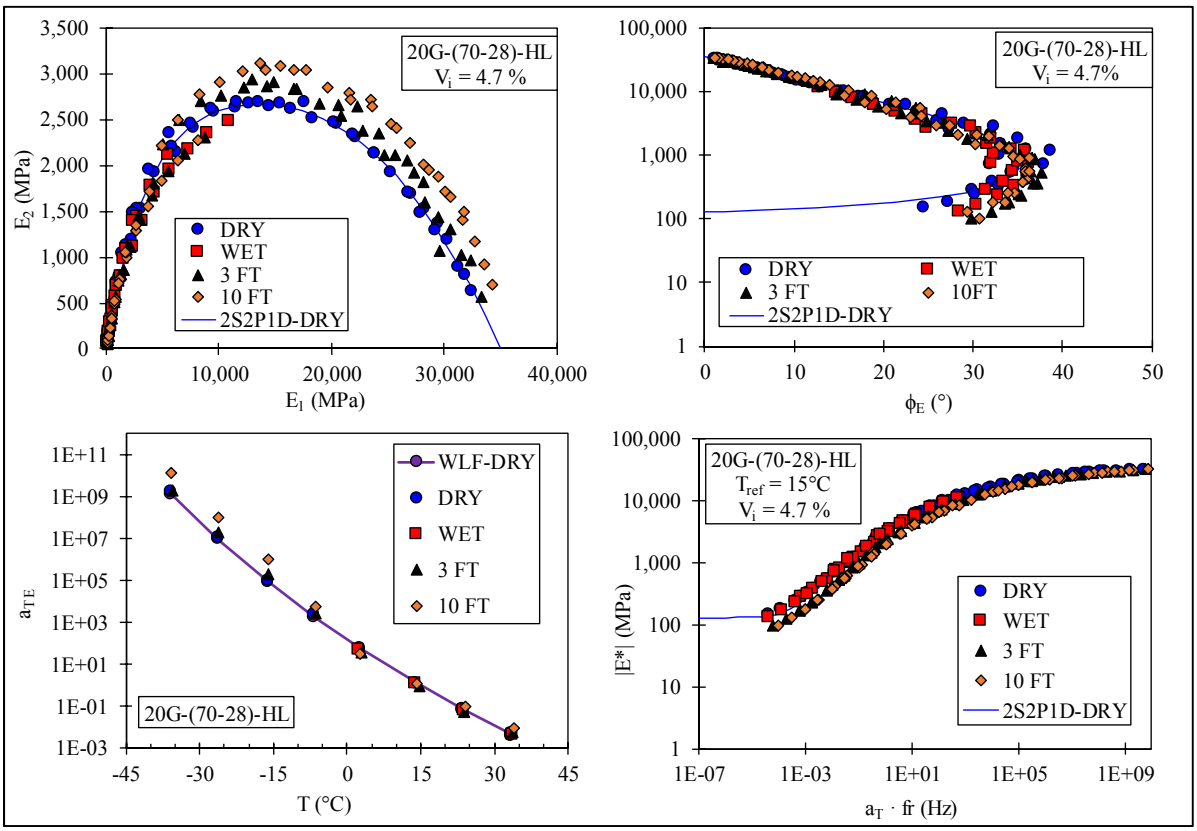


Figure-A II-7 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé avec 20 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 2 % de chaux hydratée

Tableau-A II-7 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé avec 20 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 2 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	4.7	130	35,000	0.17	0.49	2.8	500	27.7	204.7	0.0058
WET	N/D	N/A								0.0057
3 FT										0.0024
10 FT										0.0014

ENROBÉ AVEC 60 % DE GRANULATS DE VERRE, BITUME PG70-28, 0 % DE CHAUX HYDRATÉE

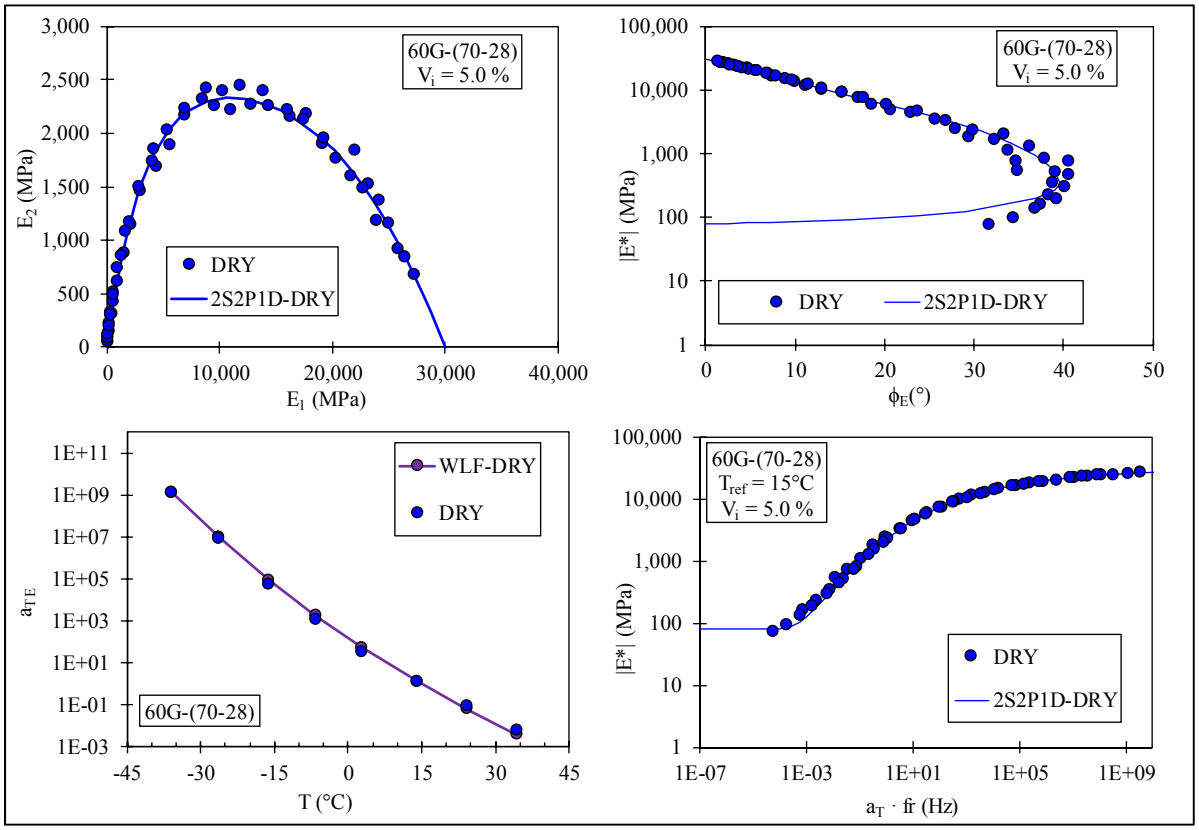


Figure-A II-8 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé avec 60 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 0 % de chaux hydratée

Tableau-A II-8 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé avec 60 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 0 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	5.0	80	30,000	0.17	0.49	2.5	300	27.7	204.7	0.0024

ENROBÉ AVEC 60 % DE GRANULATS DE VERRE, BITUME PG70-28, 2 % DE CHAUX HYDRATÉE

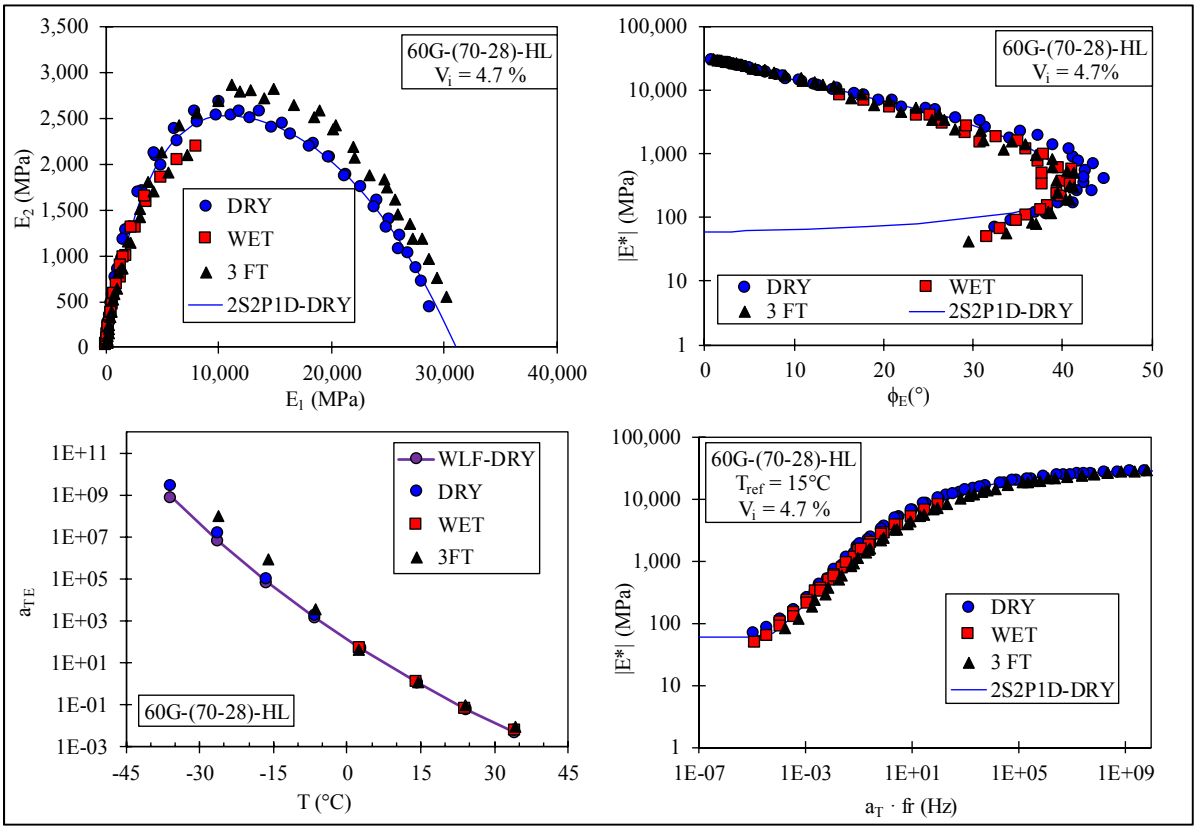


Figure-A II-9 Représentation graphiques des résultats de module complexe pour l'enrobé avec 60 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 2 % de chaux hydratée

Tableau-A II-9 Paramètres 2S2P1D et constantes WLF pour l'enrobé avec 60 % de granulats de verre, bitume PG70-28 et 2 % de chaux hydratée

Essai	Teneur en vides (%)	Paramètres 2S2P1D						Constantes WLF		
		E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2	τ_0
DRY	4.7	60	31,000	0.17	0.49	2.3	300	27.7	204.7	0.0016
WET	N/D	N/A								0.0016
3 FT										0.008

ANNEXE III

RÉSULTATS DES ESSAIS DE CARACTÉRISATION CHIMIQUE SARA ET ÉNERGIES DE SURFACE DES BITUMES

Tableau-A III-10 Composition chimique SARA des bitumes étudiés

Grade	Provenance	Composition chimique (%)			
		Saturés	**Aromatiques**	**Résines**	**Asphaltènes**
PG58-28	Source A	14	53	22	12
PG64-22	Source A	11	56	27	7
PG64-22	Source B	14	56	24	7
PG64-22	Source C	15	57	18	11
PG70-28	Source A	N/D			
PG76-28	Source A	N/D			

Tableau-A III-2 Valeurs des angles de contact obtenus pour les différents bitumes en fonction du liquide utilisé lors de l'essai de tensiomètre à plaque Wilhelmy

Grade	Valeurs de l'angle de contact en fonction du liquide*				
	Eau	**Diiodométhane**	**Glycérol**	**Formamide**	**Éthylène glycol**
PG58-28	105.6	64.1	95.0	88.1	78.5
PG64-22 source A	101.8	63.2	91.2	85.6	74.9
PG64-22 source B	103.8	96.8	92.0	89.6	78.3
PG64-22 source C	105.8	68.1	97.7	91.3	80.4
PG70-28	103.6	79.0	98.6	90.9	80.1
PG76-28	102.4	77.5	97.3	92.0	80.2
*Ces valeurs représentent la moyenne de 3 essais.					

Tableau-A III-3 Valeurs des paramètres d'énergies de surface des différents bitumes calculés à partir des valeurs d'angles de contact

Grade	**Valeurs des paramètres d'énergies de surface**			
	γ^{LW}	γ^{+}	γ^{-}	γ^{total}
PG58-28	26.2	0.0	0.1	26.2
PG64-22 source A	26.7	0.0	0.0	26.7
PG64-22 source B	10.1	2.0	1.6	13.6
PG64-22 source C	23.7	0.0	0.3	23.8
PG70-28	18.0	0.1	1.3	18.8
PG76-28	18.8	0.1	1.5	19.7

ANNEXE IV

LVE PROPERTIES OF ASPHALT MIXTURES WITH GLASS AGGREGATES SUBJECTED TO WATER EXPOSURE AND FREEZE-THAW CYCLES

Éric Lachance-Tremblay[a], Daniel Perraton[b], Michel Vaillancourt[c] and Hervé Di Benedetto[d]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3
[d] Université de Lyon - École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE), LGCB/LTDS (CNRS 5513), Rue Maurice-Audin, 69518 Vaulx-en-Velin, France

Article accepté pour présentation en juin 2018 à la conférence de l'*International Society for Asphalt Pavements* (*ISAP*), Fortaleza, Brésil.

A-IV.1 Abstract

In cold regions such as Canada, asphalt pavements are exposed to water and to numerous freeze-thaw cycles (FT). To evaluate the degradation of materials used in cold regions, we must consider two specific states: 1) high temperatures, 2) low temperatures. To do so, a methodology has been developed at Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux (LCMB) to quantify the degradation of asphalt samples with the variation of the linear viscoelastic properties (LVE) based on complex modulus measurements. In this study, one reference mixture and two mixtures with 20 % glass aggregates were tested. One of the mixture with 20 % glass also contained hydrated lime. For each sample, three complex modulus tests were done in the following sequence: 1) in dry condition first, 2) in wet condition after 14 days curing in a hot water bath at +60°C and, 3) in wet condition after an additional 3 FT cycles. Overall, a variation of the LVE due to hot water conditioning was found for mixture without hydrated lime. For the mixture with glass and hydrated lime, a variation of the LVE was observed mostly after FT cycles.

A-IV.2 Introduction

In Quebec province of Canada, multiple research projects are ongoing to find recycling and/or reusing possibilities for recycled glass. At the *Laboratoire sur les Chaussées et Matériaux Bitumineux* (LCMB) of the École de Technologie Supérieure (ÉTS) located in Montréal, Canada, the idea of using recycled glass as an aggregate in asphalt mixtures is part of many research projects since 2013 (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017; Lachance-Tremblay et al., 2014, 2016a, 2016b; T. Bachand et al., 2016). Main advantage of using recycled glass as an aggregate in asphalt mixtures is that glass absorption values are lower than conventional aggregates. This means the optimal binder content of a mixture may significantly decrease (Lachance-Tremblay et al., 2016a). However, an increase in terms of moisture susceptibility is generally reported when using glass aggregates (Airey et al., 2004; Lachance-Tremblay et al., 2016a; Raschia et al., 2018). Some researches have shown that using an optimal glass aggregate content with hydrated lime increase the mixture stiffness compared to a conventional mixture (Arabani, 2011; Arabani & Kamboozia, 2014; Shafabakhsh & Sajed, 2014). Other research conducted on mastic also showed the stiffening effect of using a glass filler in replacement of a conventional filler (Arabani et al., 2017; Simone et al., 2017). On the other hand, another research showed that glass aggregates had a negligible effect on the mixture stiffness (Airey et al., 2004).

Due to the Quebec province climate, pavements are subjected to severe conditions such as rain showers, melting snow and severe change in temperature which lead to multiple freeze-thaw cycles (Lamothe et al., 2015). In fact, we can consider that pavement structures are exposed to over 40 freeze-thaw cycles per year (Lamothe et al., 2017). Repeated freeze-thaw cycles, especially in presence of water, is considered one of the main sources of pavement degradation in cold regions such as Quebec (El-Hakim & Tighe, 2014).

The objective of this paper was to evaluate the moisture susceptibility and degradation due to freeze-thaw cycles based on the linear viscoelastic properties (LVE) measurements. Three asphalt mixtures were studied, a conventional asphalt mixture (REF) and two asphalt mixtures

with 20 % glass aggregates, one containing hydrated lime (20G and 20G-HL). LVE properties were measured with the complex modulus test.

A-IV.3 Materials and experimental procedure

A-IV.3.1 Materials

Three asphalt mixtures with nominal aggregate maximal size of 10 mm as well as a PG70-28 binder modified with polymers (Table-A IV-1) were fabricated for this study: 1) reference mixture with limestone aggregates (REF), 2) mixture with substituting 20 % glass aggregates (by volume) (20G), 3) mixture with substituting 20 % glass aggregates (by volume) and 2 % hydrated lime (by mass) (20G-HL). Mixtures characteristics are presented in Table-A IV-2. The 20 % glass content was chosen in order to maximize the amount of glass aggregates reused while achieving good mechanical performances, according to a recent study conducted at the LCMB (Lachance-Tremblay et al., 2016a). Various sizes of glass aggregates was used ranging from 0.315 mm to 2.5 mm. Hydrated lime was used because it is known to improve mixture moisture durability.

Table-A IV-1 PG70-28 binder characteristics

Specific gravity	1.022
Viscosity at 135°C/165°C (Pa·s)	1.097/0.312
Ring & Ball temperature (°C)	58.2
Penetration at 25°C	130
Elastic recovery (%) at 10°C(ASTM D6084-13)	75

Table-A IV-2 Mixture characteristics and volumetric properties

Mixture	b (%)[1]	Limestone volume (%)	Glass volume (%)	Voids content (%)[2]
REF	5.4	100	20	5.4
20G	5.3	80	20	5.7
20G-HL	5.3	80	20	5.1
[1]Binder content by mass, [2] For the E* sample				

A-IV.3.2 Testing equipement

For this research, complex modulus of asphalt samples was measured with a servo-hydraulic press with using an environmental chamber for samples thermal conditioning. Samples (ϕ75 x 150mm^3) were submitted to sinusoidal tension-compression loading. Axial stress was measured with a 100kN load cell while the axial strain was measured by three extensometers (50 mm length) placed mid-height at 120° intervals around the sample. Three temperature probes were placed on the sample surface to monitor the temperature.

A-IV.3.3 Testing procedure

Complex modulus tests were performed in strain controlled mode. From axial strain (ε_0) and axial stress (σ_0) given by Equations A IV-1 and A IV-2, the complex Young's modulus is expressed as Equation A IV-3. Here, the complex modulus is characterized by the norm of the modulus ($|E^*|$), which is the stiffness of the material, and the phase angle (ϕ_E), which corresponds to the delay between the strain and the stress under sinusoidal cyclic loading. Axial strain amplitude was maintained to 50µm/m to stay within the linear viscoelastic domain. Depending on the testing condition, testing temperature ranged from -35°C to +35°C by 10°C increments. For each temperature, samples were tested at the following frequencies: 0.01, 0.03, 0.1, 0.3, 1, 3 and 10 Hz.

$$\varepsilon\ (t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \tag{A IV-1}$$

$$\sigma\ (t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \phi_E) \tag{A IV-2}$$

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{j\phi_E} = \left|E^*\right| e^{j\phi_E} \tag{A IV-3}$$

A-IV.3.4 Samples preparation and conditioning

For complex modulus test, the samples were cored (ϕ75 x 150mm^3) from samples compacted with a Superpave Gyratory Compactor (SGC). SGC samples were compacted to a target void content of 5.5 ± 0.5 %. Three complex modulus tests (E*) were performed in sequence on each sample. A summary of the testing for each sample is presented in Table-A IV-3.

Table-A IV-3 Summary of the complex modulus tests performed on REF, 20G and 20G-HL

Test performed on each mixture	E* test series	Test name	Conditioning	Testing temperature (°C)[1]	Testing frequencies (Hz)
	1st	DRY	None	-35 to +35	0.01, 0.03, 0.1, 0.3, 1, 3 & 10
	2nd	WET	14 days in 60°C water bath	+5 to +35	
	3rd	3 FT	14 days in 60°C water bath + 3 freeze-thaw cycles	-35 to +35	

[1] Testing temperature were by 10°C increases

The first E* was done in dry condition to evaluate the initial LVE properties. LVE were measured in the temperature range of -35°C to +35°C. Then, samples were saturated with water (degree of saturation targets between 70 % and 80 %, using a vacuum system) and placed for 14 days in a hot water bath at 60°C. A sand bed was used to limit the creep of the samples. The

second E* test series were done following hot water curing and only for temperature over freezing point (+5°C to +35°C). Following that, the samples were submitted to an additional 3 freeze-thaw cycle under partially saturated condition which consisted of 24 hours at -18°C and 24 hours at 25°C prior being tested for the third E* test series (-35°C to +35°C). For WET and 3 FT testing, the samples were kept in a latex membrane to prevent any water loss during testing.

A-IV.4 Modelling of complex modulus test results for dry samples

The LVE properties of mixture were modelled with 2S2P1D model developed at University of Lyon/ENTPE (Olard & Di Benedetto, 2003). This rheological model widely used to simulate LVE properties of asphalt mixtures (Hervé Di Benedetto et al., 2004; Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017; Lamothe et al., 2017; Q. T. Nguyen et al., 2013; Perraton et al., 2016; Pham et al., 2015). The equation of the model as well as more information can be found in other researches (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017; Lachance-Tremblay et al., 2016a).

In this project, the 2S2P1D model was calibrated for each sample in DRY condition. Then, the ability of the 2S2P1D model to simulate the 1D mixture LVE properties was verified. To do so, an equivalent frequency (f_{eq}) for a given reference temperature (10°C) is calculated for each temperature frequency testing combination. The f_{eq} are calculated with Equation A IV-4 where a_T are the experimental shift factors and f the testing frequency. The a_T are calculated by minimizing the difference between $|E^*_{measured}|$ and $|E^*_{2S2P1D}|$.

$$f_{eq} = f \times a_T(T_i; T_{ref}) \qquad \text{(A IV-4)}$$

For each temperature frequency testing combination, simulated values of the norm of the complex modulus are calculated with 2S2P1D model calibrated in dry state ($|E^*_{2S2P1D_DRY_simulated}|$). Then, the relative difference values between simulated values and experimental values ($|E^*_{experimental}|$) of the complex modulus norms are calculated with

Equation A IV-5. This procedure has been used in others researches and has proven to be very effective to compared E* test results (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017; Perraton et al., 2016).

$$\left(\frac{\left|E^*\right|_{experimental} - \left|E^*\right|_{2S2P1D_DRY_simulated}}{\left|E^*\right|_{2S2P1D_DRY_simulated}}\right) x100 \qquad \text{(A IV-5)}$$

Figure-A IV-1 shows the relation between equivalent frequencies and the relative difference values of experimental results and simulated values, both in DRY condition. For the three samples, relative difference values are quite low (under 20 %), which means that the 2S2P1D model is adequate to simulate the mixtures LVE properties.

