

Étude de la rhéologie des mastics bitumineux incorporant des fillers de verre post-consommation

par

Mohamed Mounir BOUSSABNIA

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

MONTRÉAL, LE 25 OCTOBRE 2018

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Mohamed Mounir Boussabnia, 2018



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) 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
CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

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

M. Alan Carter, président du jury
Département génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Cédric Sauzéat, examinateur externe
École nationale des travaux publics de l'état, Lyon

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

25 OCTOBRE 2018

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

J'adresse mes plus grands remerciements à mon directeur de mémoire Pr. Daniel Perraton pour son encadrement, sa disponibilité, son soutien tout au long de mon projet. J'espère avoir été à la hauteur de vos attentes. Je tiens également à exprimer ma reconnaissance à mon codirecteur de mémoire Pr. Michel Vaillancourt qui s'est impliqué dans mon travail sans limites et qui a fait preuve de beaucoup de générosité et d'engagement professionnel.

Je remercie aussi le Pr. Alan Carter pour l'honneur qu'il me fait en présidant le jury de ma soutenance. Je tiens à remercier M. Cédric Sauzéat qui a accepté la charge d'être examinateur de mon travail. Je ferais mon maximum afin d'honorer leurs remarques et recommandations.

Je tiens à remercier mes parents Ahmed et Soumia pour leurs amours, pour leurs encouragements, pour leurs supports et surtout pour l'éducation qu'ils m'ont donnée durant toutes mes années d'études. Cette maîtrise m'a demandé beaucoup d'efforts, mais grâce à vous, j'y suis parvenu et je vous en suis extrêmement reconnaissant. Ma plus grande reconnaissance à ma sœur Kaoutar et mon frère Oussama pour leurs conseils et leur confiance illimitée. C'est grâce à vous que j'ai pu devenir ce que je suis aujourd'hui.

Un remerciement spécial à M. Francis Bilodeau, M. Sylvain Bibeau et M Sébastien Lamothe techniciens responsables au LCMB, pour leur aide et leurs précieux conseils au sein du laboratoire, c'est grâce à votre expérience pertinente que les essais ont été réalisés dans de très bonnes conditions. Merci pour tous les bons moments passés en votre compagnie au laboratoire.

Je remercie aussi mes collègues au bureau A1500 et toute l'équipe du LCMB de m'avoir accueilli dans leur famille et de m'avoir apporté leur soutien. Enfin, j'adresse mes vifs remerciements au corps professoral et administratif de l'ÉTS pour ces deux années d'enseignement de qualité.

ÉTUDE DE LA RHÉOLOGIE DES MASTICS BITUMINEUX INCORPORANT DES FILLERS DE VERRE POST-CONSOMMATION

Mohamed Mounir BOUSSABNIA

RÉSUMÉ

L'évaluation du comportement thermomécanique du bitume et du mastic (mélange de bitume et de fillers) dans le domaine viscoélastique linéaire a été réalisée au Laboratoire des chaussées et des matériaux bitumineux (LCMB) de l'École de technologie supérieure (ÉTS).

À l'aide du rhéomètre à cisaillement annulaire (RCA), les propriétés rhéologiques du bitume et du mastic ont été mesurées dans diverses conditions de températures et de fréquences (de -25 °C à 45 °C et de 0,03 Hz à 10 Hz). L'objectif principal de cette étude est d'évaluer l'influence de l'incorporation de particules de verre post-consommation sur le comportement du mastic à faibles niveaux de déformations. L'influence des paramètres suivants sur le comportement des mastics est analysée : i) caractéristiques des fines (concentration, courbe granulométrique, nature), ii) nature du liant et iii) ajout d'une dope d'adhésivité. Le coefficient complexe de renforcement R_M^* a servi à comparer les performances mécaniques des mastics de verre post-consommation à un bitume ou mastic de référence. Les résultats ont montré que les fillers de verre post-consommation sont aptes à l'emploi dans une structure de chaussée.

Enfin, le modèle rhéologique 2S2P1D a été employé pour simuler le comportement viscoélastique linéaire du bitume et des mastics bitumineux testés au cours du projet.

Mots-clés : rhéologie, mastic, rhéomètre à cisaillement annulaire, verre post-consommation, filler.

STUDY OF THE RHEOLOGY OF BITUMINOUS MASKS INCORPORATING GLASS FILLERS POST-CONSUMPTION

Mohamed Mounir BOUSSABNIA

ABSTRACT

The evaluation of the thermomechanical behavior of bitumen and mastic (mixture of bitumen and fillers) in the linear viscoelastic field was carried out at the Laboratory of Roads and Bituminous Materials (LCMB) of the École de technologie supérieure (ÉTS).

Using a new device called ring shear rheometer (RCA), the rheological properties of bitumen and mastic were measured under various temperature and frequency conditions (from -25°C to 45°C and from, 0,03 Hz to 10 Hz). The main objective of this study is to evaluate the influence of the incorporation of post-consumer glass particles on the behavior of mastic at low levels of deformation. The influence of the following parameters on the behavior of mastics is analyzed: i) characteristics of the fines (concentration, granulometric curve, nature), ii) nature of the binder and iii) addition of an anti-stripping agent. The complex reinforcing coefficient R_M^* was used to compare the mechanical performance of post-consumer glass mastics with a limestone-based reference mastic. The results showed that post-consumer glass fillers are suitable for use in a pavement structure.

Finally, the 2S2P1D rheological model was used to simulate the linear viscoelastic behavior of bitumen and bituminous mastics tested during the project.