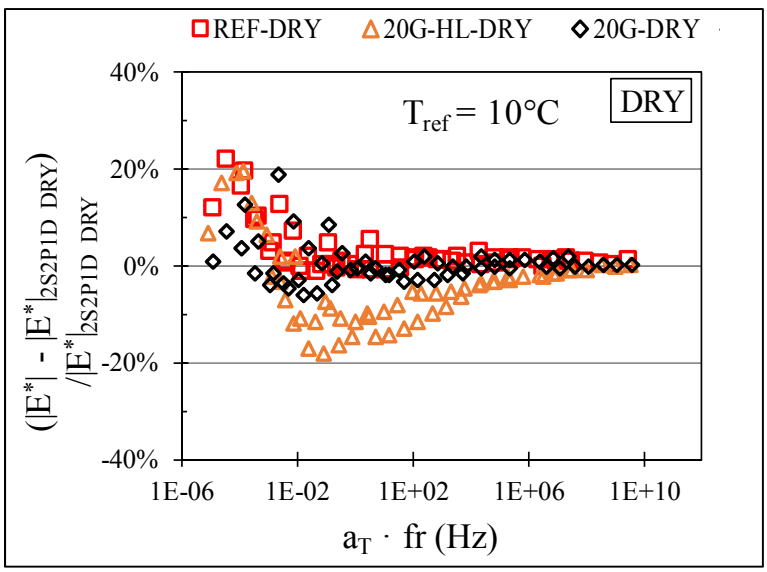


Figure-A IV-1 Relative difference values between norms of the complex modulus (|E*|) test in DRY condition and |E*| simulated values of 2S2P1D calibrated with samples in DRY condition

A-IV.5 Variation of the LVE properties using 2S2P1D simulated values

When comparing E* results from different tests, small differences are observed regarding testing temperature and frequency. This is true even if the same apparatus is used for all tests. For that reason, E* results cannot be directly compared between all tests. WET and 3 FT tests shall be compared with a reference state given by the 2S2P1D model calibrated in DRY condition, which is called 2S2P1D simulated values.

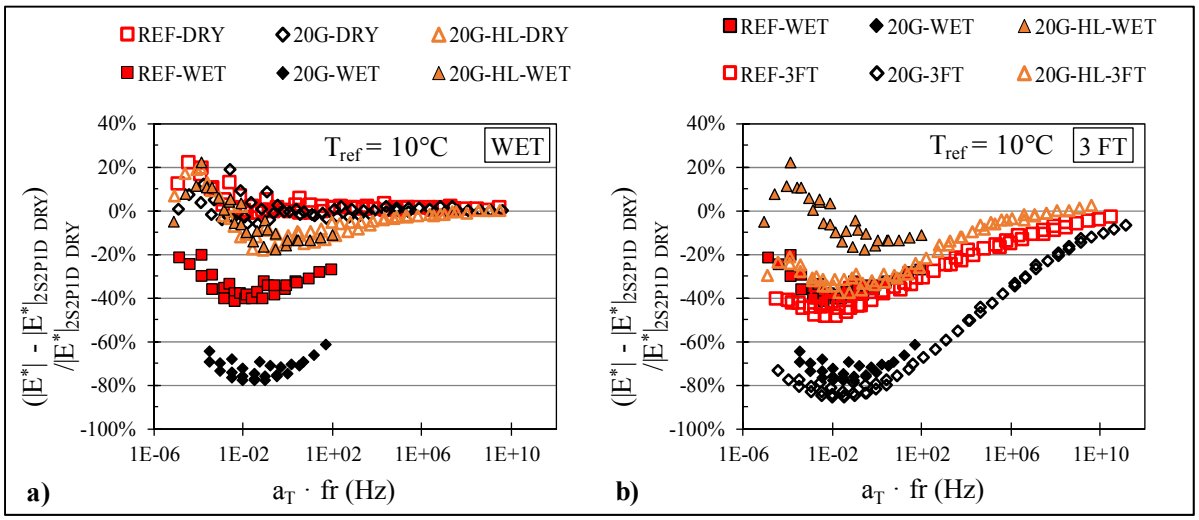


Figure-A IV-2 Relative difference values between the experimental complex modulus norms (|E*|) and |E*| 2S2P1D simulated values calibrated with samples in DRY condition: a) WET and DRY tests, b) 3 freeze-thaw cycles (3 FT) and WET tests

Figure-A IV-2 shows the relative difference values calculated with Equation A IV-5 between experimental complex modulus norm (|E*|) for DRY, WET and 3 FT test series with |E*| simulated values of 2S2P1D calibrated on DRY condition. On Figure-A IV-2a), the difference values for WET and DRY tests are plotted. For WET test series, the 20G-HL has the smallest difference values (up to -20%). However, for this same sample, the relative difference values between norms of the measured and calculated as expressed in accordance to the calculated norms for DRY condition and reported in Fig. 2 also has differences values up to -20 %. Consequently, to properly evaluate the effect of hot water curing on the LVE properties, instead of looking at the differences values of the WET tests, we shall observe the gap between

the cloud of points from WET and DRY test series. The gap between those two clouds of points represents a change of the LVE properties which in this case is a decrease of the |E*|. With that in mind, comparing the cloud of points from WET test with the one from DRY test of 20G-HL, there is no significant gap which means that no variation of the LVE properties has been observed. In comparison, the 20G and REF for WET test series have differences values respectively up to -80 % and -40 % and the gap with their respective DRY cloud of points is very significant. This means that for both samples a decrease of the |E*| has been observed which can be attributed to hot water curing.

To evaluate the effect of repeated freeze-thaw cycles (FT) on LVE properties, one shall keep in mind that the difference values between 3 FT test and 2S2P1D simulated values are the results of both hot water curing and repeated FT cycles. To differentiate the effect of FT cycles with the effect of hot water curing, the cloud of points of the difference values from 3 FT test shall be compared with the cloud of points from WET test. On Figure-A IV-2b), the difference values for 3 FT and WET tests are presented. First, it can be seen that the higher difference values seem to be located for equivalent frequencies lower than 1,E+02. Then, moving along the X axis increasing the equivalent frequencies, the difference values decrease until reaching values close to 0 %. From this observation, it can be concluded that LVE properties variation is mainly for equivalent frequencies lower than 1E,+02 Hz (high temperatures). Looking at low equivalent frequencies for the three samples, it is 20G-HL which has the smallest difference values (up to -40 %). For 20G and REF, the differences value reaches a maximum value of respectively -85 % and 50 %. To differentiate the effect of water curing and FT cycles, we shall refer to the gap between the cloud of points of 3 FT and WET test. With that in mind, for 20G and REF, the gaps between 3 FT and WET clouds of points are very small, which means a low variation of the LVE properties due to FT cycles. For 20G-HL, there is a bigger gap which means that FT cycles has an effect on the LVE properties.

From those observations, we can conclude that for REF and 20G (without hydrated-lime), most of the LVE variation (i.e. |E*| decrease) was caused by hot water curing. For 20G-HL, no significant |E*| decrease was observed following hot water curing. This proves that hydrated

lime is a very effective anti-stripping additive, especially for mixtures with glass aggregates. Looking at the effect of FT cycles on the |E*|, a significant decrease was found for 20G-HL.

A-IV.6 Conclusion

In this paper, linear viscoelastic (LVE) properties of three mixtures (reference (REF), 20 % glass (20G) and 20 % glass with hydrated lime (20G-HL) for different conditioning (DRY, WET and 3 FT) were measured with the complex modulus (E*) test. To evaluate the effect of conditioning on LVE properties, E* experimental results were compared with 2S2P1D simulated values. Overall, it was found that:

- 2S2P1D model is effective to simulate the mixture LVE properties in DRY condition;
- most of the LVE properties variation for REF and 20G (without hydrated lime) was found following hot water curing. For 20G-HL, no significant variation was observed after hot water curing;
- freeze-thaw cycles had a significant effect on the LVE properties for 20G-HL, but not for REF and 20G mainly because most of the variation has been induced from the water conditioning;
- hydrated-lime is a very effective anti-stripping additive especially for asphalt mixture with glass aggregates.

ANNEXE V

EVALUATION OF THE IMPACT OF RECYCLED GLASS ON ASPHALT MIXTURE PERFORMANCES

Éric Lachance-Tremblay[a], Michel Vaillancourt[b] and Daniel Perraton[c]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure,
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3

Article publié dans la revue *Road Materials and Pavement Design*, 2016,
Volume 17, No.3, Pages 600-618

A-V.1 Abstract

The goal of this research was to verify the possibility of using recycled glass particles in an asphalt mixture while maintaining equivalent properties and performance in lieu of a conventional mixture. First, one type of asphalt mixture (ESG14) with different glass contents were tested according to the *Ministère des transports du Québec*'s mix design method. Next, the performances (resistance to thermal cracking, mixture stiffness and stripping resistance) of an asphalt mixture with optimal glass content were evaluated and compared to a reference mixture. Overall, it was found that using recycled glass in an ESG14 asphalt mixture reduces the binder content, increases the mixture workability, and decreases the rutting resistance. It was also found that using 10% recycled glass in an ESG14 asphalt mixture does not impact the resistance to thermal cracking as well as the mixture stiffness. On the other hand, the stripping resistance is negatively affected by the presence of glass.

A-V.2 Introduction

In 2012, 159,000 tons of glass was produced in the province of Quebec. Of that number, 68,000 tons were collected and sent to a recycling sorting facility (Recyc-Québec, 2014a). Glass can be recycled over and over, and can be melted and reused to manufacture new glass products.

The problem with glass recycling is the breakage of glass containers during transportation from the consumer's home to the recycling sorting facility. In the province of Quebec, all materials that are collected from the consumer's home are mixed together, which further complicates sorting in the recycling facility. Different glass types and colours are mixed with other recycled materials, such as paper or plastic, which constitute a source of contamination. In order to reuse recycled glass to manufacture new glass products, glass collected must be separated and classified according to type and colour. This part of the recycling process is really important because all glass types have specific chemical compositions. If different types of glass are mixed together to manufacture new products, the resulting quality cannot be guaranteed (Gagné, 2010). On the other hand, sorting glass according to colour and type represents a significant challenge for the recycling sorting facility.

When different glass types and colours are mixed together, the result is called "mixed glass". Different applications exist for mixed glass, and are separated into two categories: low value uses and high value uses. In 2014, 57% of the mixed glass used in the province of Quebec came under *low value uses*, such as daily cover material in landfills; 37% was dedicated to high value uses such as glass wool or additive in concrete (Recyc-Québec, 2014b). Research projects are in the pipeline to find more ways to reutilize mixed glass in high value uses.

The use of recycled materials in pavement structures, and specifically in asphalt mixtures, is strongly favoured because of its economics and environmental advantages. It represent a high value use for recycled materials. The only recycled materials allowed in asphalt mixture by the Quebec transportation agency, the *Ministère des Transports du Québec* (MTQ), are reclaimed asphalt pavement (RAP) and reclaimed asphalt shingles (RAS) (M. d. T. d. Québec, 2013). The use of recycled glass in asphalt mixture was recently studied at the *Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux* (Pavements and Bituminous Materials Laboratory) (LCMB) at *École de technologie supérieure* (ÉTS) in Montreal, Quebec, Canada. The results of this research project are presented in this paper.

A-V.3 Background

The idea of using recycled crushed glass in asphalt mixtures was first introduced in the early 70's (Watson, 1988). Around 20 trial sections were completed between 1969 and 1971 at different locations in Canada and in the United States. Soon thereafter, the idea was abandoned due to the high cost of glass, even though the performances were quite good (Watson, 1988). During the 80's, the cost of glass disposal increased. The idea of using recycled crushed glass in asphalt mixes was then resurrected for economic reasons. At least 45 trials sections were completed between 1969 and 1988 in Canada and in the United States (Dembickl, 1992).

According to a report by the Connecticut Department of Transportation, the following items were identified as potential problems when using recycled crushed glass: 1) loss of adhesion between binder and glass, 2) potential of losing skid resistance, 3) breakage of glass in the pavement materials, 4) reduced stripping resistance, and, 5) higher raveling potential (Prithvi S. Kandhal, 1992). To prevent these negative effects, the glass content must be limited to 15% for a surface course (Federal Highway Administration, 2012). For a base course, the maximum glass content may go up to 25% because this part of the road is less exposed to aggressive agents, such as water and vehicles tires (Wu, Yang, & Xue, 2004).

In all cases, it is really important to take the dimension of crushed glass into account. Some research projects have concluded that the use of small crushed glass smaller than 9.5 mm can reduce the potential problems pointed out in the last paragraph (Hughes, 1990). Other studies have concluded that the best crushed glass size needed to prevent any problems related to particle fragmentation in service and preserve asphalt performances is less than 4.75 mm (Wu et al., 2004).

The low absorption value of glass might be an advantage in comparison with conventional aggregate; it contributes to reduce the amount of binder used in the asphalt mixture without compromising laydown operations and overall performance. In fact, compared to a conventional asphalt mixture, the optimal binder content may decrease (Lachance Tremblay,

2014). This is an advantage from an economical and environmental point of view. However, the low absorption value of glass is perhaps responsible for the poor stripping resistance between the binder and glass (Wu et al., 2004). In fact, aggregate porosity is one of the key physico-chemical properties that influence bitumen-aggregate adhesion (Apeagyei et al., 2015). It is well known that using glass in an asphalt mixture decreases the stripping resistance (Airey et al., 2004; G. W. Maupin, 1998; Lachance Tremblay, 2014; Wu et al., 2004). Using an anti-stripping agent increases the stripping resistance as well as the stiffness of an asphalt mixture (Arabani & Kamboozia, 2012). When using glass in an asphalt base course mixture, it is not mandatory to use an anti-stripping agent as the mixture is less exposed to water; on the other hand, it is highly recommended when using glass in a wearing course (Day & Schaffer, 1989).

A literature review shows that in some cases, adding glass in asphalt mixtures does not impact the rutting resistance (Arabani & Kamboozia, 2014; Shafabakhsh & Sajed, 2014). The optimal proportion of crushed glass according to the rutting resistance is 10%, a higher proportion resulting in a decrease of the rutting resistance (Shafabakhsh & Sajed, 2014). However, other researchers have shown that using glass in asphalt mixtures while keeping the binder content constant reduces the rutting resistance of the mixture (Airey et al., 2004; Li, Lu, Sun, Liu, & Huang, 2011; Wu et al., 2004). Even when binder content is reduced, the rutting resistance is significantly affected by glass (Lachance Tremblay, 2014). This is a major concern as rutting is one of the main failure modes in pavement structures (Perraton et al., 2011). The smooth glass texture might be responsible for this behavior (Airey et al., 2004).

Researchers have shown that using glass in an asphalt mixture with an anti-stripping additive increases the mixture stiffness (Arabani, 2011; Shafabakhsh & Sajed, 2014). The increase in stiffness is due to two factors: an increase in the binder adhesion on glass aggregates, and an increase of the aggregate interlock due to the high angularity of crushed glass (Arabani, 2011). There is an optimal proportion of crushed glass which maximizes the mixture stiffness. If the proportion used exceeds that optimal value, the abundance of glass causes the aggregates to slip together because of the smooth glass texture (Shafabakhsh & Sajed, 2014). However, if

no anti-stripping additive is used, adding crushed glass does not increase the mixture stiffness (Airey et al., 2004).

A-V.4 Objectives

The research aimed mainly to verify the possibility of using recycled crushed glass in an asphalt mixture and reaching performances that are equal to or better than a reference mixture. This project was conducted in a bid to find new alternatives for recycling mixed glass. The project had two additional specific objectives, the first being to find the maximum amount of recycled crushed glass that could be introduced in an asphalt mixture while respecting the LC mix design method specifications, such as: 1) volume of effective asphalt binder (V_{be}), 2) compaction ability, and 3) rutting resistance. The LC mix design method is used in the province of Quebec (Canada) by the MTQ.

The second objective was to evaluate and compare the thermo-mechanical performances and the durability of the asphalt mixture with an optimal proportion of recycled crushed glass with a reference mixture. The performances evaluated were: 1) resistance to thermal cracking with the Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST), 2) asphalt mixture stiffness with the complex modulus test; 3) durability with the stripping resistance test.

A-V.5 Materials

One type of binder was used in this study, a PG64-34 modified with polymer, and its characteristics are presented in Table-A V-1. Four different sizes of limestone aggregates were used in producing an ESG14 ("Enrobé semi-grenu") asphalt mixture, commonly used in Quebec as a base course or unique course. Various proportions of aggregates were used in order to respect grading criteria, including control points and a restriction zone. In Figure-A V-1, the black dots represent the control points and the black triangles, the restriction zone, as specified by the LC mix design method. The gradation curve was set between the control points, and out of the restriction zone, as shown in Figure-A V-1.

Based on the literature review, two different crushed glass sizes were chosen: 0-0.315 mm and 0.630-2.5 mm. These two sizes were used in different proportions in order to obtain five glass contents (5, 10, 15, 20, and 25% content by mass, respectively) used in substitution of the limestone aggregates. Table-A V-2 presents the proportion of each limestone aggregate and crushed glass. Those proportions were chosen in order to keep the gradation curve constant.

Table-A V-1 Binder characteristics (PG64-34)

Specific gravity	1.015
Ring & Ball temperature (°C)	51.7
Penetration at 25°C (10^{-1}mm)	131
Elastic recovery (%)	91.3
T_H (°C)	66.4°
T_L (°C)	-36.6

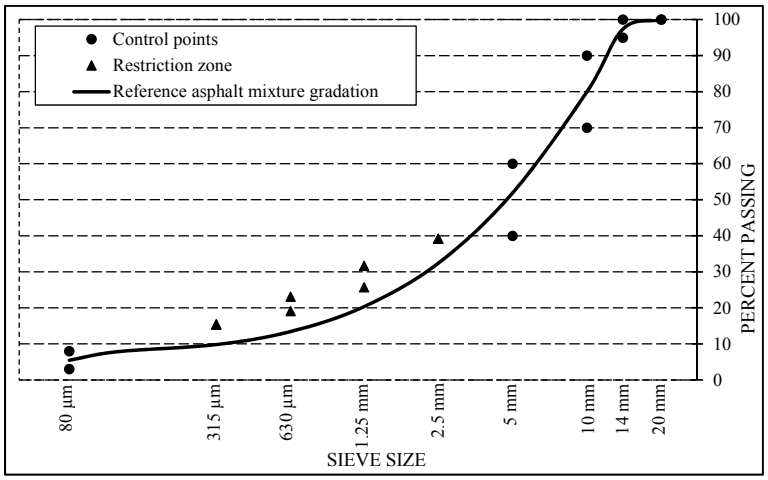


Figure-A V-1 ESG14 reference asphalt mixture gradation

Table-A V-2 Asphalt mixtures composition and properties

Glass content (%)			**0**	**5**	**10**	**15**	**20**	**25**
Proportion (%)	Limestone (mm)	10-14	20	20	20	20	20	20
		5-10	29	29	29	35	35	39
		0-5	23	18	13	5	0	0
		0-5 washed	28	28	28	25	25	16
	Crushed glass (mm)	0.630-2.5	0	5	8	10	15	17
		0-0.315	0	0	2	5	5	8
Passing (%)	Sieve							
	20 mm		100	100	100	100	100	100
	14 mm		97	97	97	97	97	97
	10 mm		80	80	80	80	80	80
	5 mm		52	52	52	47	47	44
	2.5 mm		32	34	36	34	36	36
	1.25 mm		20	20	21	20	19	20
	0.630 mm		13	12	12	12	11	12
	0.315 mm		9.8	8.6	9.3	10	9.8	11
	0.125 mm		7.8	6.8	7.7	8.7	7.7	9.9
	0.080 mm		5.5	4.7	5.3	6.0	5.3	6.8
Water abs (%)			0.62	0.60	0.57	0.54	0.52	0.49
d_{gb}			2.718	2.706	2.695	2.685	2.673	2.663

A-V.5.1 Specimen Preparation

All specimens used in this study were prepared in the laboratory. To prepare an asphalt mixture, the limestone aggregates and crushed glass were heated to 180°C, and the binder to 168°C, with a tolerance of ± 2°C. The heated aggregates were first mixed together, and then mixed with the binder until a homogenous visual rendering was obtained. Depending on the test methods used, the asphalt mixture was cured in a covered pan at 160°C in a ventilated oven before testing and/or compacting.

Thermo-mechanical tests, such as TSRST, and complex modulus were performed on cored specimens extracted from slabs prepared with the French MLPC wheel compactor following LC 26-400 *Fabrication d'éprouvettes au compacteur LCPC* (Equivalent, EN 12697-33). Figure-A V-2 shows a graphical illustration of the extraction procedure of the cored specimens. Laboratory compacted cylindrical specimens were stored for a minimum of one month at room temperature in a sand bed prior to testing.

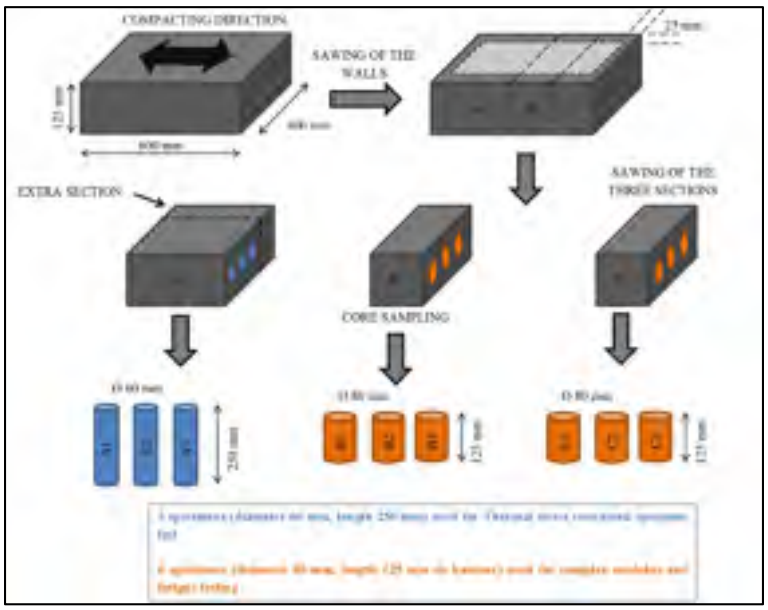


Figure-A V-2 Graphical illustration of the asphalt slab and core sampling

A-V.6 Experimental methodology

Six performance tests were realized in this study, and were separated into two categories.

Mix design tests:

- maximum theoretical specific gravity of the mixture (G_{mm});
- compaction ability with shear gyratory compactor;
- rutting resistance.

Thermo-mechanical and durability tests:

- thermal stress restrained specimen test (TSRST);
- complex modulus (E*);
- stripping resistance.