Keywords: rheology, mastic, ring shear rheometer, post-consumer glass, filler.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Généralités sur le bitume	3
1.1.1 Fabrication des liants bitumineux	3
1.1.2 Les applications du bitume	4
1.1.3 Les propriétés physico-chimiques du bitume	5
1.2 La composition chimique.....	6
1.2.1 La structure moléculaire	6
1.2.1.1 Les types de composés moléculaires dans le bitume	6
1.2.1.2 Les effets de l'oxydation sur la structure moléculaire du bitume	8
1.2.1.3 Les métaux.....	11
1.2.1.4 La polarité des composés chimiques du bitume	12
1.2.2 Les méthodes de séparation	13
1.2.2.1 La fraction SARA (Saturés, aromatiques, résines et asphaltènes)	13
1.2.2.2 Chromatographie à échange d'ions CEI	17
1.2.3 Modèle de la structure colloïdale.....	18
1.2.3.1 Le modèle sol et gel	18
1.2.3.2 Le modèle du fluide polaire dispersé Erreur ! Signet non défini.	
1.2.3.3 Le modèle colloïdal moderne.....	20
1.2.4 Les principes de la modification	22
1.2.4.1 Modification par ajout d'acide.....	22
1.2.4.2 Modification par ajout de polymère.....	23
1.2.4.3 La compatibilité bitume polymère	24
1.3 Les propriétés adhésives et cohésives du bitume.....	25
1.3.1 Les théories d'adhésion.....	25
1.3.2 Les interactions bitume-granulat.....	29
1.3.2.1 L'influence des propriétés du bitume sur l'adhésion.....	31
1.3.2.2 Influence des propriétés des granulats sur l'adhésion.....	33
1.3.3 Les propriétés cohésives	34
1.3.3.1 La pénétrabilité	34
1.3.3.2 Le point de ramollissement bille et anneau.....	35
1.3.3.3 Le point de FRAASS	36
1.3.3.4 La viscosité absolue	37
1.4 Les fillers	37
1.4.1 Les propriétés physiques des fillers	38
1.4.1.1 La masse volumique	38
1.4.1.2 La distribution granulométrique	38
1.4.1.3 La forme des particules.....	41

1.4.1.4	La fraction d'empilement maximale.....	41
1.4.2	Les propriétés de surface des fillers.....	42
1.5	Les mastics.....	42
1.5.1	Généralités sur les mastics.....	42
1.5.2	Les propriétés rhéologiques des mastics bitumineux.....	43
1.5.2.1	Mécanismes de rigidification des bitumes par ajout de fillers...	43
1.5.3	La rhéologie des suspensions.....	46
1.6	Comportement mécanique des matériaux bitumineux dans le domaine viscoélastique linéaire.....	47
1.6.1	Les domaines de comportement des matériaux bitumineux.....	47
1.6.1.1	Le bitume.....	47
1.6.1.2	Les enrobés bitumineux.....	50
1.6.2	Viscoélasticité linéaire.....	51
1.6.2.1	Définition.....	51
1.6.2.2	Expérience de retard / expérience de recouvrance.....	52
1.6.2.3	Expérience de relaxation / expérience d'effacement.....	54
1.6.2.4	Formules de Boltzmann.....	55
1.6.3	Le module complexe de Young E^* et le module complexe de cisaillement G^*	59
1.6.4	Le principe d'équivalence temps température PETT.....	62
1.7	Modélisation de comportement viscoélastique linéaire (VEL) du mastic bitumineux.....	64
1.7.1	Élément rhéologique simple.....	65
1.7.1.1	Élément élastique linéaire : Ressort.....	65
1.7.1.2	Élément visqueux linéaire : Amortisseur.....	66
1.7.1.3	Élément à fluage parabolique de paramètre h	67
1.7.2	Le modèle de Huet.....	69
1.7.3	Le modèle de Huet-Sayegh.....	71
1.7.4	Le modèle 2S2P1D.....	72
1.7.5	Du liant vers l'enrobé.....	73
CHAPITRE 2	PROGRAMME EXPÉRIMENTAL.....	75
2.1	Introduction.....	75
2.2	Programme de recherche et plan de travail.....	75
2.2.1	Caractérisation des propriétés des matériaux utilisés.....	76
2.2.2	Partie 1 : Essais au rhéomètre à cisaillement annulaire (RCA).....	78
2.2.3	Partie 2 : Essais de module complexe (MC) sur enrobés bitumineux.....	80
2.3	Résumé des plans et stratégies de travail.....	80
CHAPITRE 3	MÉTHODOLOGIE DE RECHERCHE.....	83
3.1	Le rhéomètre à cisaillement annulaire RCA.....	83
3.1.1	Principe de fonctionnement.....	84
3.1.2	Distribution des contraintes et des déformations.....	89
3.1.3	Homogénéité de l'essai.....	90
3.2	Instrumentation du RCA.....	93

3.2.1	Le rhéomètre à cisaillement annulaire	93
3.2.2	Presse hydraulique	95
3.2.3	Extensomètre.....	96
3.2.4	Enceinte thermique	98
3.2.5	Pilotage, acquisition et traitement des données	99
3.2.6	Procédure expérimentale.....	102
3.2.6.1	Préparation de l'échantillon	102
3.2.6.2	Montage du RCA sur la presse	103
3.2.6.3	Mise en température de l'éprouvette.....	104
CHAPITRE 4	GÉNÉRALITÉ ET DESCRIPTION DES MATÉRIAUX	107
4.1	Généralités et définitions	107
4.1.1	Concentration volumique des fillers C_f	107
4.1.2	Coefficient d'uniformité C_u	107
4.1.3	Nomenclature des essais	108
4.2	Les bitumes	110
4.3	Le filler de calcaire (C)	112
4.4	Le filler de verre post-consommation (V)	114
4.5	Le filler de verre micronisé Verrox (Vx).....	117
4.6	Caractéristiques des granulats de l'enrobé ESG 10	118
CHAPITRE 5	PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS	121
5.1	Caractérisation des matériaux utilisés.....	121
5.1.1	Les essais de granulométrie	121
5.1.2	Essai de bleu de méthylène	122
5.2	Représentation graphique des résultats des essais de module complexe.....	125
5.2.1	Déroulement de l'essai.....	125
5.2.2	Essai à vide	127
5.2.3	Équivalence température-fréquence.....	129
5.2.4	Répétabilité de l'essai	131
5.2.5	Critère de qualité des signaux	133
5.2.5.1	Distorsion.....	133
5.2.5.2	Contrainte de cisaillement.....	134
5.2.6	Coefficient de renforcement complexe	138
5.2.6.1	Sensibilité thermique du RM *	141
5.2.6.2	Sensibilité cinétique du RM *.....	143
5.2.7	Domaine de linéarité	145
5.3	Propriétés rhéologiques des bitumes.....	147
5.3.1	Principe d'équivalence temps température (PETT).....	147
5.3.2	Comparaison entre le PG 70-28 et le PG 58-28.....	150
5.4	Propriétés rhéologiques des mastics bitumineux	151
5.4.1	Équivalence temps température	151
5.4.2	Influence de la taille des fillers	154
5.4.2.1	Description des résultats	154
5.4.2.2	Analyse des résultats.....	157

5.4.3	Influence de la nature des fines.....	159
5.4.3.1	Description des résultats.....	160
5.4.3.2	Analyse des résultats.....	161
5.4.4	Influence de la courbe granulométrique.....	161
5.4.4.1	Description des résultats.....	162
5.4.4.2	Analyse des résultats.....	164
5.4.5	Compatibilité filler-bitume.....	165
5.4.5.1	Description des résultats.....	165
5.4.5.2	Analyse des résultats.....	167
5.4.6	Comparaison Calcaire-Verre.....	167
5.4.7	Utilisation de la chaux.....	170
5.4.7.1	Description des résultats.....	171
5.4.7.2	Analyse des résultats :.....	172
5.5	Propriétés rhéologiques des enrobés bitumineux.....	173
5.5.1	Formulation de l'ESG 10.....	173
5.5.2	La densité maximale d_{mm}	174
5.5.3	L'aptitude au compactage (PCG).....	175
5.5.4	Essai de module complexe E^*	175
5.5.5	Module complexe des enrobés.....	177
CHAPITRE 6	MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX BITUMINEUX DANS LE DOMAINE VISCOÉLASTIQUE LINÉAIRE.....	181
6.1	Présentation du modèle 2S2P1D.....	181
6.2	Calibration du modèle 2S2P1D.....	182
6.3	Modélisation du comportement VEL des bitumes.....	184
6.4	Modélisation du comportement VEL des mastics bitumineux.....	189
6.5	Modélisation du comportement rhéologique des enrobés bitumineux.....	192
CONCLUSION.....		195
ANNEXE I	FICHES TECHNIQUES DES FOURNISSEURS.....	198
ANNEXE II	PROCÉDURE DE PRÉPARATION D'UNE ÉPROUVETTE DE L'ESSAI DE CISAILLEMENT ANNULAIRE.....	203
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		207

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Principe de superposition de Boltzmann.....52
Tableau 2.1	Classes granulaires des fillers76
Tableau 2.2	Synthèse des essais de caractérisation des propriétés des fillers étudiés ...77
Tableau 4.1	Symbole des fillers utilisés pour la nomenclature des essais de cisaillement annulaire.....109
Tableau 4.2	Liste des essais.....110
Tableau 4.3	Caractéristiques techniques des bitumes.....111
Tableau 4.4	Propriétés physico-chimiques du filler de calcaire DJL112
Tableau 4.5	Caractéristiques des granulats de l'ESG 10119
Tableau 5.1	Résultats des essais de bleu de méthylène pour les fillers utilisés.....124
Tableau 5.2	Nombre de cycles d'acquisition en fonction de la fréquence de sollicitation.....125
Tableau 5.3	Résultats de l'essai à vide en utilisant la cellule de 25 KN127
Tableau 5.4	Résultats de l'essai à vide en utilisant la cellule de 5 KN128
Tableau 5.5	Les équations de modélisation du module de l'essai RCA-PG 70 28-V _x -0/38-S-40140
Tableau 5.6	Combiné granulaire des enrobé ESG 10 fabriqués174
Tableau 5.7	Résultats des caractéristiques volumétriques de l'enrobé bitumineux ESG10174
Tableau 5.8	Résultats de l'essai PCG175
Tableau 5.9	Caractéristiques des éprouvettes de l'essai de module complexe E*176
Tableau 6.1	Valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les liants bitumineux .185
Tableau 6.2	Valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les mastics bitumineux191

Tableau 6.3	Valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les enrobés bitumineux.....	192
-------------	---	-----