A-V.6.1 Mix design tests

A-V.6.1.1 Maximum specific gravity

The maximum theoretical specific gravity of mixture test (G_{mm}) was used to determine the volumetric proportions of all components in the asphalt mixture. The LC mix design method is based on a volumetric approach and has specifications regarding the volume of effective asphalt binder (V_{be}%). The V_{be} is the volume of binder coating and that lies between the aggregates, and as a result, the binder not absorbed. To determine the V_{be}, the volume of absorbed asphalt binder (V_{ba}) must be determined with the G_{mm} test. Once the V_{ba} has been found, the binder content (P_b) is set in order to obtain the desired V_{be}.

The G_{mm} of the asphalt mixture is determined in water by the Archimedes principle, according to LC 26-045, *Détermination de la densité maximale* (Equivalent to ASTM D2041). In this project, all the mixes studied were designed in accordance with the ESG14 requirement which

is a V_{be} of 11.4% and a tolerance of ± 0.1%. For each mixture, a minimum of three maximum theoretical specific gravity tests were done.

A-V.6.1.2 Compaction ability

The compaction ability of the asphalt mixture is validated using a gyratory shear compactor (GSC). To that end, the variation of the volume of air voids (V_a) of an asphalt specimen under constant pressure (600 kPa) is recorded during 200 gyratory compaction cycles according to LC 26-003, *Détermination de l'aptitude au compactage des enrobes à chaud à la presse à cisaillement giratoire* (Equivalent to ASTM D6925). Before testing, the specimens were heated to 160°C. According to the LC mix design method, the following specifications apply for the volume of air voids: 1) 10 gyrations (V_a over 11.0%), 2) 100 gyrations (V_a between 4.0 and 7.0%), and 3) 200 gyrations (V_a over 2.0%). For each mixture, a minimum of three tests were done.

A-V.6.1.3 Rutting resistance

The rutting resistance was evaluated with the French Wheel Tracking Rutting test using an MLPC French rutting tester. Two slabs measuring 500 mm (length) x 180 mm (width) x 100 mm (height) were tested simultaneously. The tests were performed according to LC 26-410, *Résistance à la deformation des enrobés à l'essai d'orniérage* (Equivalent, EN 12697-22). The tests were conducted at a temperature of 60°C and monitored by a temperature probe inserted into the corner of one of the two plates tested. According to the LC mix design specifications, the rutting depth must be less than 10.0% after 30,000 cycles. The results of the rutting resistance test are presented in the form of rutting depth in relation to the specimen height.

A-V.6.2 Thermo-mechanical tests

The thermo-mechanical tests were realized using a servo-hydraulic press, with an electronic monitoring system at the LCMB laboratory at ETS. Using the same device, different thermo-

mechanical tests can be realized using different apparatuses. An environmental chamber is used for thermal conditioning of the specimens. The temperature is monitored by a temperature probe sticked on the specimen. A 100 kN load cell was used for load measurements, while the axial strain was measured with three extensometers placed at 120° intervals around the specimen. Two sizes of extensometers were used: 165 mm for the TSRST test and 50 mm for the complex modulus test.

A-V.6.2.1 Thermal stress restrained specimen test

The Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST) gives a good idea of how the asphalt performs in low temperatures. During testing, the specimen is fixed on a servo-hydraulic press system, which restrains its length. The specimen is then submitted to a constant cooling rate which would causes shrinkage of the specimen, but as the length of the specimen is restrained, traction stress appears within it. The specimen breaks when its traction stress is greater than the traction resistance of the material. In this project, the cooling rate used was 10°C/hour, and the dimensions of the cylindrical cored specimens were as follows: 60 mm diameter (± 5 mm) and 250 mm length (± 5 mm), according to the AASHTO TP10-93. For each mix, a total of three cored specimens were tested.

A-V.6.2.2 Complex modulus

For an asphalt mixture, the response to a solicitation is delayed in time and change with respect to the temperature (Di Benedetto et al, 2005). This is due to the viscous behaviour of this material. Here, the complex modulus is characterized by the norm of the modulus, which is the stiffness of the material, and is currently designated as the dynamic modulus, and the phase angle, which corresponds to the phase lag of the strain behind the stress under sinusoidal cyclic solicitation. The norm of the modulus and the phase lag angle varies according to the temperature and frequency; the phase lag angle for its part varies between 0°, for a complete elastic material, and 90°, for a complete viscous material.

Many different ways can be used to determine the complex modulus. In this project, cylindrical cored specimens 75 mm in diameter and 120 mm in length were submitted to sinusoidal traction-compression cycles in strain control mode using an MTS hydraulic press and an environmental chamber. The target applied strain was fixed at 50 µstrain, and measured with three extensometers positioned on the specimen at an angle of 120° from one another. This strain value was chosen to ensure that the measurement was maintained within the linear visco-elastic domain (Di Benedetto et al., 2004). Also, in the small strain domain, the time temperature superposition principle (TTSP) can be assumed (Nguyen et al., 2013). Eight different temperatures (-35, -25, -15, -5, +5, +15, +25, +35°C) and seven frequencies (10, 3, 1, 0.3, 0.1, 0.03, 0.01 Hz) were used. For each mix, a total of two cored specimens were tested.
The complex modulus test results were modelled using the 2S2P1D model. This model was developed at the University of Lyon/ENTPE, and is a generalization of the Huet-Sayegh model (Olard & Di Benedetto, 2003). The 2S2P1D model is based on a simple combination of physical elements (spring, dashpot and parabolic elements). The graphical representation of the 2S2P1D model is given in Figure-A V-3. It is widely used to model the linear viscoelastic unidimensional or tridimensional behaviour of bituminous materials (including binders, mastics and mixes) (Olard & Di Benedetto, 2003; Di Benedetto et al., 2004 ; Tiouajni et al., 2011; Mangiafico et al. 2013 & 2014; Nouffou et al., 2014)

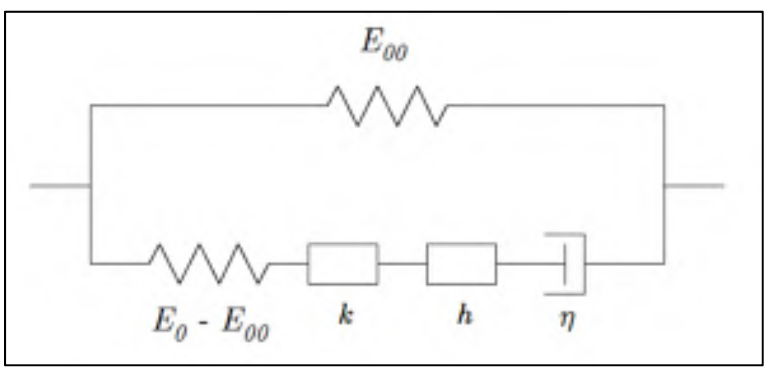


Figure-A V-3 Analogical representation of the 2S2P1D model

The 2S2P1D analytical expression of the complex Young's modulus, at a specific temperature, is given by Eq. A V-1.

$$E^*_{2S2P1D}(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau_E)^{-k} + (j\omega\tau_E)^{-h} + (j\omega\beta\tau_E)^{-1}} \quad \text{(A V-1)}$$

Where:

- i is the complex number defined by $j^2 = -1$;
- ω is the angular frequency, $\omega = 2\pi f$, (f is the frequency);
- k, h are constant exponents, such that $0 < k < h < 1$;
- δ is a constant;
- E_{00} is the static modulus when $\omega \rightarrow 0$;
- E_0 is the glassy modulus when $\omega \rightarrow \infty$;
- β is a parameter linked with η, the Newtonian viscosity of the dashpot, $\eta = (E_0 - E_{00})\,\beta\tau_E$;
- τ_E and τ_v are characteristic time values, which are the only parameters dependent on the temperature, and have a similar evolution:

$$\tau_E(T) = a_T(T) \times \tau_{0E} \quad \text{(A V-2)}$$

Where $a_{Tref}(T)$ is the shift factor at temperature T and $\tau_E = \tau_{0E}$ at reference temperature T_{ref}. Seven constants (E_{00}, E_0, δ, k, h, β and τ_{0E}) are required to completely characterize the 1D LVE properties of the tested material at a given temperature. The evolutions of τ_E were approximated by the WLF equation (Ferry, 1980) (Eq. A V-3). τ_{0E} was determined at the chosen reference temperature $T_{ref} = 10°C$. When the temperature effect is considered, the number of constants becomes nine, including the two WLF constants (C_1 and C_2 calculated at the reference temperature).

$$\log(a_T) = -\frac{C_1(T - T_0)}{C_2 + T - T_0} \quad \text{(A V-3)}$$

A-V.6.3 Durability test: stripping resistance

The stripping resistance tests were realized according to LC 26-001, *Tenue à l'eau* (Equivalent, ASTM D1075). To evaluate the stripping resistance, the residual Marshall stability of two groups of specimens was calculated. The first group was tested after 30 minutes in water at 60°C, and the other group was tested after 24h in water at 60°C. The stripping resistance is calculated with the residual stability ratio. According to LC mix design specifications, the residual stability must be greater than 70.0%.

A-V.7 Results and discussion

A-V.7.1 Evaluation of the effect of glass content

A-V.7.1.1 Volumetric characteristics

Table-A V-3 presents the volumetric characteristics of the reference and glass mixtures. As previously stated, the maximum theoretical specific gravity test (G_{mm}) is used to determine the volumetric characteristics. According to the results, using crushed glass reduces the volume of asphalt binder (V_{ba}) absorbed by the aggregates. The reduction of V_{ba} is due to the low absorption value of glass compared to limestone aggregates. Because of the lower V_{ba} of asphalt mixture with glass, the binder content needed to obtain the volume of effective asphalt binder (V_{be}) decreases, as compared to the reference mixture. This is true for all glass content, with one exception. The 20% glass content asphalt mixture V_{ba} value is lower than the reference mixture (0.79% and 0.94%, respectively). On the other hand, the binder content needed to obtain the desired V_{be} is equivalent to the reference mixture (4.96% and 4.97%, respectively) and higher than all other glass content. This phenomenon is contrary to the trend observed. The volumetric characteristics for the 20% mixture were validated by repeating the test two different times, for a total of six G_{mm} experimental test results.

Table-A V-3 Experimental test results: volumetric characteristics

Glass content (%)	G_{mm}	V_{ba} (%)	P_b (%)	V_{be} (%)	V_b (%)	Limestone volume (%)	Crushed glass volume (%)	
						V	$V_{0\text{-}0.315}$	$V_{0.630\text{-}2.5}$
0	2.533	0.94	4.96	11.44	12.38	88.56	0	0
5	2.522	0.80	4.88	11.36	12.13	83.85	0	4.82
10	2.511	0.59	4.81	11.31	11.9	79.14	1.89	7.66
15	2.500	0.35	4.73	11.30	11.65	74.46	4.70	9.54
20	2.492	0.79	4.97	11.41	12.20	69.68	4.68	14.23
25	2.478	0.27	4.79	11.42	11.69	65.06	7.45	16.07

In order to understand this phenomenon, two hypotheses were formulated. It is important to bear in mind that for all mixtures, the gradation curve was kept as a constant. The proportion (content by mass) of each crushed glass was then chosen in order to ensure that the gradation curve was kept constant. The volume of all components in the mixture was calculated as shown in Table-A V-3. The increase in the volume of the two types of crushed glass was non-homogenous. For the 15%, 20% and 25% glass contents, the volumetric proportion of crushed glass 0.630-2.5 mm was 67%, 75% and 68%, respectively. That means there was a higher proportion of crushed glass 0.630-2.5 mm for the 20% glass content. The absorption value of the crushed glass 0.630-2.5 mm is higher than that of the crushed glass 0-0.315 mm (0.20% and 0.07%, respectively). The absorption value of the granular skeleton might be higher for this glass content than for the others glass content, and this could be one of the factors responsible for the phenomenon observed.

The other hypothesis concerns the electrostatic charges at the surface of the aggregates. Limestone surfaces are mostly positively charged and glass surfaces are mostly negatively charged (Stuart, 1990). Because of that difference, the fine particles of limestone and glass could agglomerate into flocs with a lower absorption value than limestone and glass

aggregates. For the 15%, 20% and 25% glass contents, the volumetric proportion of crushed glass 0-0.315 mm is 33%, 25% and 32%, respectively. The 15% and 25% glass contents have a higher proportion of smaller crushed glass particles. These two glass contents also have higher proportions of aggregates smaller than 0.080 mm, and thus a higher potential of forming flocs. These flocs are likely responsible for the reduction of V_{ba}. For the 20% glass content, no flocs should be present in the mixture because of the lower volumetric proportion of small crushed glass (0-0.315 mm) and the lower proportion of aggregate smaller than 0.080 mm. This aspect will be investigated in future projects.

A-V.7.1.2 Compaction ability

As previously stated, the compaction ability was evaluated following the variation of the volume of air voids during a GSC test. The volume of air voids (V_a) at 10, 100 and 200 gyrations (ng) are presented in Figure-A V-4. At this point, the asphalt mixture with 5% glass was not tested, and was not considered for the rest of the project. According to the results, the replacement of limestone aggregates by crushed glass seems to reduce the volume of air voids at 10 ng. In the LC mix design method, this criterion is associated with the volume of air voids during laydown operations. This mean asphalt mixture with crushed glass is easier to lay. For the other criteria, the 100 ng represents the volume of air voids after compaction, and the 200 ng, the minimum volume of air voids at the end of the asphalt mixture lifespan. For these two criteria, the volume of air voids for the 10% and 20% glass content cases is quite similar to that for the reference mixture. For the 15% and 25% glass content cases, the volume of air voids is lower than for the reference mixture. These lower values may not be attributable to the presence of crushed glass. In fact, the 15% and 25% glass content cases have a higher proportion of aggregates smaller than 0.080 mm (6.0% and 6.8%, respectively) than do the other mixtures (Table-A V-2). A higher proportion of aggregate smaller than 0.080 mm generally leads to a lower volume of air voids.

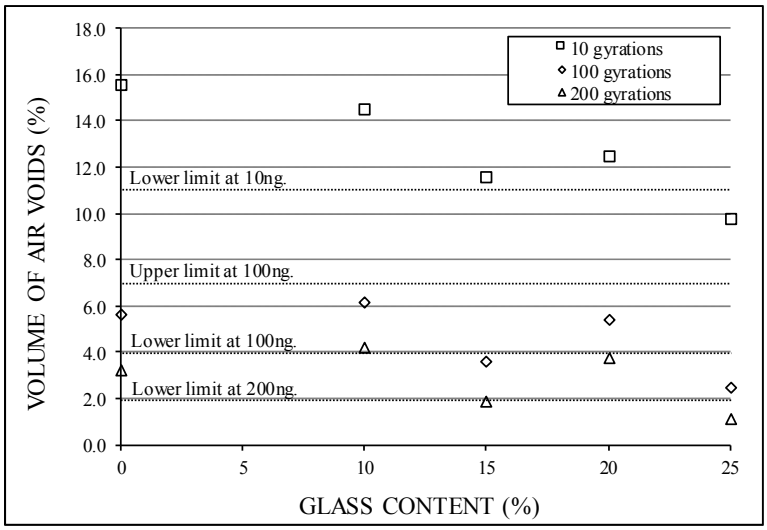


Figure-A V-4 Experimental test results:
volume of air voids versus the glass content
for all tested asphalt mixtures

In order to better understand the impact of crushed glass in terms of compaction ability, the variation of the volume of air voids for all mixtures was plotted in Figure-A V-5. The first void content value, at 0 gyration, is recorded right after the 600 kPa pressure has been applied on the specimen. According to the results, the volume of air voids at 0 gyration for all asphalt mixture with glass (24.2%, 21.4%, 21.5% and 19.6% respectively) is lower than from the reference mixture (25.7%). On the other hand, as the test proceeds, the 10% and 20% volume of air void variation curves intersect with the reference mixture. Moreover, the shape of all curves is quite similar. It would appear that crushed glass has a significant impact right at the beginning of the test (e.g., at 0 gyration). This means that the addition of crushed glass increases the mixture workability, but does not have an impact on the compaction ability. Overall, asphalt mixtures with crushed glass are easier to lay, but their compaction ability is similar to that of a conventional asphalt mixture. Unlike with the 15% and 25% glass content, the 10% and 20% glass content experimental results are in agreement with the LC mix design method specification.

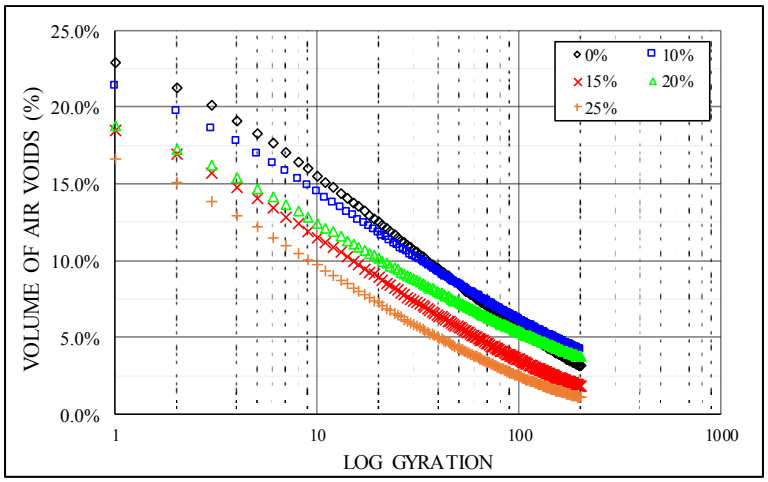


Figure-A V-5 Variation of the volume of air voids versus the number of gyration for all tested asphalt mixtures

A-V.7.1.3 Rutting resistance

The rutting resistance experimental test results are presented in Figure-A V-6. The rutting depth is expressed as a percentage of the slabs thickness (100 mm), and is given as a function of the number of wheel passes. Three different mixtures were tested: reference, 10% and 20% glass content. The 10% and 20% glass contents were chosen because their volume of air voids experimental results were in agreement with the LC mix design specifications. The results show that adding crushed glass to an ESG14 asphalt mixture, while maintaining the V_{be} constant, drastically decreases the rutting resistance. After 10,000 cycles, the test was stopped for the two crushed glass asphalt mixtures because the rutting depths were over specifications. The aggregate interlock is a function of different parameters, such as the shape and surface texture of the aggregates. The decrease in rutting resistance observed might be attributable to the smooth glass texture (Airey et al., 2004). The texture of crushed glass and limestone aggregate used was evaluated with the flow coefficient test (LC 21-075, *Détermination du coefficient d'écoulement,* Equivalent EN 933-6). The limestone aggregate has a higher flow coefficient (121) than crushed glass (94), which means stronger aggregate interlock for limestone, and leads to a higher rutting resistance potential.

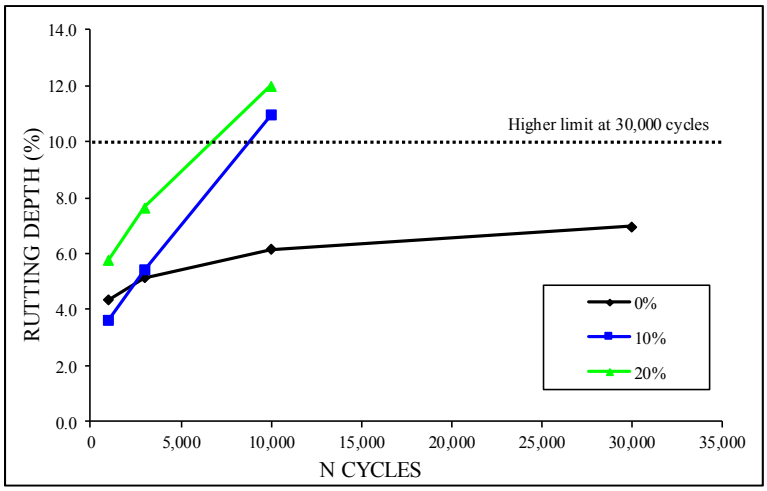


Figure-A V-6 Variation of the rut depth versus the number of cycles

A-V.7.1.4 Summary of the first part

The results of the first part of this study show that in most cases, adding crushed glass reduces the binder content for a fixed V_{be}. Moreover, adding crushed glass increases the workability of the asphalt mixture. On the other hand, the rutting resistance is significantly reduced by the presence of crushed glass. It was found that it is not possible to use crushed glass in an asphalt mixture while respecting the LC mix design specifications.

A-V.7.2 Evaluation and comparison of performances

In order to evaluate the performances of an asphalt mixture with crushed glass, a glass content had to be selected to produce an asphalt mixture. Following the rutting resistance experimental results, the 10% glass content was selected because the rutting resistance in that case was better than for the 20% glass. The binder content of the 10% glass content was adjusted in order to obtain equivalent properties in terms of compaction ability and rutting resistance. The new binder content for the 10% crushed glass was lowered to 4.53%, representing a drop of approximately 6% compared to the original binder content (4.81%). With this binder content reduction, it was possible to achieve even better rutting resistance performance for the 10%

crushed glass than for the reference mixture (rutting depth after 30,000 cycles of 6.4% and 7%, respectively).

For these two mixtures (10% crushed glass and reference mixture), the following three performances were evaluated: 1) resistance to thermal cracking (TSRST), 2) asphalt mixture stiffness (complex modulus), and 3) stripping resistance. The results are presented in this section.

A-V.7.2.1 Thermal stress restrained specimen test

TSRST experimental results are presented in Table-A V-4. When analyzing TSRST test results, it is important to consider the low PG temperature of the binder, which in this project is -36.6°C. We see that the two mean temperatures at failure are pretty similar, and close to the low PG temperature of the binder. Regarding the average stress value at failure, the values are 3.9 MPa and 3.0 MPa, for the reference mixture and the 10% crushed glass, respectively. In restrained specimen volume conditions, the increase of stress in an asphalt mixture is due to three variables, namely, temperature variation, mixture stiffness and mixture dilatation coefficient (Hills & Brien, 1966). Considering the fact that the first two parameters are the same for both asphalt mixtures tested, we can assume that the 10% crushed glass has a lower dilatation coefficient than the reference mixture which could explain the difference regarding stress value at failure. Overall, a high binder content generally leads to better low temperature performances (Carter, 2002). However, as long as the binder content is around the optimal dosage, a slight variation of the binder content does not have a negative impact on the low temperature performances.

Table-A V-4 Experimental test results: thermal stress restrained specimen

Asphalt mixture	Sample	V_a (%)	Stress at failure (MPa)	T° at failure (°C)
Reference	1	3.95	3.5	-33.4
	2	5.10	4.8	-33.5
	3	4.68	3.4	-35.5
	mean value		**3.9**	**-34.1**
10 % glass	1	6.16	2.4	-31.6
	2	5.51	3.2	-35.3
	3	5.34	3.4	-35.5
	mean value		**3.0**	**-34.1**

A-V.7.2.2 Complex modulus

As previously stated, complex modulus tests were conducted at eight different temperatures and seven different frequencies. Figure-A V-7 and Figure-A V-8 show the master curves (complex modulus norm, phase angle) for the four specimens tested at a reference temperature of 10°C. It should be noted that the experimental results obtained from the four specimens respect the time-temperature superposition principle. All four specimens have similar master curves. In Figure-A V-7, the top part of the complex modulus norm master curves (high frequencies) asymptotically approach a maximum value, which corresponds to the maximum asphalt mixture stiffness value. The bottom part of the master curves (low frequencies) approach a minimum value, which is associated with the minimum asphalt mixture stiffness value. Inn Figure-A V-8, the phase angle reaches a maximum value, and then decreases. This behaviour is observed when testing at high temperature (+35°C), when the binder is soft and does not interfere with the mixture stiffness . Figure-A V-9 shows the evolution of the shift factor according to temperature. These shift factors were used to plot the master curves. It is important to note that the shift factor at the reference temperature (10°C) is equal to 1.