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Représentation schématique de la distillation du pétrole4
Figure 1.2	Analyse des composants chimiques de bitumes SHRP5
Figure 1.3	a) Composé aliphatique, b) Composé aromatique, c) Composé aliphatique et aromatique.....6
Figure 1.4	a) Composé contenant du soufre, b) Composé avec nitrogène7
Figure 1.5	Les composés chimiques présents dans le bitume8
Figure 1.6	Oxydation d'un carbone benzylique9
Figure 1.7	Formation des acides carboxyliques dans le bitume9
Figure 1.8	Réaction des acides carboxyliques avec des ions Na^+ ou Ca^{2+}9
Figure 1.9	Formation des acides carboxyliques anhydrides10
Figure 1.10	Structure chimique des phénols10
Figure 1.11	Structure chimique des quinolones10
Figure 1.12	Structure chimique des sulfoxydes11
Figure 1.13	Structure chimique d'un chélate11
Figure 1.14	Représentation schématique de l'orientation des molécules dans le bitume12
Figure 1.15	Séparation du bitume selon la méthode SARA14
Figure 1.16	Modélisation de la structure des asphaltènes16
Figure 1.17	Séparation du bitume par Chromatographie à échange d'ions CEI.....17
Figure 1.18	Les modèles Sol et Gel du bitume19
Figure 1.19	Modèle de formation des clusters d'Asphaltènes21
Figure 1.20	Structure en abeille relevée dans le bitume.....22

Figure 1.21	Les microstructures d'un bitume modifié par ajout d'un polymère EVA avec une teneur en polymère croissante, observée par la microscopie à fluorescence.....	24
Figure 1.22	Représentation schématique de l'énergie de cohésion W_c et d'adhésion W_a	25
Figure 1.23	Adhésion mécanique.....	26
Figure 1.24	Représentation schématique des surfaces chargées	27
Figure 1.25	Réaction entre les acides carboxyliques et les cations Ca^{2+} et la formation des sels de bicarbonate de calcium insolubles dans l'eau	28
Figure 1.26	Adhésion thermodynamique	28
Figure 1.27	Schéma de l'essai de pénétrabilité	35
Figure 1.28	Schéma de l'essai TBA.....	36
Figure 1.29	Schéma de l'essai du point FRAASS.....	36
Figure 1.30	Représentation schématique de la mesure de la taille d'une particule par la technique de diffraction laser.....	41
Figure 1.31	Représentation schématique du pouvoir rigidifiant des fillers	44
Figure 1.32	Évolution de la viscosité d'une suspension selon la forme des particules	47
Figure 1.33	Classes de comportement des bitumes purs	48
Figure 1.34	Limites de linéarités de liants bitumineux en fonction du module complexe	49
Figure 1.35	Comportement type des enrobés bitumineux en fonction de la déformation et du nombre de chargements.....	51
Figure 1.36	Expérience d'effacement : créneau déformation (a) et réponse du matériau en contrainte (b)	51
Figure 1.37	Expérience de retard d'un matériau viscoélastique linéaire	52
Figure 1.38	Expérience de recouvrance d'un matériau viscoélastique	53
Figure 1.39	Expérience de relaxation d'un corps viscoélastique linéaire	54

Figure 1.40	Expérience d'effacement d'un matériau viscoélastique linéaire	55
Figure 1.41	Application du principe de superposition de Boltzmann.....	56
Figure 1.42	Évolution des efforts (contraintes) et des déplacements (déformations) pour un matériau viscoélastique linéaire.....	59
Figure 1.43	Construction de la courbe maitresse d'un « BBSG » à la température de référence $T_{Ref}=10^{\circ}\text{C}$	63
Figure 1.44	Schéma descriptif d'un ressort.....	65
Figure 1.45	Schéma descriptif d'un amortisseur.....	66
Figure 1.46	Schéma descriptif d'un élément à fluage parabolique	67
Figure 1.47	Représentation schématique du modèle Huet.....	69
Figure 1.48	Représentation schématique du modèle Huet-Sayegh.....	71
Figure 1.49	Représentation schématique du modèle 2S2P1D	72
Figure 1.50	Transformation géométrique.....	74
Figure 2.1	Programme expérimental de la partie 2	79
Figure 2.2	Programme expérimental de la partie 2	80
Figure 2.3	Résumé du plan de travail et de la méthodologie de la recherche	81
Figure 3.1	Description schématique des composants du rhéomètre à cisaillement annulaire.....	84
Figure 3.2	Déphasage temporel entre le signal de distorsion et le signal de la contrainte.....	85
Figure 3.3	Essai de cisaillement annulaire mis en place sur la presse MTS	86
Figure 3.4	Déroulement d'un essai de module complexe de cisaillement.....	88
Figure 3.5	Représentation d'un cylindre annulaire en coordonnées polaires.....	89
Figure 3.6	Section diamétrale de l'échantillon annulaire au repos et sous contrainte de cisaillement	90
Figure 3.7	Représentation schématique d'un cylindre annulaire en coordonnées polaires section diamétrale d'un cylindre annulaire : a) au repos b) sous contrainte de cisaillement	92

Figure 3.8	Rhéomètre à cisaillement annulaire	94
Figure 3.9	Représentation schématiques des composants du rhéomètre à cisaillement annulaire.....	94
Figure 3.10	Presse MTS 810 installée au laboratoire LCMB à l'ÉTS	96
Figure 3.11	Extensomètre fixé sur les tiges du RCA	97
Figure 3.12	RCA mis dans l'enceinte thermique de la presse MTS 810	99
Figure 3.13	Fichier de données brutes.....	100
Figure 3.14	Exemple de signal de contrainte de cisaillement approché par la méthode des moindres carrés	101
Figure 3.15	Évolution du module complexe (norme et angle de phase) en fonction du temps à la suite d'un échelon de température T = -15°C	105
Figure 4.1	Résultats des essais de granulométrie du filler de calcaire	113
Figure 4.2	Résultats des essais de granulométrie laser du filler de verre post- consommation	114
Figure 4.3	Image au microscope du filler de verre 38-80	116
Figure 4.4	Résultats des essais de granulométrie du filler de verre micronisé Verrox	117
Figure 5.1	Synthèse des résultats de granulométrie laser des fillers utilisés dans le projet.....	121
Figure 5.2	Évolution de la norme du module complexe de cisaillement en fonction du nombre de cycles d'acquisition pour l'essai RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40 à la température T=30 °C.....	126
Figure 5.3	Évolution de l'angle de phase du module complexe de cisaillement en fonction du nombre de cycles d'acquisition pour l'essai RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40 à T=30 °C.....	126
Figure 5.4	Construction de la courbe maitresse ($ G^* $) de l'essai RCA-PG 70-28 tracée à $T_{Ref}=15^{\circ}\text{C}$	130
Figure 5.5	Coefficients de translation des matériaux fabriqués avec le bitume PG 70-28	130