Figure-A V-10 shows the experimental test results in the Cole-Cole plan with the 2S2P1D model. This model is commonly used to describe the behaviour of an asphalt mixture behaviour as well as the binder behaviour (Olard & Di Benedetto, 2003). The modelling parameters are presented in Table-A V-5. The k, h, δ and β parameters are related to the binder rheology (Olard & Di Benedetto, 2003). These parameters are the same for all the specimens, which means that adding crushed glass does not modify the binder rheology. Regarding the other parameters, E_{00} is the static modulus (E when ω →0), and is associated with the aggregate skeleton and void content (Nguyen, 2015), which can be considered similar for both mixtures. E_0 is the glassy modulus (E when ω →∞) are slightly different for the two mixtures. Overall, considering the small differences regarding the 2S2P1D parameters and the master curves, it was found that adding crushed glass does not impact the mixture stiffness as well as the mixture rheology behaviour.

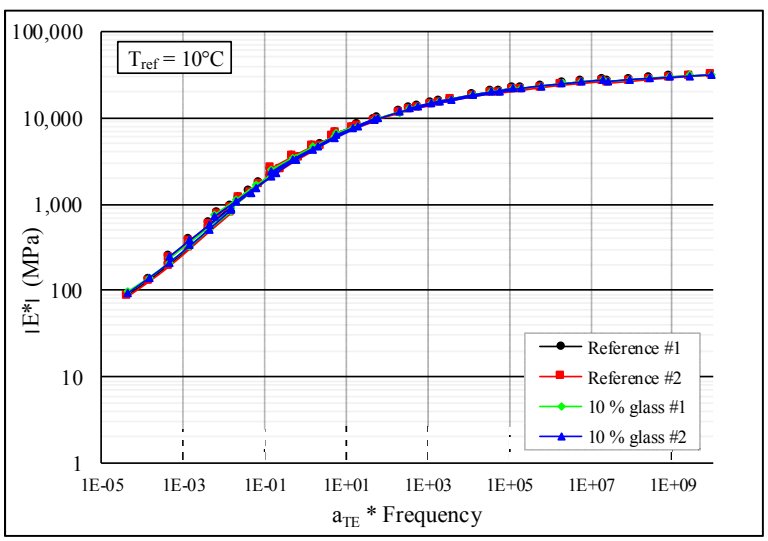


Figure-A V-7 Experimental results for the tested specimens: master curve of the complex modulus norm at 10°C

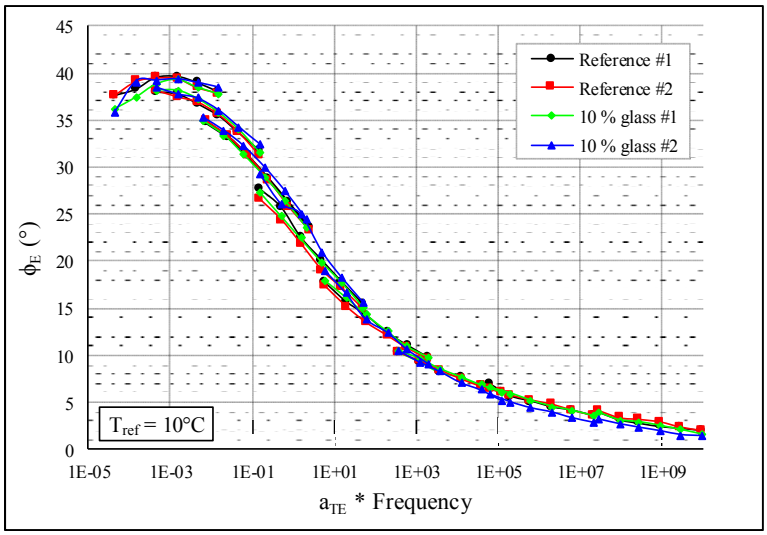


Figure-A V-8 Experimental results for the tested specimens: master curve of the complex modulus phase angle

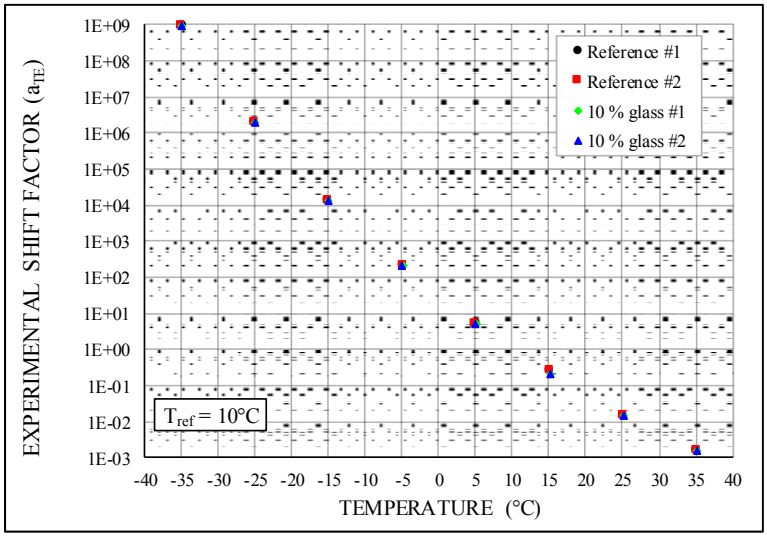


Figure-A V-9 Experimental shift factor used for the master curves

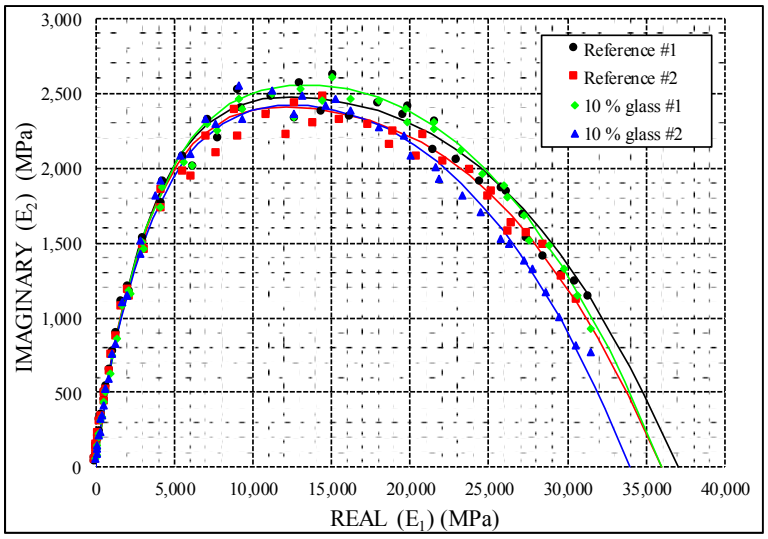


Figure-A V-10 Experimental test results: complex modulus test in Cole-Cole with 2S2P1D model

Table-A V-5 2S2P1D parameters used for modelling

Asphalt mixture	P_b (%)	V_a (%)	E_{00} (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	β	C_1	C_2
Reference #1	4.96	5.5	25	37,000	0.16	0.48	2.7	3,750	18.4	136.9
Reference #2		5.4	25	36,000	0.16	0.48	2.7	3,750	19.0	140.0
10 % glass #1	4.53	5.0	28	34,000	0.16	0.48	2.7	3,750	18.4	137.3
10 % glass #2		4.8	28	36,000	0.16	0.48	2.7	3,750	19.0	140.0

A-V.7.2.3 Stripping resistance

As previously stated, the stripping resistance was evaluated through the residual Marshall stability. Figure-A V-11 shows the tests results. According to the LC mix design method, the

minimum residual stability must be over 70%, and both mixtures are below the specifications. On the other hand, the 10% glass mixture has a lower residual stability than the reference mixture, which leads to lower stripping resistance.

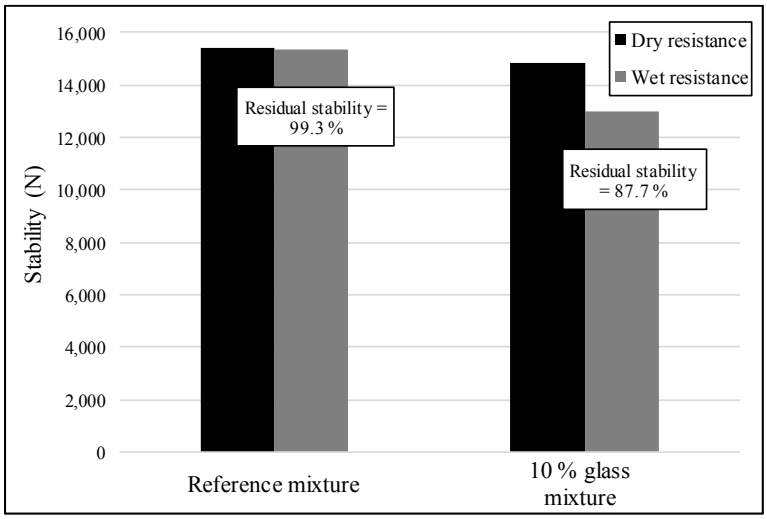


Figure-A V-11 Experimental test results: stripping resistance

A-V.8 Conclusion

This study had two specific objectives. First, the effect of different crushed glass contents in replacement of limestone aggregates was evaluated following five different glass contents varying from 5 to 25%. The goal here was to determine the maximum amount of crushed glass that could be introduced into an asphalt mixture while respecting the LC mix design method.

The volumetric characteristics were found for all mixture. In most cases, using glass reduces the volume absorbed by the asphalt binder (V_{ba}). It is then possible to decrease the binder content in order to achieve the desired volume of effective asphalt binder (V_{be}). Regarding the compaction ability, the overall effect of adding crushed glass to an asphalt mixture is a reduction of the volume of air voids at 0 gyration. This means an increase in terms of the asphalt mixture workability. Finally, the addition of crushed glass, while keeping the V_{be}

constant, significantly reduces the rutting resistance, regardless of the glass content. This is probably due to the smooth glass texture. In summary, the addition of crushed glass:

- reduces the volume of binder absorded;
- increases the mixture workability;
- decreases the rutting resistance.

As previously stated, it is not possible to use crushed glass in an asphalt mixture while respecting the the LC mix design specifications. One glass content (10%) was choosen to evaluate the thermo-mechanical performances, as well as the durability. The binder content for the 10% glass content asphalt mixture was lowered to obtain equivalent properties regarding rutting resistance and compaction ability as the reference mixture.

For the second part of the project, the 10% glass content mixture (modified binder content) and the reference mixture thermo-mechanical performances and durability were evaluated and compared. First, it was found that decreasing the binder content for the glass mixture increased the rutting resistance. In fact, the rutting resistance of the glass mixture with the lower binder content was even better than the reference mixture. Three performances were then evaluated: resistance to thermal cracking (TSRST), asphalt mixture stiffness (complex modulus) and stripping resistance. The resistance to thermal cracking and mixture stiffness of the asphalt mixture with glass were found to be equivalent to the reference mixture. For the stripping resistance, the presence of glass decreased the stripping resistance, compared to the reference mixture, but came well above the LC mix design method specifications. Overall, it was found that it is possible to incorporate crushed glass in an asphalt mixture and to reduce the binder content while keeping equivalent properties, such as compaction ability, rutting resistance, resistance to thermal cracking and mixture stiffness, compared to a reference mixture. This represents an advantage regarding economical and environmental aspects.

This project was realized in order to allow crushed glass to be used in asphalt pavements in Quebec. The LC mix design method specifications were used. It was found that when using

crushed glass in an asphalt mixture, the V_{be} does not seem to correlate with good rutting resistance. For that reason, the V_{be} criterion might not be appropriate when using crushed glass in an asphalt mixture. In fact, it was shown in the second part of the project that even with a lower V_{be} than the specifications, the resistance to thermal cracking and mixture stiffness were not negatively affected. Finally, to use crushed glass in asphalt pavements, the V_{be} criterion must be reconsidered.

ANNEXE VI

USING COMPLEX MODULUS (E*) TEST TO EVALUATE MOISTURE DAMAGE OF HOT MIX ASPHALT (HMA) WITH GLASS AGGREGATES

Éric Lachance-Tremblay[a], Michel Vaillancourt[b], Daniel Perraton[c] and Hervé Di Benedetto[d]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3
[d] Université de Lyon - École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE), LGCB/LTDS (CNRS 5513), Rue Maurice-Audin, 69518 Vaulx-en-Velin, France

Article présenté à la 62e conférence annuelle de la *Canadian Technical Asphalt Association* (CTAA), novembre 2017

A-VI.1 Abstract

Evaluation of the moisture damage of HMA is normally conducted on loose aggregate coated with binder or on HMA compacted samples; both methods having their respective disadvantages. Those tests are empirical and are susceptible to give misinterpretation of moisture damage. The complex modulus test for asphalt mixtures, also known as the dynamic modulus, characterizes the mixtures Linear Visco-Elastic (LVE) properties. This paper presents a method used at LCMB to evaluate the moisture damage of HMA samples based on LVE measurements. Two reference mixtures and three mixtures with glass aggregates were tested. One set of samples contained hydrated lime as an anti-stripping additive. First, the LVE properties of the samples were evaluated in a dry condition. Then, the samples were saturated with water and cured into a water bath at 60°C for 14 days and evaluated again.

Overall, complex modulus test is very effective at evaluating the moisture damage of asphalt samples. This method has multiple advantages and many analysis options, which make it very interesting to evaluate moisture damage. Moreover, it was found that hydrated lime is a very effective anti-stripping additive. For some of the mixtures with anti-stripping agent, water soaking had little effect on the LVE properties.

A-VI.2 Introduction

The Laboratoire des Chaussées (LCMB) of the École de Technologie Supérieure (ÉTS) in Montréal, Québec has been working on the idea of using recycled glass aggregates in pavement structures for many years (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017; Lachance-Tremblay et al., 2014, 2016a; T. Bachand et al., 2016). This paper focuses on the use of recycled glass aggregates in asphalt mixture, especially regarding moisture damage. It is known that glass aggregates are responsible for an increase in the mixture moisture damage (Airey et al., 2004; Lachance-Tremblay et al., 2016a). Although this has been studied in the past, testing methods have improved a lot since then. Normally, the evaluation of moisture damage of Hot Mix Asphalt (HMA) samples is either conducted on loose aggregate covered with binder (i.e., Rolling Bottle Test) and/or on compacted samples (i.e., AASHTO T283 or Hamburg Wheel Track Test); each having disadvantages like poor reproducibility and poor correlation with mixture performances. This paper presents a new method used to evaluate the moisture damage of HMA based on Linear Visco-Elastic (LVE) properties measurements though complex modulus (E*) test. To simulate prolonged exposure to water, samples were subjected to a hot water curing cycle. LVE properties were measured after water curing and compared with the LVE properties in a dry state. Therefore, the variation of the LVE properties is related to moisture damage; either a diminution of the mixture stiffness and/or a change of the binder rheology. This method has multiple advantages: 1) non-destructive testing which allows for using only one sample, 2) moisture damage can be evaluated for a wide range of testing temperatures and frequencies, 3) experimental data (E*) can be used in a mechanistic-empirical pavement design software, and 4) can be used for all types of asphalt mixtures.

A-VI.3 Experimental Program

To evaluate the moisture damage of HMA with glass, five ESG10 mixtures were tested. For each mixture, two complex modulus (E*) test were done: 1) in dry condition (DRY) and 2) after 14 days in hot water (60°C) bath (WET). Details of the testing procedure is presented in Table-A VI-1. The first E* test (DRY) was done for temperatures from -35 to +35°C. For the second E* test (WET), the samples were tested only at temperatures above the freezing point

(+5 to +35°C). This was done to quantify the effect of water soaking (i.e., moisture damage) on LVE properties without degradation due to freezing.

Table-A VI-1 Testing and conditioning procedure: Two complex modulus (E*) tests were performed for each mixture (five)

Test	Name	Testing Temperatures (°C)	Curing
1st E*	DRY	-35 to +35 by 10°C increments[1]	None
2nd E*	WET	+5 to +35 by 10°C increments	+14 days in 60°C water bath
[1] Prior to testing, a 4-hour period was allowed for temperature stabilization.			

A-V.4 Materials and Samples Preparation

A-V.4.1 Materials

One type of asphalt mixture with a nominal aggregate size of 0/10 mm (ESG10, Québec standard) with a polymer modified binder PG70-28 (Table-A VI-2) was used. This type of mixture is often used as a surface course in the Québec region. Figure-A VI-1 shows the granular curve as well as the specifications for ESG10 mixtures (Chaussées, 2016b).

Five ESG10 mixtures were prepared: 1) Reference mixture (REF), 2) Reference mixture with 2 percent hydrated lime (REF-L), 3) 20 percent glass content (20G), 4) 20 percent glass content with 2 percent hydrated lime (20G-L), and 5) 60 percent glass content with 2 percent hydrated lime (60G-L). The idea was to keep the granular skeleton as constant. To do so, various glass aggregates sizes were used varying from 0.315 to 5 mm. Hydrated lime was used as an anti-stripping agent in replacement of a conventional filler. All five mixtures were designed with the same effective volumetric binder content (V_{be}), which is a criterion in the Québec standard (Chaussées, 2016b). Mix design characteristics are presented in Table-A VI-3.

Table-A VI-2 PG 70-28 Binder characteristics

Specific gravity	1.022
Viscosity at 135°C (Pa·s)	1.097
Viscosity at 165°C (Pa·s)	0.312
T_L (°C)	-32.8
T_H (°C)	73.8
Ring & Ball temperature (°C)	58.2
Penetration at 25°C (10^{-1}mm)	131
Elastic Recovery (%) at 10°C	75

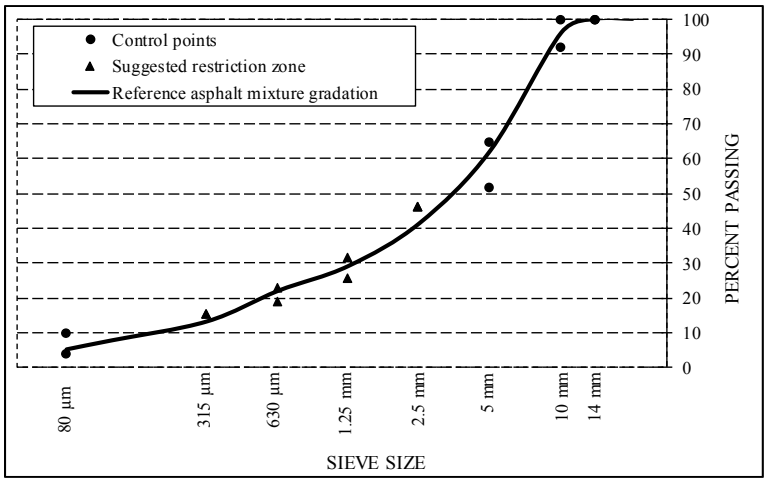


Figure-A VI-1 ESG10 control mixture gradation with control points and suggested restriction zone

Table-A VI-3 Mixture characteristics and volumetric properties

Mixture	G_{mm}	b[1] (%)	V_{ba}[2] (%)	V_{be}[3] (%)	Limestone volume (%)	Glass volume (%)	Voids content[4] (%)
REF	2.549	5.4	1.5	12.2	100	0	5.4
20G	2.511	5.3	0.9		80	20	5.7
REF-L	2.536	5.4	1.3		100	0	5.7
20G-L	2.498	5.3	0.8		80	20	5.1
60G-L	2.413	5.2	0.3		40	60	4.7

[1] Binder content by mass, [2] Volume of absorbed binder, [3] Volume of effective binder, [4] For the sample used for E* test

A-VI.4.2 Sample Preparation

All samples used in this study were prepared in the laboratory. The limestone aggregates, glass aggregates and hydrated lime were heated to 180°C, and the binder to 168°C, with a tolerance of ± 2°C prior to mixing. The heated aggregates were first mixed with the hydrated lime, and then mixed with the binder until a homogenous visual rendering was obtained. After mixing, loose HMA samples were cured in a covered pan at 160°C in a ventilated oven for a minimum of 30 minutes, but no more than 2 hours as per (Chaussées, 2016a). After curing, HMA was compacted using a gyratory compactor mould with 150 mm diameter. The mass of HMA placed in the mould was chosen in order to get a 170 mm sample height at a target void content of 5.5 ± 1 percent. The E* testing samples were cored/sawed from SGC compacted samples at 75 mm diameter and 150 mm length.

A-VI.4.3 Sample Curing

For each sample, two complex modulus (E*) tests were performed. The first E* test was done in a dry condition to characterize the LVE properties of the mixture in the dry state. Then, the sample was saturated with water to a level of saturation between 70 and 80 percent. To

introduce water in the sample voids network, a saturation process under vacuum was used. The sample was placed in a vacuum container that was filled with water until the sample was covered with a minimum of 25 mm of water. Then, the pressure in the vacuum container was kept below 4 kPa for five minutes. Following that step, the sample was taken out of the water and weighted to calculate the saturation level. If the saturation level was not within the specified range, the sample was returned to the vacuum container until the saturation level was reached.

Figure-A VI-2 Apparatus used for complex modulus measurements: latex membrane was used to prevent water loss during testing

Once the level of saturation was reached, the sample was placed in a sand bed in a water bath at 60°C for 14 days. The sand bed was used to prevent creep of the sample. The water bath level and temperature were monitored each day to ensure the sample was always covered with water at the targeted temperature. Once the 14-day soaking period was over, the sample was taken out and put in a 25°C water bath for 4 hours. Then, the sample was weighted to calculate

the saturation level after soaking. The sample was then placed in a latex membrane to limit any water loss and then tested for the second E* test (Figure-A VI-2). The second E* test was done at temperatures above freezing (+5 to +35°C) in the wet condition.

A-VI.5 Complex Modulus Test Results and Analysis

A-VI.5.1 Introduction and Modelling

LVE properties of asphalt mixture can be measured in multiple ways; complex modulus being one of them. Complex modulus tests are done in sinusoidal tension-compression loading within the small strain domain. With axial stress (σ_{01}) and axial strain (ε_{01}) shown in Equations A VI-1 and A VI-2, the complex Young's modulus, also known as the dynamic modulus, is expressed as Equation A VI-3. The complex modulus is defined by the norm of the modulus ($|E^*|$), which is the stiffness of the material and the phase angle (ϕ_E), which is related to the delay between strain and stress when testing under sinusoidal cyclic loading.

$$\varepsilon\ (t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \qquad \text{(A VI-1)}$$

$$\sigma\ (t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \phi_E) \qquad \text{(A VI-2)}$$

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{j\phi_E} = \left|E^*\right| e^{j\phi_E} \qquad \text{(A VI-3)}$$

In this project, complex modulus tests were done in a strain control mode using a servo-hydraulic press (100 kN load cell). For thermal conditioning of the samples, an environmental chamber was used and the temperature monitored by three temperature probes positioned on the surface of the sample. Three extensometers of 50 mm length placed at 120° intervals around the sample were used to measure the axial strain. The target applied strain was fixed to 50 µm/m to ensure that the measurements were done in the linear viscoelastic domain (Perraton

et al., 2016). In the small strain domain, the binder's behaviour is generally linear and the Time Temperature Superposition Principle (TTSP) can be considered (Q. T. Nguyen et al., 2013).