Figure 5.6	Évolution de l'écart relatif entre les valeurs de G_i^* pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 à T=25°C.....	132
Figure 5.7	Évolution de l'écart relatif entre les valeurs de ϕ_i pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 à T=25°C	132
Figure 5.8	Évolution de l'indice de qualité du signal de distorsion en fonction des cycles de sollicitation pour un essai RCA-PG 70-28-C-0/80-E-40	133
Figure 5.9	Évolution de l'indice de qualité IQ _c en fonction de la déformation imposée pour l'essai RCA-PG 70-28 à T= 25°C et f=1 Hz	135
Figure 5.10	Signal de contrainte lors de l'essai RCA-PG 70-28 à T = -5°C et pour une déformation de 2 %.....	136
Figure 5.11	Interpolation puissance d'une isotherme de module complexe de cisaillement.	139
Figure 5.12:	Comparaison entre les données expérimentales et les courbes d'interpolation pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 à T= 15°C ...	141
Figure 5.13	Évaluation de la sensibilité thermique du coefficient de renforcement de l'essai RCA-PG-70 28-V-38/80-S-40.....	142
Figure 5.14	Évaluation de la sensibilité cinétique du coefficient de renforcement de l'essai RCA-PG 70 28-V-38 80-S-40	143
Figure 5.15	Résultats de linéarité pour le bitume PG 58-28 : a) T= 5°C, b) T= 25°C et pour le mastic calcaire : c) T= 25°C, d) T= -5°C	146
Figure 5.16	Courbes maîtresse de norme des bitumes : PG 70-28 et PG 58-28 à la température $T_{Ref} = 15^\circ\text{C}$	147
Figure 5.17	Courbes maitresses d'angle de phase des bitumes : PG 70-28 et PG 58-28 à la température $T_{Ref} = 15^\circ\text{C}$	148
Figure 5.18	Courbe dans l'espace de Black du bitume : PG 70-28.....	148
Figure 5.19	Courbe dans l'espace de Black du bitume : PG 58-28.....	149
Figure 5.20	Évolution du coefficient de renforcement en norme du bitume PG 70-28 à $T_{Ref} = 15^\circ\text{C}$ en considérant le PG 58-28 comme référence. Norme (a) et angle de phase (b)	150

Figure 5.21	Représentation dans l'espace de Black des essais : RCA-PG 70 28, RCA-PG 70 28-Vx-0 38-S-40 et RCA-PG 70 28-V-0 38-S-40 à $T = 15^{\circ}\text{C}$	152
Figure 5.22	Représentation dans l'espace de black des essais : RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40, RCA-PG 70 28-Vx-0/80-S-40 et RCA-PG-70 28-Vx+Ch-0/38-S-40 à $T = 15^{\circ}\text{C}$	153
Figure 5.23	Courbe maîtresse (en norme) des matériaux : Bitume PG 70-28, mastic V-80/160, mastic V-38/80, mastic V-0/38 et mastic Vx-0/38 à $T = 15^{\circ}\text{C}$	154
Figure 5.24	Courbe maîtresse (en angle de phase) des matériaux : Bitume PG 70-28, mastic V-80/160, mastic V-38/80, mastic V-0/38 et mastic Vx-0/38 à $T = 15^{\circ}\text{C}$	155
Figure 5.25	Évolution du coefficient de renforcement des essais : PG 70 28-V-80/160-S-40, PG 70 28-V-38/80-S-40, PG 70 28-V-0/38-S-40 et PG 70 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T_{Ref} = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)	156
Figure 5.26	Évolution du coefficient de renforcement des mastics RCA-PG 70 28-C-0/80-S-40, RCA-PG 70 28-V-0/38-S-40 et RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)	160
Figure 5.27	Évolution du coefficient de renforcement des mastics : RCA-PG 70 28-V-80/160-S-40 et RCA-PG 70 28-V-0/160-E-40 calculés à $T = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)	162
Figure 5.28	Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics : RCA-PG 70 28-Vx-0/80 -E-40 et RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)	164
Figure 5.29	Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics : RCA-PG 70 28-Vx-0/38 -S-40 et RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T_{Ref} = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)	166
Figure 5.30	Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics : RCA-PG 70 28-Vx+Ch-0/38 -S-40 et RCA-PG 58 28-Vx+Ch-0/38-S-40 calculés à $T_{Ref} = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)	167