Complex modulus test results were modelled using the 2S2P1D model (Olard & Di Benedetto, 2003). This model is often used to model the linear viscoelastic 1D or 3D behaviour of asphalt mixtures and/or binder (Hervé Di Benedetto et al., 2004). The 2S2P1D analytical expression of the complex Young's modulus, at a specific reference temperature, is given by Equation A VI-4.

$$E^*_{2S2P1D}(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau_E)^{-k} + (j\omega\tau_E)^{-h} + (j\omega\beta\tau_E)^{-1}} \qquad \text{(A VI-4)}$$

Where:

- j is the complex number defined by $j^2 = -1$;
- ω is the pulsation, $\omega = 2\pi f$, (f is the frequency);
- k, h are constant exponents, such that $0 < k < h < 1$;
- δ is a constant;
- E_{00} is the static modulus when $\omega \rightarrow 0$;
- E_0 is the glassy modulus when $\omega \rightarrow \infty$;
- β is a parameter linked with η, the Newtonian viscosity of the dashpot, $\eta = (E_0 - E_{00})\,\beta\tau_E$
- τ_E are characteristic time values, which is are the only parameters dependent on the temperature as per Equation A V-5.

$$\tau_E(T) = a_T(T) \times \tau_{0E} \qquad \text{(A VI-5)}$$

Where:

- $a_T(T)$ is the shift factor at temperature T; and
- $\tau_E = \tau_{0E}$ at reference temperature T_{ref} and τ_E is determined at each isotherm by minimizing the error between $|E^*_{measured}|$ and $|E^*_{2S2P1D}|$.

Seven constants (E_{00}, E_0, δ, k, h, β and τ_{0E}) are required to completely characterize the 1D LVE properties at a given temperature. The evolution of τ_E was approximated by the Williams-Landel Ferry (WLF) function as shown in Equation A VI-6. When the temperature effect is considered, the number of constants becomes nine, including the two WLF constants (C_1 and C_2 calculated at the reference temperature).

$$\log\left(a_T\right) = -\frac{C_1\left(T - T_0\right)}{C_2 + T - T_0} \qquad \text{(A VI-6)}$$

A-VI.5.1 Results and Analysis in Dry Condition

A-VI.5.1.1 Cole-Cole plots, Black diagrams and Normalized Complex Young's Modulus

Experimental test results for all five mixtures tested in DRY condition are plotted on Figure-A VI-3 in Cole-Cole plot and Black diagram. The advantage of these plots is that comparison of results is not affected in terms of testing temperature and/or frequency (Perraton et al., 2016). On Figure-A VI-3a, no clear differences are observed except for 20G and 60G-L at low temperatures (over 15,000 MPa in the E_1 axis). On Figure-A VI-3b, an increase of the phase angle up to a maximum value followed by a decrease is observed for all mixtures. The maximum value is observed when testing at high temperature (+35°C), where the binder is rather soft. Moreover, we see that mixtures do not conform to the Time-Temperature Superposition Principle (TTSP) as their Black curves are not unique. This behaviour is common when using polymer modified binder (Hervé Di Benedetto et al., 2004). In this case, the material conforms to the Partial Time-Temperature Superposition Principle (PTTSP).

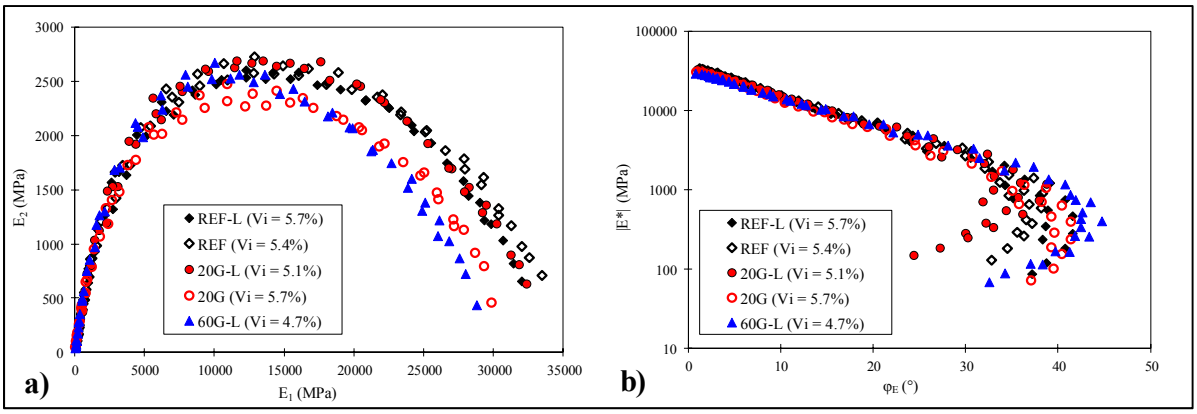


Figure-A VI-3 Complex modulus experimental results for all mixtures in DRY condition: a) Cole-Cole plot, b) Black diagram

To compare E* results (i.e., LVE properties), experimental test results can be normalized using Equation A VI-7. The real part of the normalized complex modulus varies from 0 to 1. Normalization of the complex Young's modulus was proposed by (Pham et al., 2015). Those authors showed that representation of the test results in normalized axes appears as independent of granular skeleton for dry mixtures and allows for better comparison of the LVE properties.

$$E^*_{Norm} = \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \qquad \text{(A VI-7)}$$

The normalized complex modulus data are plotted in Figure-A VI-4. It can be seen that all data superimpose which means one set of 2S2P1D parameters can be considered, except for 60G-L. In this case, a different δ value was used. The 2S2P1D model parameters and the E_0 and E_{00} values used for normalization are presented in Table-A VI-4.

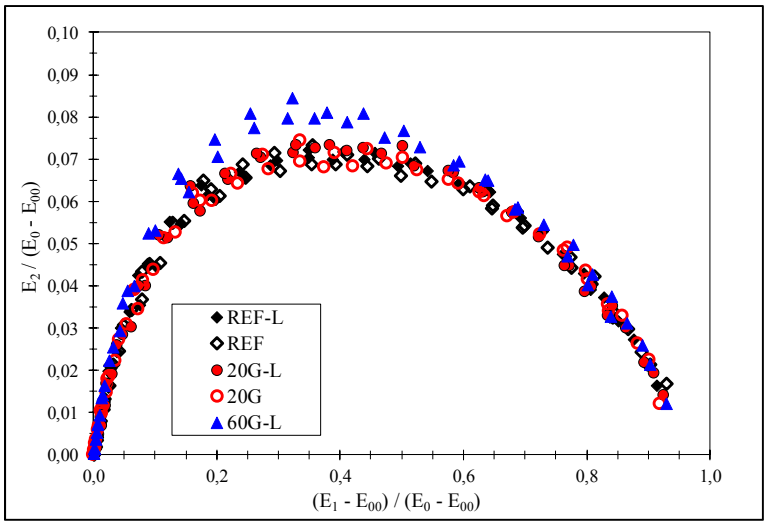


Figure-A VI-4 Cole-Cole plan of the normalized complex Young's modulus data for all mixtures in DRY condition

Table-A VI-4 2S2P1D model parameters and E_0 and E_{00} values used for normalization

Mixture	**E_0 (MPa)**	**E_{00} (MPa)**	**k**	**h**	**δ**	**β**
REF	36,000	100	0.17	0.49	2.8	600
20G	32,500	60				
REF-L	35,000	80				
20G-L	35,000	130				
60G-L	31,000	60	0.17	0.49	2.3	600

A-VI.5.1.2 Master Curves of the Complex Modulus Norm

Master curves are used to show the evolution of the complex modulus (dynamic modulus) norm with equivalent frequency (f_{eq}); a variable that takes into consideration both the testing temperatures as well as the testing frequency. Equivalent frequency is the product of the shift factor a_T, which depends on the testing temperature (T) and the chosen reference temperature

(T_{ref}) by the testing frequency (f) as shown in Equation A VI-8. In this paper, master curves of the results are considered at a reference temperature of 10°C.

$$f_{eq} = f \times a_T(T_i; T_{ref}) \qquad \text{(A VI-8)}$$

The master curves of the complex modulus norm are presented in Figure-A VI-5. The top part of the complex modulus norm master curves tend toward a maximum value on the Y axis (E^*), which correspond to the maximum asphalt mixture stiffness value (stiffness at very high frequencies and/or low temperatures, E_0). The bottom part of the master curves tend toward a minimum value, which is associated with the minimal asphalt mixture stiffness value (i.e., stiffness at very low frequencies and/or high temperatures, E_{00}). In this case, master curves do not allow for good interpretation regarding differences of the maximum asphalt mixture stiffness (top part of the curve). However, the master curves show differences between all mixtures regarding the minimum asphalt mixture stiffness (bottom part of the curve), 60G-L being the mixture with the lowest minimum asphalt stiffness.

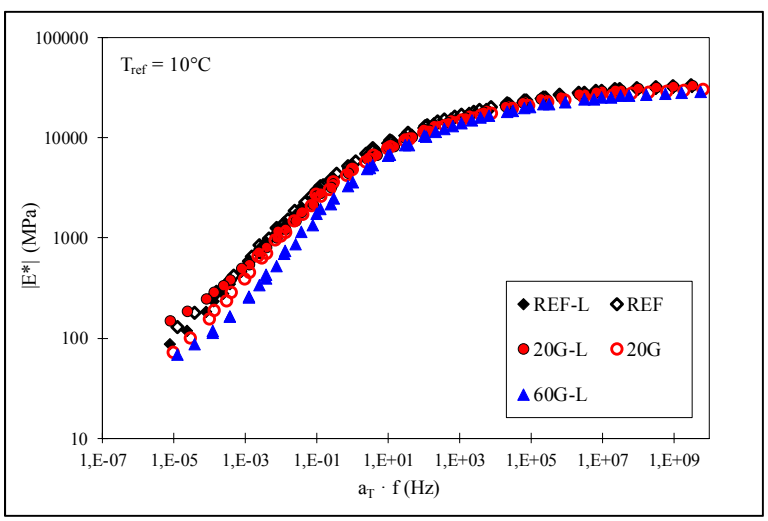


Figure-A VI-5 Master curves of the complex modulus norm at a reference temperature of 10°C for all mixtures tested in DRY condition

A-VI.5.2 Results and Analysis in WET condition

In order to evaluate moisture damage, experimental E* data should be compared based on the difference between the DRY and WET conditions. Traditional graphical representation of E* such as Cole-Cole plots and Black diagrams do not allow for good comparison. As an example, E* test results for REF tested in DRY and WET condition are presented in Figure-A VI-6. Neither graphical representations allow for good interpretation of moisture mixture damage. For that reason, different graphical representations will be used in this paper.

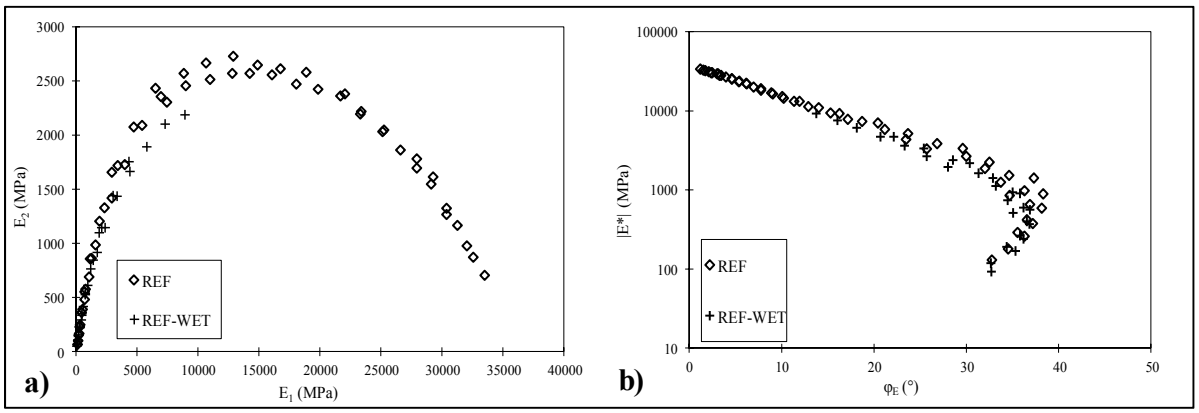


Figure-A VI-6 Experimental E* data for reference mixture in DRY and WET conditions: a) Cole-Cole plot, b) Black diagram

A-VI.5.3 Evaluation of the Moisture Damage Using 2S2P1D Simulated Values

A-VI.5.3.1 Graphical Evaluation of the Moisture Damage

When measuring complex modulus on different samples, there are small differences regarding testing conditions (i.e., frequency and temperature) even if the same apparatus is used. In order to compare E* data from WET testing with E* data from DRY testing on the same basis, experimental data from WET conditioning are compared with a reference state given by the 2S2P1D model calibrated for each mixture in DRY condition (simulated values). The simulated complex modulus values in DRY condition are calculated considering the exact temperature and frequency values for each sample. This procedure has recently been developed

and allow better comparison of E* test results (Perraton et al., 2016). This procedure has been shown to be very efficient to evaluate and compare E* test results (Lachance-Tremblay, Perraton, et al., 2017).

First, to evaluate the ability of the 2S2P1D model to simulate the material behaviour, E* experimental data from DRY testing is compared with a reference given by the 2S2P1D model. To do so, for each temperature-frequency combination, the equivalent frequency is calculated using Equation A VI-8. Then, the equivalent frequency is used to calculate a 2S2P1D simulated value. This step is repeated for each temperature-frequency combination. Those values are called simulated values. The difference between experimental and simulated values is calculated with Equation A VI-9.

$$\left(\frac{\left|E^*\right|_{experimental} - \left|E^*\right|_{2S2P1D_DRY_simulated}}{\left|E^*\right|_{2S2P1D_DRY_simulated}}\right) x100 \qquad \text{(A VI-9)}$$

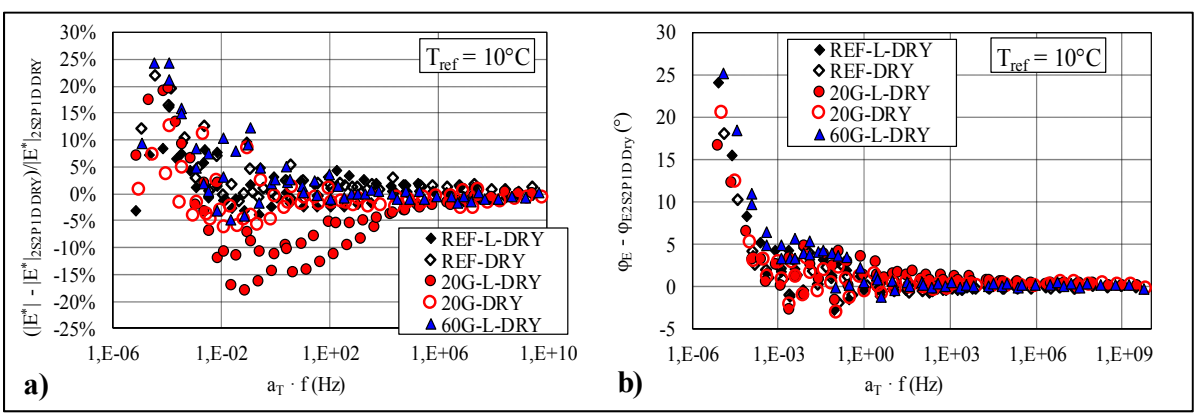


Figure-A VI-7 Difference between experimental test results in DRY condition and 2S2P1D simulated values: a) Norms of the complex modulus, b) Phase angles of the complex modulus

Figure-A VI-7 shows the relative differences between simulated and experimental values for complex modulus norms and phase angles, both in DRY condition. The ability of the 2S2P1D model to simulate the material behaviour on the whole range of temperature and frequency in

DRY condition is verified for all mixtures considering the rather low differences obtained (range from -20 to +25 percent). Next, the E* experimental data from WET testing was compared with the 2S2P1D simulated values from DRY condition. This was done to evaluate the effect of water on the LVE properties. Figure-A VI-8 shows the relative difference between WET testing values and 2S2P1D DRY simulated values.

It is important to note that a variation of the mixture LVE properties is not given by the obtained values rather by the thickness of the cloud. Figure-A VI-8 shows that the relative differences for the norms of complex modulus of mixtures with hydrated lime are low (under 20 percent), which is consistent with the differences values obtained in DRY condition (Figure-A VI-7). Higher relative difference values are obtained for mixture without hydrated lime, around 40 percent for the REF and up to 80 percent for the 20V. Also, the difference values are constant regardless of the frequencies.

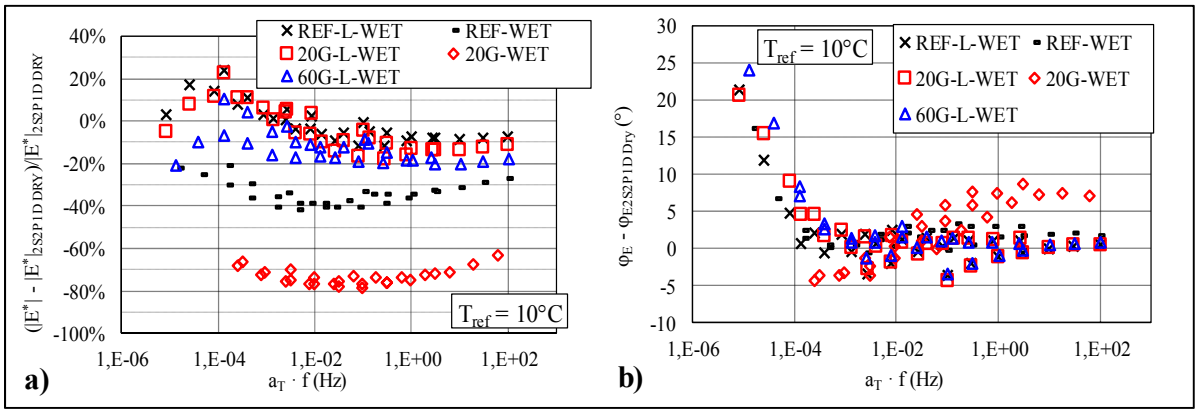


Figure-A VI-8 Difference between experimental test results in WET condition and 2S2P1D simulated values in DRY condition: a) Norms of the complex modulus, b) Phase angle of the complex modulus

Regarding phase angles, Figure-A VI-8b shows that no significant differences were obtained for all mixtures. Those observations show that moisture damage is observed mostly for mixtures without hydrated lime. For those mixtures, the hot water curing has modified the LVE properties by decreasing the complex modulus norm (i.e., reduction of the mixture stiffness),

without significantly modifying the phase angle. For the mixtures with hydrated lime, no signification variation of the LVE properties was observed.

Overall, those two graphical evaluations give a good idea of tendency. In this case, it can be seen that hydrated lime is a very effective anti-stripping agent, especially when using glass aggregates. Also, we can conclude that assessing the moisture damage of HMA samples with LVE properties measurement is relatively effective and allows for good comparison between all mixtures.

A-VI.5.3.2 Quantification of the Moisture Damage

In addition to the graphical evaluation, quantification of the sample moisture damage is possible for each testing temperature and frequency. In this paper, an example of the quantification of the moisture damage for all mixtures at 1 Hz is presented in Table-A VI-5.

As previously noted, differences are relatively small for mixtures with hydrated lime and higher difference values are obtained for mixtures without hydrated lime. Moreover, the damage is constant regardless of the testing temperature.

Table-A VI-5 Example of the difference between experimental complex modulus norm (|E*|) in WET condition with 2S2P1D simulated complex modulus norm in DRY condition at 1 Hz frequency

Mixture	**at * f**	**T (°C)**	**fr (Hz)**	**|E*| WET**	**|E*| DRY**	**Difference (%)[1]**
REF-L	1.02E+01	2.6	1.01	7,900	8,647	-8.6
	2.71E-01	14.1	1.01	3,343	3,785	-11.7
	1.36E-02	23.9	1.01	1,306	1,394	-6.3
	8.49E-04	33.9	1.01	465	453	+2.6
20G-L	1.02E+01	2.4	1.01	7,596	8,807	-13.8
	2.71E-01	13.9	1.00	3,097	3,764	-17.7
	1.36E-02	23.7	1.01	1,218	1,356	-10.2
	8.48E-04	33.6	1.00	481	455	+5.7
60G-L	1.05E+01	2.6	1.01	5,216	6,567	-20.6
	2.64E-01	14.2	1.00	1,807	2,251	-19.7
	1.32E-02	24.2	1.00	596	682	-12.6
	1.32E-03	34.4	1.01	233	246	-5.3
REF	1.00E+01	2.8	1.00	6,089	8,919	-31.7
	2.70E-01	14.4	1.00	2,393	3,927	-39.1
	1.54E-02	24.1	1.01	936	1,532	-38.9
	1.55E-03	34.1	1.01	368	620	-40.6
20G	6.31E+00	2.8	1.00	2,059	7,117	-71.1
	3.15E-01	14.3	1.00	820	3,497	-76.6
	3.15E-02	24.2	1.00	358	1,643	-78.2
	2.52E-03	34.3	1.01	146	599	-75.6

[1] Difference between E* in wet and dry : (|E*| WET - |E*| DRY)/ |E*| DRY

A-VI.6 Conclusion

In this paper, Linear Visco-Elastic (LVE) properties of five mixtures (REF, 20, and 60 percent glass content; with and without lime antistripping) in DRY condition and after hot water curing (WET) were evaluated through complex modulus (E*) testing. All mixtures were ESG10 type commonly used as surface course in Quebec region. The binder used was a PG 70-28 modified with polymers. LVE properties were evaluated under sinusoidal traction-compression loading for multiple temperatures and frequencies. Based on the results, the following conclusions were made:

- LVE property measurements through the complex modulus test is a very effective tool to evaluate the moisture damage of hot mix asphalt mixtures;
- in this case, conventional graphical representation such as the Cole-Cole plot or Black diagram does not allow for good comparison of LVE properties - other graphical representations should be used;
- the 2S2P1D model is efficient to simulate the evolution of linear viscoelastic properties;
- hydrated lime is a very effective anti-stripping agent - no significant variations of the mixtures LVE properties following curing were observed for mixtures with hydrated lime;
- significant variation of the LVE properties were observed following curing for mixtures without hydrated lime; and
- the diminution of the mixture stiffness is independent of the testing temperature.