Figure 5.31	Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics fabriqués avec le bitume PG70-28 en considérant le mastic PG 70 28-C-0/80 comme référence. Norme (a) et angle de phase (b)	169
Figure 5.32	Évolution du coefficient de renforcement des mastics fabriqués avec le bitume PG70-28 en considérant le bitume PG 70 28 comme référence. Norme (a) et angle de phase (b)	170
Figure 5.33	Éprouvette d'enrobé testé à l'essai de module complexe	176
Figure 5.34	Représentation dans le plan Cole-Cole des résultats de module complexe (PG 70-28 éprouvette PCG)	178
Figure 5.35	Représentation dans l'espace de Black des résultats de module complexe	178
Figure 5.36	Courbes maîtresses de $ E^* $ des résultats de module complexe	179
Figure 6.1	Représentation schématique du modèle 2S2P1D	181
Figure 6.2	Fonction de chacun des paramètres du modèle 2S2P1D sur le module complexe représenté dans le plan de Cole-Cole	184
Figure 6.3	Courbe maîtresse de la norme du module G^* mesuré et modélisé des liants bitumineux :PG 70-28 et PG 58-28 à $T_{ref} = 15^\circ C$	186
Figure 6.4	Courbe maîtresse de l'angle de phase du module G^* mesuré et modélisé des liants bitumineux :PG 70-28 et PG 58-28 à $T_{ref} = 15^\circ C$	187
Figure 6.5	Évolution de l'erreur relative entre la norme du module G^* mesuré et modélisé du bitume :PG 70-28 à $T_{ref} = 15^\circ C$	188
Figure 6.6	Évolution de l'erreur relative entre l'angle de phase du module G^* mesuré et modélisé du bitume :PG 70-28 à $T_{ref} = 15^\circ C$	188
Figure 6.7	Courbe maîtresse de la norme du module G^* mesuré et modélisé des mastics bitumineux à $T_{ref} = 15^\circ C$	189
Figure 6.8	Courbe maîtresse de l'angle de phase du module G^* mesuré et modélisé des mastics bitumineux à $T_{ref} = 15^\circ C$	190
Figure 6.9	Modélisation 2S2P1D dans l'espace de Black des enrobés bitumineux.....	193

Figure 6.10	Modélisation 2S2P1D dans le plan Cole-Cole des enrobés bitumineux.....	193
-------------	---	-----

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

MEB	Microscopie électronique à balayage
BMP	Bitume modifié avec polymère
EVA	Éthylène-acétate de vinyle
MMC	Mécanique des milieux continus
SBS	Styrene-butadiene-styrene
PPA	Polyphosphoric Acid
TBA	Température bille et anneau
AASHTO	American Association of State Highway and Transportation Officials
SARA	Saturés, aromatiques, résines et asphaltènes
SHRP	Strategic Highway Research Program
AFM	Atomic Force Microscopy
SANS	La diffusion des neutrons aux petits angles
SAXS	La diffusion des rayons X aux petits angles
PETT	Principe d'équivalence temps température
PETTP	Principe d'équivalence temps température partiel
RMN	La résonance magnétique nucléaire
VEL	Domaine de viscoélastique linéaire
DSR	Dynamic Shear Rheometer
2S2P1D	2 Springs, 2 Parabolic, 1 Dashpot
WLF	William Landy Ferry
ESG	Enrobé semi-grenu
RCA	Rhéomètre à Cisaillement Annulaire

ASR	Annular Shear Rheometer
ENTPE	École Nationale des Travaux Publics de l'État
BBR	Bending Beam Rheometer
LCMB	Laboratoire des chaussées et matériaux bitumineux
LVDT	Linear Variable Differential Transformer
CLC	Controlled limited channel
VBA	Visual Basic for Applications
MTMDET	Ministère des Transports, de la Mobilité durable et de l'Électrification des transports.
PCG	Presse à cisaillement giratoire

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

KPa	Kilo pascal
MPa	Méga pascal
g /mol	Gramme par mole
ppm	Parties par millions
η_0	Viscosité de la phase liquide
ϕ	Fraction volumique de la phase solide
Tg	Température de transition vitreuse
J	Joule
Y(X)	Fonction d'Heaviside
P	Pénétrabilité
η	Viscosité
IP	Indice de pénétrabilité
T	Température
ϵ	Déformation
σ	Contrainte
γ_0	Amplitude de la distorsion
τ_0	Contrainte de cisaillement
$J(t_0, t)$	Fonction de fluage ou de retard.
ρ_{filler}	Densité du filler
m_{filler}	Masse du filler

XXVIII

V_{filler}	Volume du filer
C_u	Indice d'uniformité
C_f	Concentration volumique
d_{60}	Le diamètre des particules correspondant à 60 % passant en poids
d_{10}	Le diamètre des particules correspondant à 10% passant en poids
F_M	Module de finesse
P_x	Pourcentage massique passant la taille x (µm)
N	Nombre de cycles de chargements
E^*	Module complexe
G^*	Module complexe de cisaillement
ω	Pulsation en rad
ϕ_R	Angle de phase du coefficient de renforcement
f	Fréquence en Hz
φ_E	Retard de phase entre les signaux
γ^*	Fonction complexe de distorsion
ϑ^*	Coefficient complexe de poisson
a_T	Coefficient de translation
δH	Énergie apparente d'activation du matériau
E	Module de Young
p	Variable de la transformé de Laplace-Carson
Ω^h	Opérateur différentiel
Γ	Fonction d'Euler de deuxième espèce

μ	Constante
E_{00}	Module vitreux
E_0	Module élastique
MC	Module complexe
e	Épaisseur de l'échantillon annulaire
F	Force
r_{moy}	Rayon moyen du cylindre creux
Δl	Déplacement entre le cylindre interne et le cylindre externe
L	Hauteur de l'échantillon annulaire
Z_i	Hauteur
S_s	Surface spécifique
V_B	Valeur au bleu de méthylène du filler
F_C	Facteur de conversion
V_{BM}	Quantité de bleu de méthylène adsorbé
A_v	Nombre d'Avogadro
A_{BM}	Aire couverte par une molécule de bleu de méthylène
M_{BM}	Aire couverte par une molécule de bleu de méthylène
IQ_r	Indice de qualité de déformations
R_M^*	Coefficient complexe de renforcement du bitume par le filler
f_{ei}	$i \in \{b, m\}$; fréquence équivalente
f_r	Fréquence réelle
R^2	Coefficient de corrélation

XXX

d_{mm}	Densité maximale
V_{be}	Volume effectif du bitume
b (%)	Pourcentage massique de bitume

INTRODUCTION

L'industrie de la construction routière consomme annuellement 95% des quelques millions de tonnes de bitume produit dans le monde (Lesueur, 2009). Le bitume constitue une solution très utilisée pour les traitements de surface, les couches de roulement et les couches d'assises. Sa facilité de fabrication et de mise en place fait de lui le matériau de premier choix pour la confection des matériaux de chaussées.