ANNEXE VII

LINEAR VISCOELASTIC PROPERTIES, LOW TEMPERATURE AND FATIGUE PERFORMANCES OF ASPHALT MIXTURE WITH RECYCLED GLASS

Éric Lachance-Tremblay[a], Michel Vaillancourt[b] and Daniel Perraton[c]

[a,b,c] Department of Construction Engineering, École de Technologie Supérieure,
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3

Article présenté à la conférence 2016 de l'*International Society for Asphalt Pavement* (*ISAP*), juillet 2016

A-VII.1 Abstract

In Quebec Province, a large quantity of mixed colors glass can't be used to make new glass products. The idea of using mixed glass in hot mix asphalt (HMA) is currently being studied at the Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux (LCMB) of the École de Technologie Supérieure (ÉTS).

In this study, two asphalt mixtures were tested: ESG14 reference mixture and ESG14 with 10% glass content. The asphalt mixture with glass had a lower binder content than the reference mixture. The linear viscoelastic properties (complex modulus E^*), the low temperature performance (thermal stress restrained specimen test) and the fatigue performance (uniaxial cyclic testing) of the two mixtures were evaluated and compared. Overall, it was found that both mixtures had similar results regarding linear viscoelastic properties and low temperature performance. Regarding fatigue performance, for a given strain amplitude, the $N_{fII/III}$ failure criterion gave higher fatigue life than the $N_{f50\%}$ criterion.

A-VII.2 Introduction

In 2012, 159,000 tons of glass were produced in the province of Quebec. Of that number, 68,000 tons were collected and sent to a recycling sorting facility (Recyc-Québec, 2014a). In order to reuse recycled glass to manufacture new glass products, glass collected must be separated and classified according to type and color. In Quebec Province, sorting glass according to color and type represents a significant challenge for the recycling sorting facility because they do not have the equipment required.

When different glass types and colors are mixed together, the result is called "mixed colors glass". Different applications exist for this glass and are separated into two categories: low value uses and high value uses. In 2014, 57% of the mixed colors glass used in the province of Quebec came under low value uses, such as daily cover material in landfills; 37% was dedicated to high value uses such as glass wool or additive in concrete (Recyc-Québec, 2014b). Research projects necessary to find more ways to recycle mixed colors glass in high value uses. The use of mixed colors glass in asphalt mixture is currently studied at the *Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux* (Pavements and Bituminous Materials Laboratory) (LCMB) at *École de Technologie Supérieure* (ÉTS) in Montreal, Quebec, Canada.

A-VII.3 Background

The idea of using glass in asphalt mixtures was first introduced in the early 70s (Watson, 1988). According to a report by the Connecticut Department of Transportation, the following items were identified as potential problems: 1) loss of adhesion between binder and glass, 2) potential of losing skid resistance, 3) breakage of glass in the pavement materials, 4) reduced stripping resistance, and, 5) higher ravelling potential (Prithvi S. Kandhal, 1992). To prevent those negative effects, the glass content is limited to 15% for a surface course (Federal Highway Administration, 2012). For a base course, the maximum glass content may go up to 25% because this part of the road is less exposed to aggressive agents (Wu et al., 2004).

In all cases, the dimension of glass is really important to take into account. Some research concluded that the use of glass with 100% passing sieve 9.5mm can limit the potential problems named in the last paragraph (Hughes, 1990). Other studies concluded that the glass must be smaller than 4.75 mm to prevent any problems regarding particle fragmentation in service (Federal Highway Administration, 2012; Wu et al., 2004). The low absorption value of glass particles might be an advantage in comparison with conventional aggregate. It might be possible to reduce the amount of binder used in the asphalt mix without compromising field applications and overall performances (Lachance-Tremblay et al., 2016a). This would be an advantage from an economic and environmental point of view.

A-VII.4 Objective

The main objective of this research was to compare the thermomechanical performances of an asphalt mixture with 10% glass content with the performances of a reference mixture. The three following thermomechanical performances were evaluated: 1) low temperature performance (resistance to thermal cracking with the thermal stress restrained specimen test), 2) linear viscoelastic properties (complex modulus) and 3) fatigue performance (resistance to fatigue cracking with uniaxial cyclic testing). The glass content was selected according to a study recently completed at LCMB of ETS (Lachance-Tremblay et al., 2016a). It is important to keep in mind that this project was done in order to find new alternatives for recycling mixed colors glass.

A-VII.5 Materials

One type of binder was used in this study, a PG64-34 modified with SBS polymers. Binder characteristics are presented in Table-A VII-1. Four different sizes of limestone aggregates were used as well as two different glass sizes to produce an ESG14 ("Enrobé semi-grenu") asphalt mixture. This type of mixture is commonly used in Quebec as a base course or unique course. The various proportions of each aggregate and asphalt mixture volumetric characteristics are presented in Table-A VII-2.

Table-A VII-1 Binder characteristics (PG64-34)

Specific gravity	1.015
Ring & Ball temperature (°C)	51.7
Penetration at 25°C (10^{-1}mm)	131
Elastic recovery (%)	91.3
T_H (°C)	66.4°
T_L (°C)	-36.6

Table-A VII-2 Asphalt mixture composition and volumetric characteristics

Mixture	**Proportion of different aggregate (%)**						**Volumetric characteristics**			
Glass content (%)	**Aggregate dimension (mm)**						**G_{mm}[1]**	**V_{ba}[2] (%)**	**V_{be}[3] (%)**	**b[4] (%)**
	Limestone				**Glass**					
	10-14	**5-10**	**0-5**	**0-5 washed**	**0.630-2.5**	**0-0.315**				
Reference	20	29	23	28	0	0	2.533	0.94	11.44	4.96
10	20	29	13	28	8	2	2.525	0.59	10.66	4.53

[1] G_{mm}: maximum theoretical gravity, [2] V_{ba}: volume of binder absorbed, [3] V_{be}: volume of effective binder, [4] b: binder content

A-VII.6 Experimental Methodology

Thermomechanical tests were performed on cored specimens extracted from slabs prepared in the LCMB laboratory with the French MLPC wheel compactor. The thermomechanical tests were realized using a servo-hydraulic press, with an electronic monitoring system at the LCMB laboratory at ETS. An environmental chamber was used for thermal conditioning of the specimens. The temperature was monitored by a temperature probe stuck on the specimen. A 100 kN load cell was used for load measurements, while the axial strain was measured with three extensometers placed at 120° intervals around the specimen. Two sizes of extensometers were used: 165 mm for the TSRST test and 50 mm for the complex modulus and fatigue tests.

A-VII.6.1 Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST)

The Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST) gives a good idea of how the asphalt mixture performs in low temperatures. During testing, the specimen is fixed on a servo-hydraulic press system, which restrains its length. The specimen is then submitted to a constant cooling rate which would cause shrinkage of the specimen, but as the length of the specimen is restrained, traction stress appears within it. The specimen breaks when its traction stress is greater than the traction resistance of the material. In this project, the cooling rate used was 10°C/hour, and the dimensions of the cylindrical cored specimens were as follows: 60 mm diameter (± 5 mm) and 250 mm length (± 5 mm), according to the AASHTO TP10-93. For each mixture, a total of three cored specimens were tested.

A-VII.6.2 Complex Modulus Test (E*)

For an asphalt mixture, the response to a solicitation is delayed in time and change with respect to the temperature (Di Benedetto & Corté, 2005b). This is due to the viscous behaviour of this material. Here, the complex modulus is characterized by the norm of the modulus, which is the stiffness of the material, and is currently designated as the dynamic modulus, and the phase angle, which corresponds to the phase lag of the strain and the stress under sinusoidal cyclic solicitations. The norm of the modulus and the phase lag angle varies according to the temperature and frequency; the phase lag angle for its part varies between 0°, for a complete elastic material, and 90°, for a complete viscous material.

Many different ways can be used to determine the complex modulus. In this project, cylindrical cored specimens 75 mm in diameter and 120 mm in length were submitted to sinusoidal traction-compression cycles in a strain control mode using an MTS hydraulic press and an environmental chamber. The target applied strain was fixed at 50 µm/m, and measured with three extensometers positioned on the specimen at an angle of 120° from one another. This strain value was chosen to ensure that the measurement was maintained within the linear viscoelastic domain (Hervé Di Benedetto et al., 2004). Also, in the small strain domain, the

time temperature superposition principle (TTSP) can be assumed (Q. T. Nguyen et al., 2013). Eight different temperatures (-35, -25, -15, -5, +5, +15, +25, +35°C) and seven frequencies (10, 3, 1, 0.3, 0.1, 0.03, 0.01 Hz) were used. For each mix, a total of two cored specimens were tested.

The complex modulus test results were modelled using the 2S2P1D model. This model was developed at the University of Lyon/ENTPE, and is a generalization of the Huet-Sayegh model (Olard & Di Benedetto, 2003). The 2S2P1D model is based on a simple combination of physical elements (two springs, one dashpot and two parabolic elements). It is widely used to model the linear viscoelastic unidimensional or tridimensional behaviour of bituminous materials (including binders, mastics and mixes) (Hervé Di Benedetto et al., 2004; Lachance-Tremblay et al., 2016a; Nouffou Tapsoba et al., 2014; Tiouajni, Di Benedetto, Sauzéat, & Pouget, 2011).

A-VII.6.3 Resistance to Fatigue Cracking Test: Uniaxial Cyclic Testing

The fatigue behaviour of bituminous mixtures is defined by the stiffness variation of a specimen under cyclic solicitations for a constant controlled force loading (stress for homogeneous tests) or for a constant controlled deformation loading (strain for homogeneous tests) (Perraton, Touhara, Di Benedetto, & Carter, 2015). For both types of loadings, a typical stiffness variation under testing shows three distinct phases: i) phase I – where a rapid decrease in the material stiffness is observed due to heating and thixotropic phenomena, ii) phase II – where the decrease in stiffness is quasi-linear, and, iii) phase III – where micro-cracks grow until a “macro-crack” appears somewhere and propagates within the specimen (Perraton, Baaj, Benedetto, & Paradis, 2003; Perraton, Di Benedetto, & Carter, 2011).

Fatigue degradation is initially related to the micro-crack network growing uniformly in the material, with a decrease in macroscopic rigidity (Di Benedetto, de La Roche, Baaj, Pronk, & Lundström, 2004). During phase II, the micro-crack network propagates in a diffuse fashion within the material under repeated solicitations, and a macro-crack will appear, which leads to

the final failure stage (H. Di Benedetto et al., 2004). By assuming that the micro-damage will be uniformly spread out across the entire volume of the sample under testing, the evolution of the stiffness (|E*|) is used as an indicator of the fatigue damage evolution in the material. For a given magnitude of solicitation, the fatigue life of the material must correspond to the number of cycles required to reach the fatigue cracking initiation stage, which corresponds to the end of phase II. In phase III, the cracking process is associated with the coalescence of micro-cracks, up to the point where a "macro-crack" appears and propagates within the material.

Wöhler's law is used to model accurately the fatigue behaviour of an asphalt mixture for pavement design. Wöhler's law must represent the transition zone between phases II and III. The key is to define a correct criterion to determine the fatigue failure of the material. It is important to note that under cyclic solicitations, the stiffness loss of a sample cannot be only associated with the fatigue damage of the material itself, especially at the beginning of the test. Four phenomena can be associated with the stiffness loss of the material under cyclic solicitations: 1) non-linearity, 2) energy dissipation (heating effect), 3) thixotropy and, 4) fatigue damage (Di Benedetto, Nguyen, & Sauzéat, 2011). To specifically interpret the evolution of stiffness losses associated with the fatigue phenomenon, bias effects induced under cyclic solicitations must be considered.

In this project, fatigue characterization was carried out through a uniaxial Tension-Compression (T-C) test performed on cylindrical specimens of 120 mm in height and 75 mm in diameter. Uniaxial testing was chosen because of its ability to evaluate the true fatigue behaviour of the tested material (Zeiada, Underwood, & Kaloush, 2014). The tests were performed in a strain control mode at a temperature of 10°C and a frequency of 10 Hz.

A-VII.7 Results

As previously said, two asphalt mixtures were tested: ESG14 reference mixture and ESG14 with 10% glass content. For practical reason, the two mixtures will be referenced respectively as reference mixture and glass mixture for the following part of the article.

A-VII.7.1 Resistance to Thermal Cracking: Thermal Stress Restrained Specimen Test

TSRST experimental results are presented in Table-A VII-3. When analyzing TSRST test results, it is important to take into account the PG low temperature of the binder, which is -36.6°C in this case (Table-A VII-1). Also, binder content is known as a key parameter regarding thermal cracking. Generally, a higher binder content leads to better performance (Carter, 2002). Looking at the results, we can say that both mixtures have similar performance regarding thermal cracking (i.e. stress and T° at failure) even though there is a difference in binder content (binder content diminution of 8.7% in the glass mixture). Also, the temperature at failure is close to the PG low temperature.

Table-A VII-3 TSRST experimental test results (AASHTO TP10-93)

Asphalt mixture	**Sample**	**V_a (%)**	**Stress at failure (MPa)**	**T° at failure (°C)**
Reference (b % = 4.96)	1	4.0	3.5	-33.4
	2	5.1	4.8	-33.5
	3	4.7	3.4	-35.5
	mean value		*3.9*	*-34.1*
10% glass (b % = 4.53)	1	6.2	2.4	-31.6
	2	5.5	3.2	-35.3
	3	5.3	3.4	-35.5
	mean value		*3.0*	*-34.1*

A-VII.7.2 Linear Viscoelastic Properties: Complex Modulus

As previously said, complex modulus tests were conducted at eight different temperatures and seven different frequencies. Figure-A VII-1 shows the master curves (complex modulus norm, phase angle) for the four specimens tested at a reference temperature of 10°C. It should be

noted that the experimental results obtain from the four specimens respect the time-temperature superposition principle. All four specimens have similar master curves.

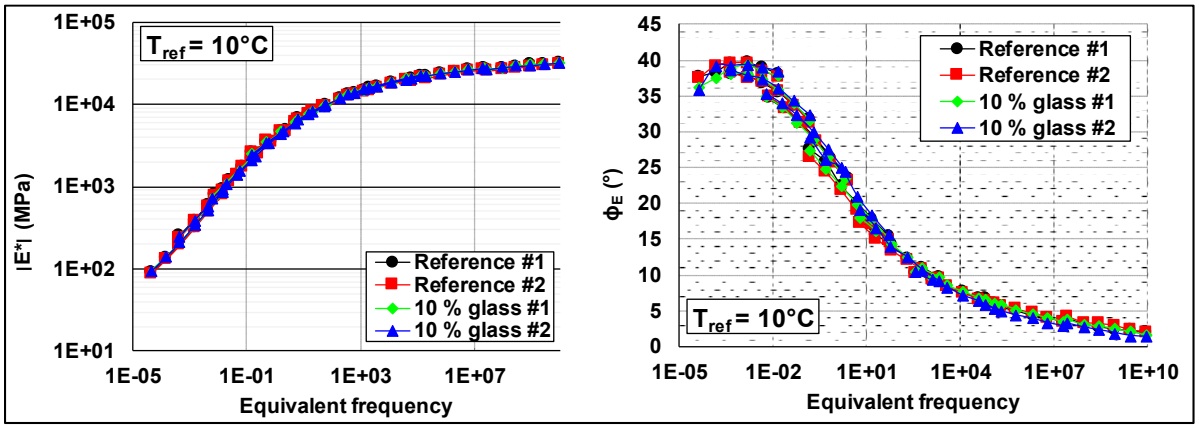


Figure-A VII-1 Experimental test results: a) master curves of the complex modulus norm at 10°C, b) master curves of the complex modulus phase angle at 10°C

Figure-A VII-2 shows the experimental test results in the Cole-Cole plan with the 2S2P1D model. The modelling parameters used are presented in Table-A VII-4. The k, h, δ and β parameters are related to the binder linear viscoelastic properties. Those parameters are the same for all specimens which means that adding crushed glass does not modify the binder linear viscoelastic properties. Regarding the other parameters, E_0 is the glassy modulus (E when $f \rightarrow \infty$) and is associated with the aggregate skeleton and void content, which can be considered similar for both mixtures. E_{00} is the static modulus (E when $f \rightarrow 0$) are slightly different for the two mixtures. Overall, considering the small differences regarding the 2S2P1D parameters and the master curves, it was found that adding glass does not impact the mixture linear viscoelastic properties.

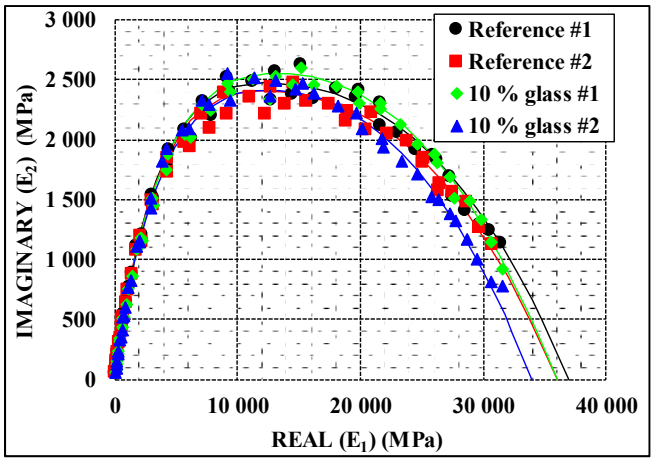


Figure-A VII-2 Complex modulus experimental test results in the Cole-Cole plan

Table-A VII-4 2S2P1D parameters used for modelling

Asphalt mixture	*b* (%)	V_a (%)	E_{00} MPa	E_0 MPa	*k*	*h*	*δ*	*β*	C_1	C_2
Reference #1	4.96	5.5	25	37,000	0.16	0.48	2.7	3,750	18.4	136.9
Reference #2		5.4	25	36,000	0.16	0.48	2.7	3,750	19.0	140.0
Glass #1	4.53	5.0	28	34,000	0.16	0.48	2.7	3,750	18.4	137.3
Glass #2		4.8	28	36,000	0.16	0.48	2.7	3,750	19.0	140.0

A-VII.7.3 Resistance to Fatigue Cracking: Uniaxial Cyclic Testing

In cyclic sinusoidal compression-tension testing, it takes a certain number of cycles in order to achieve the targeted axial strain amplitudes. For that reason, different criteria are used in order to evaluate the initial mixture stiffness, noted $|E_0^*|$. In this research, the $|E_0^*|$ value is the mixture stiffness at beginning of the test (N = 100 cycles) (H. Di Benedetto et al., 2004). It is important to know that regarding the $|E_0^*|$ criteria used, there are significant differences in the analysis of fatigue test results. The $|E_0^*|$ values as well as samples information and strain amplitude are presented in Table-A VII-5. Four fatigue tests with different levels of strain amplitude were done for each mixture.

Table-A VII-5 Fatigue testing samples characteristics and information

Mixture identification	Sample name	Voids (%)	Axial strain amplitude (µm/m)	$\lvert E_0^* \rvert$ (MPa)
Reference	REF-1	5.0	170	5,339
	REF-2	5.4	241	4,505
	REF-3	5.3	249	4,835
	REF-4	5.8	235	3,952
Glass	Glass-1	5.0	210	5,107
	Glass-2	5.3	230	5,266
	Glass-3	4.8	239	4,974
	Glass-4	5.0	252	5,639

A-VII.7.3.1 Fatigue test results

Different fatigue failure criteria are used in order to identify the transition from phase II to phase III. Some researchers have compared fatigue life values (N_f) of different samples from five different criteria: 1) criteria obtained from analysis of the sample homogeneity ($N_{f\Delta\varepsilon ax}$ & $N_{f\Delta\phi}$), 2) classical fatigue criterion based on modulus decrease ($N_{f50\%}$), 3) a criterion obtained from phase angle evolution ($N_{f\phi max}$), 4) a criterion obtained from viscous dissipated energy (N_{fWN}). They have shown that all those five criteria give similar results from asphalt mixture made with unmodified binder (N. Tapsoba, Sauzéat, & Benedetto, 2012). They also showed that $N_{f\Delta\varepsilon ax}$ and $N_{f\phi max}$ are strongly linked with the transition of phase II/III (N. Tapsoba et al., 2012). On the other hand, for a polymer modified binder, the classical fatigue criterion ($N_{f50\%}$) fails to properly identify the apparition of a macro-crack (Perraton et al., 2015).

In this project, four criteria were used: $N_{f50\%}$, $N_{f\Delta\varepsilon ax}$, $N_{f\Delta\phi}$ and $N_{f\phi max}$. $N_{f50\%}$ was previously described. $N_{f\Delta\varepsilon ax}$ is based on the reading of the strain amplitude of each extensometer. As proposed by some authors, a difference of more than 25% of the extensometers reading means that there is heterogeneity within the sample (H. Di Benedetto et al., 2004; Perraton et al.,

2011). The corresponding number of cycles is associated with failure. $N_{f\Delta\phi}$ is based on the same principle. In this case, it is a difference of more than 5° of the extensometer phase angle reading with the mean value (N. Tapsoba et al., 2012). Finally, $N_{f\phi max}$ is based on the evolution of the phase angle, maximum value of the phase angle is associated with the transition of phase II/III (H. Di Benedetto et al., 2004; Perraton et al., 2011). It is important to note that it is possible for a fatigue test to encounter only one fatigue criteria. In fact, in this research, it was possible to identify the fatigue life of all samples with $N_{f50\%}$ and $N_{f\Delta\varepsilon ax}$. In some cases, we could also identify the fatigue life according to the two other criteria. The Table-A VII-6 summarize the fatigue life for all samples tested.

Table-A VII-6 Experimental test results: summary of the N_f for tested samples

Sample number	**Axial strain (µm/m)**	$N_{f50\%}$	$N_{f\Delta\varepsilon ax}$	$N_{f\Delta\phi}$	$N_{f\phi max}$	$N_{fII/III}$
REF-1	170	867,866	8,378,574	-	8,223,344	8,300,959
REF-2	241	141,564	266,882	557,392	1,158,255	600,843
REF-3	249	80,368	154,151	309,576	-	231,684
REF-4	235	169,141	562,429	-	-	562,429
Glass-1	210	216,804	3,807,031	3,466,551	-	3,636,791
Glass-2	230	85,395	1,083,191	-	-	1,083,191
Glass-3	239	63,227	171,660	22,973	186,700	127,111
Glass-4	252	38,091	239,437	-	-	239,437

With those test results, it was decided to establish the $N_{fII/III}$ criterion associated with the transition between phases II and III based on the average value of the $N_{f\Delta\varepsilon ax}$, $N_{f\Delta\phi}$ and $N_{f\phi max}$. The $N_{fII/III}$ and $N_{f50\%}$ Wöhler curves are presented in Figure-A VII-3. The Wöhler curve presents the relationship between the initial axial strain (or axial stress) and the number of load repetitions to failure determined from tests performed at several axial strain (or axial stress) amplitude. They are represented as a straight line following the Eq. A VII-1.

$$N_f = c_1 \varepsilon^{-c_2} \qquad \text{(A VII-1)}$$

Where N_f is fatigue life (number of cycles corresponding to the failure point for a given specific criterion), ε is applied strain amplitude (µm/m) at a given testing temperature under a specific testing frequency, c_1 (intercept) and c_2 (slope) two coefficients depending on both the material and the chosen criterion. One parameter that is often used in analysis of fatigue testing is ε_6 and corresponds to the strain amplitude for a failure at 1,000,000 cycles. Table-A VII-7 presents the different values of the parameters for the two mixtures tested.

Table-A VII-7 Values of the parameters of the Wöhler curves for different criteria

Mixture	**Number of samples tested**	**Failure criteria**	**c_1**	**c_2**	**ε_6**	**R^2**
Reference	4	$N_{fII/III}$	8E+25	8.508	218.4	0.96
		$N_{f50\%}$	4E+18	5.678	165.8	0.97
Glass	4	$N_{fII/III}$	3E+47	17.63	225.2	0.77
		$N_{f50\%}$	7E+27	9.685	180.1	0.99

Based on the results, we can draw the following conclusion:

- R^2 values are really close to 1, except for the $N_{fII/III}$ glass mixture;
- the $N_{f50\%}$ criterion gives lower values of ε_6 than the $N_{fII/III}$ criterion;
- the $N_{fII/III}$ criterion gives similar values for ε_6 for both mixtures;
- the $N_{fII/III}$ criterion gives different values of the slope and intercept. Glass mixture seems to be more sensitive than reference mixture at strain amplitude higher than 230 µstrain;
- at strain amplitude lower than 230 µstrain, glass mixture is less sensitive than reference mixture.

Finally, there is a significant difference in terms of fatigue life regarding the failure criterion used. The binder used in this project is a polymer modified which means that the $N_{f50\%}$ criterion

does not specifically identify the apparition of macro-crack in the mixture. As seen in other researches, this criterion does not give the correct number of cycles associated with failure for a given strain amplitude (Perraton et al., 2015; Sabouri & Kim, 2014). $N_{fII/III}$ seems to be the appropriate criterion to use in this case.

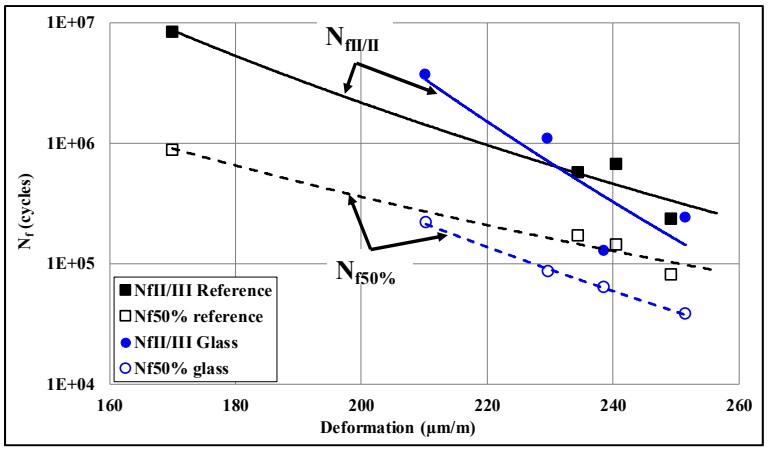


Figure-A VII-3 $N_{fII/III}$ Wöhler curves for reference and glass mixture

A-VII.7.3.2 Damage at failure

In order to evaluate the fatigue performances of an asphalt mixture, we analyze the evolution of the mixture stiffness. In order to get the true fatigue loss that is due to the fatigue phenomenon, we must take away the bias effects such as non-linearity, heating and thixotropy. If we assume that the stiffness modulus evolution is linear in phase II and so, for given intervals, the stiffness modulus values can be corrected. This is the DGCB method. This method is fully detailed in other references (Perraton et al., 2015; N. Tapsoba et al., 2012).

In asphalt mixture fatigue testing, it is possible to calculate the damage of the sample during testing. It is done by comparing the stiffness modulus at a given number of cycles with the initial stiffness modulus. The damage at failure is calculated with the Eq. A VII-2. Researchers have shown that the damage value D_{III} associated with the transition of phase II/III is a function of the strain amplitude (H. Di Benedetto et al., 2004; Perraton et al., 2015; N. Tapsoba et al.,

2012). In this project, it is not the case which is quite surprising. We see on Figure-A VII-4 that the damage value at failure for a given mixture seems to be equivalent regardless of the strain amplitude.

The DCGC method was developed to evaluate the damage at the transition of phase II/III taking into account the biasing effects occurring mainly during phase I. This way, a corrected damage value is calculated for the transition between phase II/III. The corrected damage is calculated with Eq. A VII-3. In this equation, C_i and E_{00i} depends on the intervals used. As used in another research, three intervals were considered in this project are: 1) i = 0, 40,000 to 80,000 cycles, 2) i = 1, 50,000 to 150,000 cycles and 3) i = 2, 150,000 to 300,000 cycles (N. Tapsoba et al., 2012).

$$D_{III} = \frac{\left|E_0^*\right| - \left|E_{III}^*\right|}{\left|E_0^*\right|} \qquad \text{(A VII-2)}$$

$$D_{IIIc} = D_{III} - C_i \left[\frac{\left|E_0^*\right| - \left|E_{00i}^*\right|}{\left|E_0^*\right|} \right] \qquad \text{(A VII-3)}$$

The E_{00i} represents the stiffness at cycle number 1 and is obtained by linear extrapolation on the interval *i* considered. According to some researchers, the interval to be considered is the one having the highest values of cycles (N. Tapsoba et al., 2012). The value of Ci constant depends on the interval and are the following: 1) for interval 0, C_0 = 4/5, 2) for interval 1, C_1 = 3/4 and 3) for interval 2, C_2 = 2/3 (Ashayer Soltani, 1988). The corrected damage appears to be independent from the strain amplitude with a proposed D_{IIIc} value of approximately 23% with a standard deviation of 5% (H. Di Benedetto et al., 2004). In this research, for the reference and glass mixtures, the D_{IIIc} mean value are respectively 26.0% and 26.1% with a standard deviation of 4.5% and 4.8% (Figure-A VII-4). Those results give a corrected damage value slightly higher than the 23% value proposed (H. Di Benedetto et al., 2004).

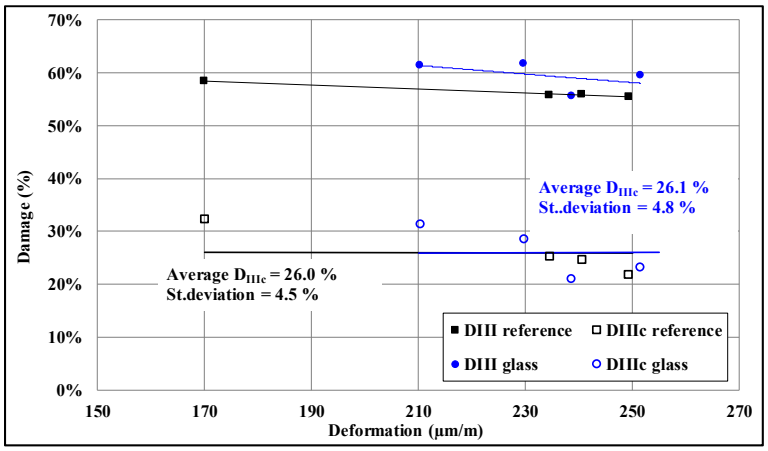


Figure-A VII-4 Damage values and corrected damage values at the transition of phase II & III

A-VII.8 Conclusion

The objective of this study was to compare the thermomechanical performances of two asphalt mixture: a ESG14 reference mixture and a mixture with a glass content of 10%. Three thermomechanical performances were evaluated. Overall, it was found that it is possible to use glass in an asphalt mixture, to lower the binder content and so, without compromising thermomechanical performances. In fact, the resistance to thermal cracking as well as the linear viscoelastic properties were found to be equivalent for both mixtures. Regarding fatigue test results, the $N_{fII/III}$ failure criterion seems to be more accurate. In this case, the glass mixture has better performances regarding resistance to fatigue cracking than the reference mixture.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AASHTO. (2014). *Standard Method of Test for Resistance of Compacted Asphalt Mixtures to Moisture-Induced Damage*. Washington, DC.

Abuawad, I. M. A., Al-Qadi, I. L., & Trepanier, J. S. (2015). Mitigation of moisture damage in asphalt concrete: Testing techniques and additives/modifiers effectiveness. *Construction and Building Materials, 84*, 437-443. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.001

Airey, G. D., Collop, A. C., & Thom, N. H. (2004). *Mechanical Performance of Asphalt Mixtures incorporation Slag and Glass Secondary Aggregates* présentée à 8th Conference on Asphalt Pavements for Southern Africa, Sun City South Africa, 12-16 September 2004.

Akbari, A., & Modarres, A. (2017). Effect of clay and lime nano-additives on the freeze–thaw durability of hot mix asphalt. *Road Materials and Pavement Design, 18*(3), 646-669. doi: 10.1080/14680629.2016.1182939

Ameri, M., Kouchaki, S., & Roshani, H. (2013). Laboratory evaluation of the effect of nano-organosilane anti-stripping additive on the moisture susceptibility of HMA mixtures under freeze–thaw cycles. *Construction and Building Materials, 48*, 1009-1016. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.030

Androjić, I., & Dimter, S. (2016). Properties of hot mix asphalt with substituted waste glass. *Materials and Structures, 49*(1), 249-259. doi: 10.1617/s11527-014-0492-3

Apeagyei, A. K., Grenfell, J. R. A., & Airey, G. D. (2014). Moisture-induced strength degradation of aggregate–asphalt mastic bonds. *Road Materials and Pavement Design, 15*(sup1), 239-262. doi: 10.1080/14680629.2014.927951

Apeagyei, A. K., Grenfell, J. R. A., & Airey, G. D. (2015). Influence of aggregate absorption and diffusion properties on moisture damage in asphalt mixtures. *Road Materials and Pavement Design, 16*(sup1), 404-422. doi: 10.1080/14680629.2015.1030827

Arabani, M. (2011). Effect of glass cullet on the improvement of the dynamic behaviour of asphalt concrete. *Construction and Building Materials, 25*(3), 1181-1185. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.09.043

Arabani, M., & Kamboozia, N. (2012). The linear visco-elastic behaviour of glasphalt mixture under dynamic loading conditions. *Construction and Building Materials, 41*, 594-601. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.12.023.

Arabani, M., & Kamboozia, N. (2014). New achievements in visco-elastoplastic constitutive model and temperature sensitivity of glasphalt. *International Journal of Pavement Engineering, 15*(9), 810-830. doi: 10.1080/10298436.2014.893317

Arabani, M., Tahami, S. A., & Taghipoor, M. (2017). Laboratory investigation of hot mix asphalt containing waste materials. *Road Materials and Pavement Design, 18*(3), 713-729. doi: 10.1080/14680629.2016.1189349

Ashayer Soltani, M. A. (1988). *Comportement en fatigue des enrobés bitumineux* (Ph.D. Thesis, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat (ENTPE) - Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA)).

Baaj, H., Ech, M., Tapsoba, N., Sauzeat, C., & Di Benedetto, H. (2013). Thermomechanical characterization of asphalt mixtures modified with high contents of asphalt shingle modifier (ASM®) and reclaimed asphalt pavement (RAP). *Materials and Structures, 46*(10), 1747-1763. doi: 10.1617/s11527-013-0015-7

Babadopulos, L. F. d. A. L., Sauzéat, C., & Di Benedetto, H. (2017). Softening and local self-heating of bituminous mixtures during cyclic loading. *Road Materials and Pavement Design, 18*(sup2), 164-177. doi: 10.1080/14680629.2017.1304260

Badeli, S., Carter, A., & Doré, G. (2017). Complex modulus and fatigue analysis of an asphalt mix after daily rapid freeze-thaw cycles. *Journal of Materials in Civil Engineering*.

Badeli, S., Carter, A., & Doré, G. (2018). Effect of laboratory compaction on the viscoelastic characteristics of an asphalt mix before and after rapid freeze-thaw cycles. *Cold Regions Science and Technology, 146*, 98-109. doi: https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2017.12.001

Bagampadde, U., Isacsson, U., & Kiggundu, B. M. (2004). Classical and Contemporary Aspects of Stripping in Bituminous Mixes. *Road Materials and Pavement Design, 5*(1), 7-43. doi: 10.1080/14680629.2004.9689961

Bahia, H., Moraes, R., & Velasquez, R. (2012). *The effect of bitumen stiffness on the adhesive strength measured by the bitumen bond strength test* présentée à 5th Eurasphalt and Eurobitume Congress, Istanbul, Turkey.

Baldi-Sevilla, A., Montero, M. L., Aguiar-Moya, J. P., Loria-Salazar, L. G., & Bhasin, A. (2017). Influence of bitumen and aggregate polarity on interfacial adhesion. *Road Materials and Pavement Design, 18*(sup2), 304-317. doi: 10.1080/14680629.2017.1304265

Barco Carrión, A. J. d., Lo Presti, D., Pouget, S., Airey, G., & Chailleux, E. (2017). Linear viscoelastic properties of high reclaimed asphalt content mixes with biobinders. *Road Materials and Pavement Design, 18*(sup2), 241-251. doi: 10.1080/14680629.2017.1304253

Bhasin, A., Masad, E., Little, D., & Lytton, R. (2006). Limits on Adhesive Bond Energy for Improved Resistance of Hot-Mix Asphalt to Moisture Damage. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 1970*, 3-13. doi: 10.3141/1970-03

Bilodeau, K. (2012). *Comportement thermomécanique des matériaux traités au liant hydraulique et des bétons compactés routiers incluant des fraisâts bitumineux et des fibres métalliques* (École Nationale des Travaux Publics de l'État).

Blasl, A., Khalili, M., Canon Falla, G., Oeser, M., Liu, P., & Wellner, F. (2017). Rheological characterisation and modelling of bitumen containing reclaimed components. *International Journal of Pavement Engineering*, 1-11. doi: 10.1080/10298436.2017.1321415

Bourges, B., & Faur-Brasquet, C. (2003). Modélisation statistiques des données. Dans T. D. Lavoisier (Éd.), *Méthodologie expérimentale - Méthodes et outils pour les expérimentations scientifiques* (pp. 129-214). Paris.

Buss, A., Williams, R. C., & Schram, S. (2016). Evaluation of moisture susceptibility tests for warm mix asphalts. *Construction and Building Materials, 102, Part 1*, 358-366. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.11.010

Caillou, A. (2017). Le verre, la bête noire du recyclage au Québec. Repéré le 17-01 à http://www.ledevoir.com/environnement/actualites-sur-l-environnement/507237/le-verre-la-bete-noire-du-recyclage-au-quebec

Canestrari, F., Cardone, F., Graziani, A., Santagata, F. A., & Bahia, H. U. (2010). Adhesive and Cohesive Properties of Asphalt-Aggregate Systems Subjected to Moisture Damage. *Road Materials and Pavement Design, 11*(sup1), 11-32. doi: 10.1080/14680629.2010.9690325

Caro, S., Masad, E., Bhasin, A., & Little, D. N. (2008). Moisture susceptibility of asphalt mixtures, Part 1: mechanisms. *International Journal of Pavement Engineering, 9*(2), 81-98. doi: 10.1080/10298430701792128

Carter, A. (2002). *Rhéologie en petite déformation des enrobés bitumineux et mesure de leur résistance à basse température à partir de l'essai TSRSTS* (École de technologie supérieure). Repéré à http://espace.etsmtl.ca/823/1/CARTER_Alan.pdf

Chaturabong, P., & Bahia, H. U. (2016). Effect of moisture on the cohesion of asphalt mastics and bonding with surface of aggregates. *Road Materials and Pavement Design*, 1-13. doi: 10.1080/14680629.2016.1267659

Chaussées, L. d. (2016a). *Détermination de l'Aptitude au Compactage des Enrobés à Chaud à la Presse à Cisaillement Giratoire*. Québec, Québec: Les Publications du Québec.

Chaussées, L. d. (2016b). *Enrobés à chaud formulés selon la méthode de formulation du Laboratoire des chaussées*. Québec, Québec: Les Publications Québec.

Cuadri, A. A., Partal, P., Ahmad, N., Grenfell, J., & Airey, G. (2015). Chemically modified bitumens with enhanced rheology and adhesion properties to siliceous aggregates. *Construction and Building Materials, 93*, 766-774. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.05.098

Curtis, C. W., Ensley, K., & Epps, J. (1993). *Fundamental properties of asphalt-aggregate interactions including adhesion and absorption*. National Research Council Washington, DC, USA.

Darque-Ceretti, E., & Felder, E. (2003). *Adhésion et Adhérence*. CNRS Editions.

Day, D., & Schaffer, R. (1989). *Glasphalt Paving Handbook*. University of Missouri-Rolla.

Dembickl, M. (1992). Glasphalt Paves an Alternate Route. *Waste Age Magazine, 23*(11), 87-92.

Di Benedetto, H. (1990). Nouvelle approche du comportement des enrobés bitumineux: résultats expérimentaux et formulation rhéologique. *RILEM, Mechanical tests for bituminous mixes, Budapest*, 387-401.

Di Benedetto, H., & Corté, J.-F. (2005a). *Matériaux routiers bitumineux 1 : description et propriétés des constituants* (Vol. 1ère éd.). Paris: Hermes Science.

Di Benedetto, H., & Corté, J.-F. (2005b). *Matériaux routiers bitumineux 2 : constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges* (Vol. 1ère éd.). Paris: Hermes Science.

Di Benedetto, H., de La Roche, C., Baaj, H., Pronk, A., & Lundström, R. (2004). Fatigue of bituminous mixtures. *Materials and Structures, 37*(3), 202-216. doi: 10.1007/BF02481620. Repéré à http://dx.doi.org/10.1007/BF02481620

Di Benedetto, H., Delaporte, B., & Sauzéat, C. (2007). Three-Dimensional Linear Behavior of Bituminous Materials: Experiments and Modeling. *International Journal of Geomechanics, 7*(2), 149-157. doi: doi:10.1061/(ASCE)1532-3641(2007)7:2(149)

Di Benedetto, H., Nguyen, Q. T., & Sauzéat, C. (2011). Nonlinearity, Heating, Fatigue and Thixotropy during Cyclic Loading of Asphalt Mixtures. *Road Materials and Pavement Design, 12*(1), 129-158. doi: 10.1080/14680629.2011.9690356. Repéré à http://dx.doi.org/10.1080/14680629.2011.9690356

Di Benedetto, H., Olard, F., Sauzéat, C., & Delaporte, B. (2004). Linear viscoelastic behaviour of bituminous materials: From binders to mixes. *Road Materials and Pavement Design, 5*(sup1), 163-202. doi: 10.1080/14680629.2004.9689992

Di Benedetto, H., Partl, M. N., Francken, L., & De La Roche Saint André, C. (2001). Stiffness testing for bituminous mixtures. *Materials and Structures, 34*(2), 66-70. doi: 10.1007/bf02481553

Doucet, F., & Auger, B. (2010). *Détermination du module complexe des enrobés au ministère des Transports du Québec*. Direction du laboratoire des chaussées.

Dumont, A.-G., Tille, M., & Carter, A. (2017). *Voies de circulation* (1ère édition éd.). Presses polytechniques et universitaires romandes.

ÉEQ. (2017). The Innovative Glass Works Plan. Repéré

El-Hakim, M., & Tighe, S. (2014). Impact of Freeze-Thaw Cycles on Mechanical Properties of Asphalt Mixes. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 2444*, 20-27. doi: 10.3141/2444-03

Federal Highway Administration, U. S. D. o. T. (2012). *User Guidelines for Waste and Byproduct Materials in Pavement Construction : Waste Glass*. En Ligne. Repéré à http://www.fhwa.dot.gov/publications/research/infrastructure/pavements/97148/068.cfm

Feng, D., Yi, J., Wang, D., & Chen, L. (2010). Impact of salt and freeze–thaw cycles on performance of asphalt mixtures in coastal frozen region of China. *Cold Regions Science and Technology, 62*(1), 34-41. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.coldregions.2010.02.002

Ferry, J. D. (1980). *Viscoelastic properties of polymers*. John Wiley & Sons.

FHWA. (2016). *User Guidelines for Waste and Byproduct Materials in Pavement Construction : Waste Glass*. Online: US Departement of Transportation. Repéré à http://www.fhwa.dot.gov/publications/research/infrastructure/pavements/97148/068.cfm

Figueroa, A., Velasquez, R., Reyes, F., & Bahia, H. (2013). Effect of Water Conditioning for Extended Periods on the Properties of Asphalt Binders. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 2372*, 34-45. doi: 10.3141/2372-05

Fowkes, F. M. (1964). Dispersion Force Contributions to Surface and Interfacial Tensions, Contact Angles, and Heats of Immersion. Dans *Contact Angle, Wettability, and Adhesion* (Vol. 43, pp. 99-111). AMERICAN CHEMICAL SOCIETY.

Friedli, C. (2002). *Chimie générale pour ingénieur*. Presses polytechniques et universitaires romandes.

G. W. Maupin, J. (1998). *Effect of glass concentration on stripping of glasphalt (VTRC- 98-R30*. Charlottesville, Virginia: Virginia Transportation Research Council.

Gagné, L. (2010). *Le Verre : Fiches informatives*. En Ligne: Repéré à http://www.recyc-quebec.gouv.qc.ca/Upload/Publications/Fiche-verre.pdf.

Ghabchi, R., Singh, D., Zaman, M., & Hossain, Z. (2016). Laboratory characterisation of asphalt mixes containing RAP and RAS. *International Journal of Pavement Engineering, 17*(9), 829-846. doi: 10.1080/10298436.2015.1022778

Hamedi, G. H. (2017). Evaluating the effect of asphalt binder modification using nanomaterials on the moisture damage of hot mix asphalt. *Road Materials and Pavement Design, 18*(6), 1375-1394. doi: 10.1080/14680629.2016.1220865

Hefer, A., & Little, D. (2005). *Adhesion in bitumen-aggregate systems and quantification of the effect of water on the adhesive bond*. Texas A&M University.

Hesami, S., Roshani, H., Hamedi, G. H., & Azarhoosh, A. (2013). Evaluate the mechanism of the effect of hydrated lime on moisture damage of warm mix asphalt. *Construction and Building Materials, 47*, 935-941. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.079

Hicks, R. G. (1991). *Moisture damage in asphalt concrete*. Transportation Research Board.

Huang, S.-C., Robertson, R. E., Branthaver, J. F., & Petersen, J. C. (2005). Impact of Lime Modification of Asphalt and Freeze–Thaw Cycling on the Asphalt–Aggregate Interaction and Moisture Resistance to Moisture Damage. *Journal of Materials in Civil Engineering, 17*(6), 711-718. doi: doi:10.1061/(ASCE)0899-1561(2005)17:6(711)

Huang, Y., Bird, R. N., & Heidrich, O. (2007). A review of the use of recycled solid waste materials in asphalt pavements. *Resources, Conservation and Recycling, 52*(1), 58-73. doi: https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2007.02.002

Hughes, C. S. (1990). *Feasibility of Using Recycled Glass in Asphalt* (nº VTRC 90-R3). Richmond: Commonwealth of Virgina.