Au Québec, comme dans la plupart des pays nordiques, la dégradation des matériaux bitumineux de chaussées est un phénomène très répandu. Elle résulte non seulement des charges répétitives induites par les conditions de trafic, mais aussi des conditions climatiques variées. Ainsi, la compréhension du comportement thermomécanique des mélanges bitumineux est primordiale pour assurer le bon dimensionnement des couches de la chaussée. Dans cette optique, des efforts importants ont été fournis par plusieurs chercheurs au sein du Laboratoire des Chaussées et Matériaux Bitumineux (LCMB) de l'école de technologie supérieure (ÉTS) dans le but de caractériser et d'améliorer les propriétés rhéologiques des matériaux bitumineux. En particulier, l'équipe du verre du LCMB, en collaboration avec : la Société des Alcools du Québec (SAQ), la société Éco-Entreprise Québec (ÉEQ), la ville de Montréal et Recyc-Québec, a pour mission d'évaluer l'influence de l'incorporation du verre post-consommation sur la rhéologie des mélanges bitumineux. L'étude inclut différents matériaux de chaussées notamment le mastic bitumineux. Ce dernier constitue une phase intermédiaire entre le liant et l'enrobé bitumineux. Il est composé de bitume et de filler (particules fines de diamètre inférieur à 315 microns selon le Ministère des Transports, de la Mobilité durable et de l'Électrification des transports MTMDDET). De plus, en considérant l'écart d'échelle entre les dimensions des constituants des mastics et ceux des enrobés, le mastic constitue ainsi le vrai liant pour les granulats de l'enrobé. L'étude de la rhéologie des mastics bitumineux est un moyen pertinent pour comprendre le comportement rhéologique des enrobés bitumineux.

La présente étude a pour objectif de caractériser la rhéologie des mastics bitumineux incorporant du filler de verre post-consommation sous différentes sollicitations et conditions thermiques. Dans cette perspective, le Rhéomètre à Cisaillement Annulaire (RCA) ou Annular Shear Rheometer (ASR) a été retenu afin d'évaluer la résistance au cisaillement des bitumes et mastics bitumineux. C'est un outil d'investigation expérimental développé à l'école Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE) en France en 2002. Il permet de solliciter des échantillons quasi-homogènes et de taille supérieure à celle des autres essais connus sur une large gamme de températures et de fréquences de sollicitation (B. Delaporte, Di Benedetto, Chaverot, & Gauthier, 2007).

Le présent mémoire inclut, en plus de cette introduction et de la conclusion, les 6 chapitres suivants :

- le chapitre 1 présente une revue de littérature exhaustive sur la microstructure du mastic bitumineux et ses constituants. Il permet de comprendre les principaux aspects de la rhéologie de ces mastics de la microstructure à la macrostructure;
- le chapitre 2 présente le programme expérimental;
- le chapitre 3 décrit la méthodologie de recherche et le principe de fonctionnement du RCA ainsi que les étapes de validation de l'essai;
- le chapitre 4 présente les caractéristiques des matériaux testés dans cette étude;
- le chapitre 5 présente les résultats expérimentaux de la présente maîtrise;
- le chapitre 6 constitue une modélisation rhéologique du comportement des matériaux bitumineux de cette étude par le moyen du modèle 2S2P1D.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Généralités sur le bitume

Plusieurs définitions ont été données au bitume. Selon les spécifications européennes (norme EN 12597), le bitume est un matériau adhésif et étanche, pratiquement non volatil, dérivé du pétrole brut ou présent dans l'asphalte naturelle. Il est complètement ou presque soluble dans le toluène et a un comportement très visqueux ou solide à température ambiante (Lesueur, 2009).

1.1.1 Fabrication des liants bitumineux

Le bitume est obtenu essentiellement par raffinage du pétrole. Comme règle générale, plus le pétrole brut est lourd, plus il est riche en bitume (Read & Whiteoak, 2003). Le processus de distillation consiste en premier lieu à séparer les composantes légères du pétrole par distillation atmosphérique à 350 °C. En deuxième lieu, un raffinage sous vide est effectué à une température qui peut varier de 350°C à 425°C et sous des pressions situées entre 1 et 10 KPa. Le bitume est alors le résidu de cette distillation sous vide (J. G Speight & ebrary, 1999) (Figure 1.1). Généralement, les procédés de raffinage donnent lieu, selon l'origine du pétrole brut, à deux types de bitume : les bitumes mous et les bitumes durs. D'autres types intermédiaires peuvent être obtenus par mélange de ces derniers (Read & Whiteoak, 2003).