Jo, M.-C., Tarrer, A. R., Jeon, Y. W., Park, S. J., & Yoon, H. H. (1997). Investigation of the effect of aggregate pretreatment with antistripping agents on the asphalt-aggregate bond. *Petroleum Science and Technology, 15*(3-4), 245-271. doi: 10.1080/10916469708949655

Jolicoeur, C., & Otis, N. (2006). *Étude du mécanisme d'adhésion entre un liant bitumineux et un granulat*. Québec: Ministère des transports. Repéré à http://www.bv.transports.gouv.qc.ca/mono/0946763.pdf

Kakade, V. B., Reddy, M. A., & Reddy, K. S. (2016). Evaluation of the sensitivity of different indices to the moisture resistance of bituminous mixes modified by hydrated lime and other modifiers. *Road Materials and Pavement Design*, 1-16. doi: 10.1080/14680629.2016.1224198

Kandhal, P., & Rickards, I. (2001). Premature failure of asphalt overlays from stripping: Case histories. *Asphalt Paving Technology, 70*, 301-351.

Kandhal, P. S. (1992). *Waste Materials in Hot Mix Asphalt: An Overview* (nº NCAT Report No. 92-6). Auburn University, Alabama: National Center for Asphalt Technology.

Kandhal, P. S. (1993). Waste materials in hot mix asphalt—An overview. Dans *Use of waste materials in hot-mix asphalt*. ASTM International.

Kanitpong, K., & Bahia, H. U. (2003). Role of adhesion and thin film tackiness of asphalt binders in moisture damage of HMA. Dans *Association of Asphalt Paving Technologists Technical Sessions, 2003, Lexington, Kentucky, USA* (Vol. 72).

Kiggundu, B. M., & Roberts, F. L. (1988). *The Success/Failure of Methods Used to Predict the Stripping Potential in the Performance of Bituminous Pavement Mixtures* présentée à Transportation Research Board, Washington, DC.

Kringos, N., & Scarpas, A. (2005). Raveling of Asphaltic Mixes Due to Water Damage: Computational Identification of Controlling Parameters. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 1929*, 79-87. doi: 10.3141/1929-10

Lachance-Tremblay, É., Perraton, D., Vaillancourt, M., & Di Benedetto, H. (2017). Degradation of asphalt mixtures with glass aggregates subjected to freeze-thaw cycles. *Cold Regions Science and Technology, 141*, 8-15. doi: https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2017.05.003

Lachance-Tremblay, É., Perraton, D., Vaillancourt, M., & Di Benedetto, H. (2018). *LVE Properties of Asphalt Mixtures with Glass Aggregates Subjected to Water Exposure and Freeze-Thaw Cycles* présentée à ISAP 2018 Conference on Asphalt Pavements, Fortaleza, Brazil.

Lachance-Tremblay, É., Vaillancourt, M., & Perraton, D. (2014). Evaluation of the performance of an asphalt mix with crushed glass. Dans S. Goodman (Éd.), *59th Annual Conference of the Canadian Technical Asphalt Association* (pp. 269-283).

Lachance-Tremblay, É., Vaillancourt, M., & Perraton, D. (2016a). Evaluation of the impact of recycled glass on asphalt mixture performances. *Road Materials and Pavement Design, 17*(3), 600-618. doi: 10.1080/14680629.2015.1103778

Lachance-Tremblay, É., Vaillancourt, M., & Perraton, D. (2016b). Linear Viscoelastic Properties, Low Temperature and Fatigue Performances of Asphalt Mixture with Recycled Glass. Dans *ISAP 2016 Symposium*. International Society for Asphalt Pavements (ISAP).

Lachance-Tremblay, É., Vaillancourt, M., Perraton, D., & Di Benedetto, H. (2017, November 13th to 15th 2017). *Using Complex Modulus (E*) Test to Evaluate Moisture Damage of Hot Mix Asphalt (HMA) with Glass Aggregates* présentée à 62st Annual Conference of the Canadian Technical Asphalt Association, Halifax, Canada.

Lachance Tremblay, É. (2014). *Incorporation de particules de verre post-consommation dans un enrobé bitumineux de type ESG14* (Master thesis, École de technologie supérieure). Repéré à http://espace.etsmtl.ca/1383/1/LACHANCE_TREMBLAY_%C3%89ric.pdf

Lamothe, S. (2014). *Endommagement d'un enrobé bitumineux partiellement saturé en eau ou en saumure soumis à des sollicitations cycliques de gel-dégel et mécaniques* (École de technologie supérieure). Repéré à http://espace.etsmtl.ca/1363/1/LAMOTHE_S%C3%A9bastien.pdf

Lamothe, S., Perraton, D., & Benedetto, H. D. (2017). Degradation of hot mix asphalt samples subjected to freeze-thaw cycles and partially saturated with water or brine. *Road Materials and Pavement Design, 18*(4), 849-864. doi: 10.1080/14680629.2017.1286442

Lamothe, S., Perraton, D., & Di Benedetto, H. (2015). Contraction and expansion of partially saturated hot mix asphalt samples exposed to freeze–thaw cycles. *Road Materials and Pavement Design, 16*(2), 277-299. doi: 10.1080/14680629.2014.990917

Lamothe, S., Perraton, D., & Di Benedetto, H. (2016). Deterioration of HMA Partially Saturated with Water or Brine Subjected to Freeze-Thaw Cycles. Dans F. Canestrari & M. N. Partl (Éds.), *8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials* (pp. 705-717). Dordrecht: Springer Netherlands. doi: 10.1007/978-94-017-7342-3_57

Lesueur, D., Denayer, C., Ritter, H.-J., Kunesch, C., Gasiorowski, S., & D'Alto, A. (2016, 1-3 June 2016). *The use of hydrated lime in the formulation of asphalt mixutres: European case studies* présentée à 6th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Prague, Czech Republic.

Lesueur, D., Petit, J., & Ritter, H.-J. (2013). The mechanisms of hydrated lime modification of asphalt mixtures: a state-of-the-art review. *Road Materials and Pavement Design, 14*(1), 1-16. doi: 10.1080/14680629.2012.743669

Lesueur, D., Petit, J., & Ritter, H.-J. (2013). The mechanisms of hydrated lime modification of asphalt mixtures: a state-of-the-art review. *Road Materials and Pavement Design*.

Li, K., Lu, H., Sun, L., Liu, L., & Huang, W. (2011). Glasphalt Mixtures' Performance Research and Analysis. Dans *ICTE 2011* (pp. 1427-1432). doi: doi:10.1061/41184(419)236. Repéré à http://ascelibrary.org/doi/abs/10.1061/41184%28419%29236

Liang, R. Y. (2008). *Refine AASHTO T283 Resistance of Compacted Bituminous Mixture to Moisture Induced Damage for Superpave*. Washington DC: FHWA.

Little, D. N., & Jones, D. (2003). *Chemical and mechanical mechanisms of moisture damage in hot mix asphalt pavements*. Washington DC: National Academies Press.

Little, D. N., & Petersen, J. C. (2005). Unique effects of hydrated lime filler on the performance-related properties of asphalt cements: Physical and chemical interactions revisited. *Journal of Materials in Civil Engineering, 17*(2), 207-218.

Malisch, W. R., Day, D. E., & Wixson, B. G. (1970). Use of domestic waste glass as aggregate in bituminous concrete. *Highway Research Record,* (307).

Mangiafico, S., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Olard, F., Pouget, S., & Planque, L. (2014). New method to obtain viscoelastic properties of bitumen blends from pure and reclaimed asphalt pavement binder constituents. *Road Materials and Pavement Design, 15*(2), 312-329. doi: 10.1080/14680629.2013.870639

Maupin, G. W. J. (1998). *Effect of glass concentration on stripping of glasphalt (VTRC- 98-R30*. Charlottesville, Virginia: Virginia Transportation Research Council.

Md. Yusoff, N. I., Mounier, D., Marc-Stéphane, G., Rosli Hainin, M., Airey, G. D., & Di Benedetto, H. (2013). Modelling the rheological properties of bituminous binders using the 2S2P1D Model. *Construction and Building Materials, 38*, 395-406. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.08.038

Mehrara, A., & Khodaii, A. (2013). A review of state of the art on stripping phenomenon in asphalt concrete. *Construction and Building Materials, 38*, 423-442. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.08.033

Meng, J. (2010). *Affinity of Asphalt to Mineral Aggregate: Pull-off Test Evaluation* (University of Wisconsin - Madison, Madison, Wisconsin).

Mohajerani, A., Vajna, J., Cheung, T. H. H., Kurmus, H., Arulrajah, A., & Horpibulsuk, S. (2017). Practical recycling applications of crushed waste glass in construction materials: A review. *Construction and Building Materials, 156*(Supplement C), 443-467. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.005

Mounier, D., Di Benedetto, H., & Sauzéat, C. (2012). Determination of bituminous mixtures linear properties using ultrasonic wave propagation. *Construction and Building Materials, 36*, 638-647. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.136

MTMDET. (2017). *Enrobés à chaud formulés selon la méthode de formulation du Laboratoire des chaussées*. Québec.

N. Little, D., & A. Epps, J. (2006). *The Benefits of Hydrated Lime in Hot Mix Asphalt (Updated version by Peter E. Sebaaly in 2006)*. National Lime Association.

Nazirizad, M., Kavussi, A., & Abdi, A. (2015). Evaluation of the effects of anti-stripping agents on the performance of asphalt mixtures. *Construction and Building Materials, 84*(Supplement C), 348-353. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.024

Nguyen, Q. T., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., & Tapsoba, N. (2013). Time Temperature Superposition Principle Validation for Bituminous Mixes in the Linear and Nonlinear Domains. *Journal of Materials in Civil Engineering, 25*(9), 1181-1188. doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000658

Nguyen, T., Byrd, E. W., Bentz, D., & Martin, J. (2005). In Situ Spectroscopic Study of Water at the Asphalt/Siliceous Substrate Interface and Its Implication in Stripping. *The Journal of Adhesion, 81*(1), 1-28. doi: 10.1080/00218460590904426

Olard, F. (2003). *Comportement thermomécaniques des enrobés bitumineux à basses températures - Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé* (INSA de Lyon). Repéré à Entpe.

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. doi: 10.1080/14680629.2003.9689946

Olard, F., Di Benedetto, H., Eckmann, B., & Triquigneaux, J.-P. (2003). Linear Viscoelastic Properties of Bituminous Binders and Mixtures at Low and Intermediate Temperatures. *Road Materials and Pavement Design, 4*(1), 77-107. doi: 10.1080/14680629.2003.9689941

Özgan, E., & Serin, S. (2013). Investigation of certain engineering characteristics of asphalt concrete exposed to freeze–thaw cycles. *Cold Regions Science and Technology, 85*, 131-136. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.coldregions.2012.09.003

Pajean, G. (2007). Une petite encyclopédie du verre : L'élaboration du verre. *Verre, 13*(5), 14-17.

Perraton, D. (2016). *Science et Technologie des Matériaux - Notes de cours*. Montréal, Canada: École de Technologie Supérieure.

Perraton, D., Baaj, H., Benedetto, H. D., & Paradis, M. (2003). Évaluation de la résistance à la fatigue des enrobés bitumineux fondée sur l'évolution de l'endommagement du matériau en cours d'essai : aspects fondamentaux et application à l'enrobé à matrice de pierre. *Canadian Journal of Civil Engineering, 30*(5), 902-913. doi: 10.1139/l03-067. Repéré à http://dx.doi.org/10.1139/l03-067

Perraton, D., Di Benedetto, H., & Carter, A. (2011). Correspondances entre les coefficients des modèles de fatigue dans les méthodes mécanistiques-empiriques de dimensionnement de chaussées souples. *Canadian Journal of Civil Engineering, 38*(11), 1287-1299. doi: 10.1139/l11-102. Repéré à http://dx.doi.org/10.1139/l11-102

Perraton, D., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Hofko, B., Graziani, A., Nguyen, Q. T., . . . Grenfell, J. (2016). 3Dim experimental investigation of linear viscoelastic properties of bituminous mixtures. *Materials and Structures, 49*(11), 4813-4829. doi: 10.1617/s11527-016-0827-3

Perraton, D., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Nguyen, Q. T., & Pouget, S. (2017). 3D Linear Viscoelastic Properties of two asphalt mixtures made with the same binder. *Journal of Materials in Civil Engineering*.

Perraton, D., Touhara, R., Di Benedetto, H., & Carter, A. (2015). Ability of the classical fatigue criterion to be associated with macro-crack growth. *Materials and Structures, 48*(8), 2383-2395. doi: 10.1617/s11527-014-0321-8. Repéré à http://dx.doi.org/10.1617/s11527-014-0321-8

Petersen, J. C., & Plancher, H. (1998). Model studies and interpretive review of the competitive adsorption and water displacement of petroleum asphalt chemical functionalities on mineral aggregate surfaces. *Petroleum Science and Technology, 16*(1-2), 89-131. doi: 10.1080/10916469808949774

Pham, N. H., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., Gonzalez-Leon, J. A., Barreto, G., Nicolaï, A., & Jakubowski, M. (2015). Reclaimed asphalt pavement and additives influence on 3D linear behaviour of warm mix asphalt. *Road Materials and Pavement Design, 16*(3), 569-591.

Phan, C. V., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., & Lesueur, D. (2016). Influence of Hydrated Lime on Linear Viscoelastic Properties of Bituminous Mixtures. Dans F. Canestrari & M. N. Partl (Éds.), *8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials* (pp. 667-680). Dordrecht: Springer Netherlands. doi: 10.1007/978-94-017-7342-3_54

Phan, C. V., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Lesueur, D., Pouget, S., Olard, F., & Dupriet, S. (2017). Complex modulus and fatigue resistance of bituminous mixtures containing hydrated lime. *Construction and Building Materials, 139*(Supplement C), 24-33. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.042

Pinzon, E. A. C. (2004). *Contribution de méthodes non destructives à l'évaluation de l'effet de l'eau sur les enrobés bitumineux* (Université de Nantes, Nantes, France).

Porot, L., Besamusca, J., Soenen, H., Apeagyei, A., Grenfell, J., & Sybilski, D. (2016). Bitumen/Aggregate Affinity—Rilem Round Robin Test on Rolling Bottle Test. Dans F. Canestrari & M. N. Partl (Éds.), *8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials* (pp. 153-164). Springer Netherlands.

Pouget, S., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., & Olard, F. (2012). Modeling of viscous bituminous wearing course materials on orthotropic steel deck. *Materials and Structures, 45*(7), 1115-1125. doi: 10.1617/s11527-011-9820-z

Québec, G. d. (2016). *Enrobés à chaud formulés selon la méthode de formulation du Laboratoire des chaussées*. Québec, Québec: Publications Québec.

Québec, M. d. T. d. (2013). *Cahier des Charges et Devis Généraux - Construction et Réparation*. Québec: Les Publications du Québec.

Rahbar-Rastegar, R., & Daniel, J. S. (2016). Laboratory versus plant production: impact of material properties and performance for RAP and RAS mixtures. *International Journal of Pavement Engineering*, 1-12. doi: 10.1080/10298436.2016.1258243

Ramirez Cardona, D., Di Benedetto, H., Sauzeat, C., Calon, N., & Saussine, G. (2016). Use of a bituminous mixture layer in high-speed line trackbeds. *Construction and Building Materials, 125*, 398-407. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.07.118

Ramond, G., & Lesueur, D. (2004). Adhésion liant granulat. Dans Lavoisier (Éd.), *Matériaux routiers bitumineux -description et propriétés des constituants* (Vol. 1, pp. 177-203). Paris: Hermes Science.

Raschia, S., Badeli, S., Carter, A., Graziani, A., & Perraton, D. (2018, January 7-11, 2018). *Recycled glass filler in cold recycled materials treated with bituminous emulsion* présentée à Transportation Research Board 97th Annual Meeting, Washington, DC.

Recyc-Québec. (2014a). *Bilan 2012 de la gestion des matières résiduelles au Québec*. En Ligne: Recyc-Québec.

Recyc-Québec. (2014b). Le recyclage du verre au Québec. Repéré le 17-01 à http://bacsplus.ca/wp-content/uploads/2015/04/Fiche_info_verre-RQ-02-2015.pdf

Recyc-Québec. (2015). Récupération, recyclage et valorisation du verre : le statu quo n'est plus une option. Repéré le 17-01 à https://www.recyc-quebec.gouv.qc.ca/haut-de-page/salle-de-presse/archives-presse/2015-recuperation-verre

Recyc-Québec. (2017). *Bilan 2015 de la gestion des matières résiduelles au Québec*. Recyc-Québec. Repéré à https://www.recyc-quebec.gouv.qc.ca/sites/default/files/documents/bilan-gmr-2015.pdf

Ryan, T. P. (2007). *Modern engineering statistics*. Hoboken, N.J.: Wiley.

Sabouri, M., & Kim, Y. (2014). Development of a failure criterion for asphalt mixtures under different modes of fatigue loading. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board,* (2447), 117-125.

Scott, J. A. N., Schellekens, J. C. A., Vonk, W. C., & Wilson, P. N. (1977). Étude des mécanismes d'adhésion et de désenrobage des bitumes routiers. *Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Numéro spécial*(Bitumes et enrobés bitumineux), 23-26.

Sebaaly, P. E., Hajj, E. Y., Sathanathan, T., & Shivakolunthar, S. (2017). A comprehensive evaluation of moisture damage of asphalt concrete mixtures. *International Journal of Pavement Engineering, 18*(2), 169-182. doi: 10.1080/10298436.2015.1065404

Shafabakhsh, G. H., & Sajed, Y. (2014). Investigation of dynamic behavior of hot mix asphalt containing waste materials; case study: Glass cullet. *Case Studies in Construction Materials, 1*(Supplement C), 96-103. doi: https://doi.org/10.1016/j.cscm.2014.05.002

Simone, A., Mazzotta, F., Eskandarsefat, S., Sangiorgi, C., Vignali, V., Lantieri, C., & Dondi, G. (2017). Experimental application of waste glass powder filler in recycled dense-graded asphalt mixtures. *Road Materials and Pavement Design*, 1-16. doi: 10.1080/14680629.2017.1407818

Specht, L. P., Babadopulos, L. F. d. A. L., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., & Soares, J. B. (2017). Application of the theory of viscoelasticity to evaluate the resilient modulus test in asphalt mixes. *Construction and Building Materials, 149*(Supplement C), 648-658. doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.037

Stuart, K. D. (1990). *Moisture Damage in Asphalt Mixtures, A state-of-the-art report* (n° Report no FHWA-RD-90-019). McLean, Virginia: Federal Highway Administration.

Su, N., & Chen, J. S. (2002). Engineering properties of asphalt concrete made with recycled glass. *Resources, Conservation and Recycling, 35*(4), 259-274. doi: https://doi.org/10.1016/S0921-3449(02)00007-1

T. Bachand, A., Lachance-Tremblay, É., Vaillancourt, M., & Perraton, D. (2016, November 14th to 16th 2016). *Comparative Study of the Laboratory Performance of Hot Mix Asphalt with 10 Percent Glass Aggregates* présentée à 61st Annual Conference of the Canadian Technical Asphalt Association, Banff, Alberta, Canada.

Tapsoba, N., Sauzéat, C., & Benedetto, H. (2012). Analysis of Fatigue Test for Bituminous Mixtures. *Journal of Materials in Civil Engineering, 25*(6), 701-710. doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000636. Repéré à http://dx.doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000636

Tapsoba, N., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., Baaj, H., & Ech, M. (2014). Behaviour of asphalt mixtures containing reclaimed asphalt pavement and asphalt shingle. *Road Materials and Pavement Design, 15*(2), 330-347. doi: 10.1080/14680629.2013.871091

Taylor, R., & Airey, G. (2015). Adhesion of Bitumen and Moisture Damage in Asphalts. Dans *Shell Bitumen Handbook (6th Edition)* (pp. 549-571). ICE Publishing.

Tiouajni, S., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., & Pouget, S. (2011). Approximation of Linear Viscoelastic Model in the 3 Dimensional Case with Mechanical Analogues of Finite Size. *Road Materials and Pavement Design, 12*(4), 897-930. doi: 10.1080/14680629.2011.9713899. Repéré à http://dx.doi.org/10.1080/14680629.2011.9713899

Van Oss, C. J., Chaudhury, M. K., & Good, R. J. (1988). Interfacial Lifshitz-van der Waals and polar interactions in macroscopic systems. *Chemical Reviews, 88*(6), 927-941. doi: 10.1021/cr00088a006

Vargas-Nordcbeck, A., Leiva-Villacorta, F., Aguiar-Moya, J. P., & Loria-Salazar, L. (2016). Evaluating Moisture Susceptibility of Asphalt Concrete Mixtures Through Simple Performance Tests. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 2575*, 70-78. doi: doi:10.3141/2575-08

Watson, T. (1988). When the tire hits the glasphalt. *Resource Recyling,* (July 1988), 18-21.

Weldegiorgis, M. T., & Tarefder, R. A. (2015). Towards a Mechanistic Understanding of Moisture Damage in Asphalt Concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering, 27*(3), 04014128. doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001062

Wu, S., Yang, W., & Xue, Y. (2004). *Preparation and Properties of Glass-asphalt Concrete*. Key Laboratory for Silicate Materials Science and Engineering of Ministry of Education: Wuham University of Technology.

Xu, H., Guo, W., & Tan, Y. (2015). Internal structure evolution of asphalt mixtures during freeze–thaw cycles. *Materials & Design, 86*, 436-446. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.073

Xu, H., Guo, W., & Tan, Y. (2016). Permeability of asphalt mixtures exposed to freeze–thaw cycles. *Cold Regions Science and Technology, 123*, 99-106. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.12.001

Yan, K., Ge, D., You, L., & Wang, X. (2015). Laboratory investigation of the characteristics of SMA mixtures under freeze–thaw cycles. *Cold Regions Science and Technology, 119*, 68-74. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.07.007

Yilmaz, A., & Sargin, S. (2012). Water effect on deteriorations of asphalt pavements. *Online J. Sci. Technol, 2*(1), 1-6.

Youtcheff, J., & Aurilio, V. (1997). Moisture sensitivity of Asphalt Binders: Evaluation and Modeling of the Pneumatic Adhesion test Results. Dans C. T. A. Association (Éd.).

Zaumanis, M., & Mallick, R. B. (2015). Review of very high-content reclaimed asphalt use in plant-produced pavements: state of the art. *International Journal of Pavement Engineering, 16*(1), 39-55. doi: 10.1080/10298436.2014.893331

Zeiada, W. A., Underwood, B. S., & Kaloush, K. E. (2014). Uniaxial fatigue testing of diverse asphalt concrete mixtures. Dans *Asphalt Pavements - Proceedings of the International Conference on Asphalt Pavements, ISAP 2014* (Vol. 2, pp. 1385-1395). Repéré à http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84904101238&partnerID=40&md5=aff53babcc87c5d4445f3d1b62a93dd1

Zhang, J., Airey, G. D., Grenfell, J., & Apeagyei, A. K. (2017). Moisture damage evaluation of aggregate–bitumen bonds with the respect of moisture absorption, tensile strength and failure surface. *Road Materials and Pavement Design, 18*(4), 833-848.