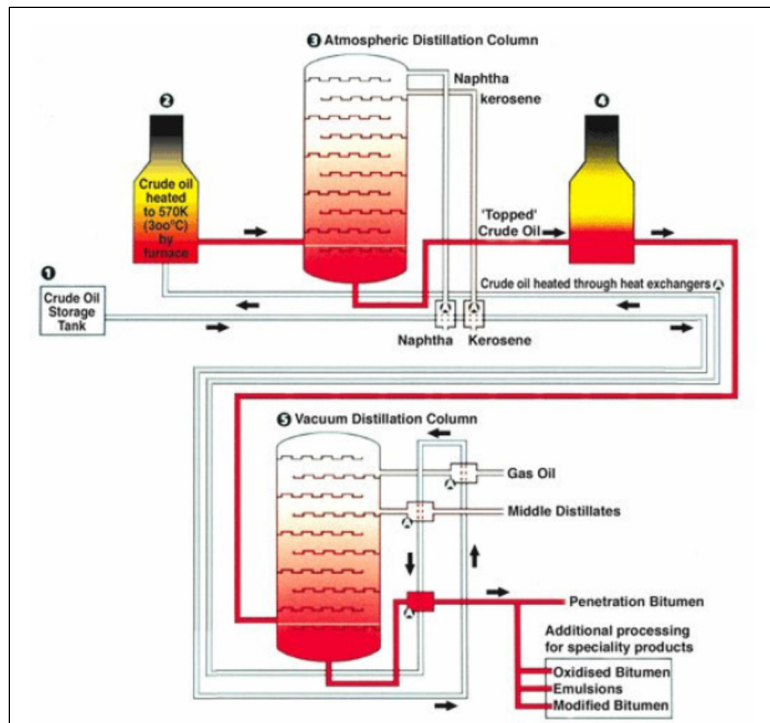


Figure 1.1 Représentation schématique de la distillation du pétrole
Tirée de Lesueur (2009)

1.1.2 Les applications du bitume

Actuellement dans l'industrie des bitumes, 95% des quelques 100 Mt de bitume produit chaque année dans le monde sont utilisées dans la construction routière. Ils agissent comme liant pour les granulats afin de former des enrobés bitumineux (Lesueur, 2009). Les mélanges d'enrobés bitumineux sont généralement fabriqués en chauffant environ 5% en masse de bitume jusqu'à environ 160 °C afin de diminuer sa viscosité et ensuite être mélangé avec 95% en masse d'agrégats (Corté, 2004). Ce processus est appelé mélange à chaud, et les spécifications sur le bitume dans les chaussées sont principalement basées sur cette application. D'autres techniques de fabrication d'enrobés bitumineux utilisant des émulsions de bitume ou du bitume fluidifié sont également disponibles. En revanche, elles représentent moins de 5% de la production totale d'enrobés bitumineux (Lesueur, 2002).

1.1.3 Les propriétés physico-chimiques du bitume

La densité du bitume varie de 1,01 à 1,04 g/cm³ à température ambiante. Elle dépend principalement de l'origine du pétrole et du grade de performance. Comme règle générale, on peut dire que plus le bitume est dur, plus il est dense (Read & Whiteoak, 2003). La température de transition vitreuse T_g du bitume varie de -40°C à +5°C. Une valeur médiane typique est de l'ordre de -20°C (Turner & Branthaver, 1997). La complexité de la structure chimique du bitume réside dans la quantité de composantes chimiques qu'il contient (J. G Speight & ebrary, 1999). En effet, le bitume contient du carbone (80-88%), de l'hydrogène (8-12 %) et en quantité moindre, de l'oxygène, du soufre et des traces de métaux tels que le Vanadium et le nickel (Mortazavi & Moulthrop, 1993) (Figure 1.2). Le soufre représente l'atome polarisé le plus présent dans le liant bitumineux. Il est le plus souvent sous forme de sulfures, de thiols et en moindre degré de sulfoxyde (Lesueur, 2009). Les formules chimiques de ces composantes sont données à la Figure 1.5.

		AAA-1	AAB-1	AAC-1	AAD-1	AAF-1	AAG-1	AAK-1	AAM-1
origin		Canada	USA	Canada	USA	USA	USA	Venezuela	USA
C	wt.%	83.9	82.3	86.5	81.6	84.5	85.6	83.7	86.8
H	wt.%	10.0	10.6	11.3	10.8	10.4	10.5	10.2	11.2
H+C	wt.%	93.9	92.9	97.8	92.4	94.9	96.1	93.9	98.0
H/C	molar	1.43	1.55	1.57	1.59	1.48	1.47	1.46	1.55
O	wt.%	0.6	0.8	0.9	0.9	1.1	1.1	0.8	0.5
N	wt.%	0.5	0.5	0.7	0.8	0.6	1.1	0.7	0.6
S	wt.%	5.5	4.7	1.9	6.9	3.4	1.3	6.4	1.2
V	ppm	174	220	146	310	87	37	1480	58
Ni	ppm	86	56	63	145	35	95	142	36
Mn	g/mol	790	840	870	700	840	710	860	1300

Figure 1.2 Analyse des composants chimiques de bitumes SHRP
Tirée de M. Mortazavi et J. S. Moulthrop (1993)

1.2 La composition chimique

La connaissance de la composition chimique du bitume est essentielle pour cerner les rouages de la microstructure de ce dernier. Dans cette partie, il s'agit de décrire les différentes composantes du bitume à l'échelle moléculaire et de comprendre l'influence de ces derniers sur la microstructure du bitume.

1.2.1 La structure moléculaire

1.2.1.1 Les types de composés moléculaires dans le bitume

Le bitume est un mélange d'une grande variété d'hydrocarbures ayant une haute température d'ébullition. Ces composés peuvent être :

- types aliphatiques possédant une chaîne de carbone ouverte (ex : matières cireuses), (Figure 1.3 (a));
- types aromatiques dont les atomes forment des structures cycliques et planes particulièrement stables (ex : asphalte soufflé) (Figure 1.3 (b));
- type composé à la fois d'un carbone aliphatique et aromatique (Robertson et al., 1991) (Figure 1.3 (c)).

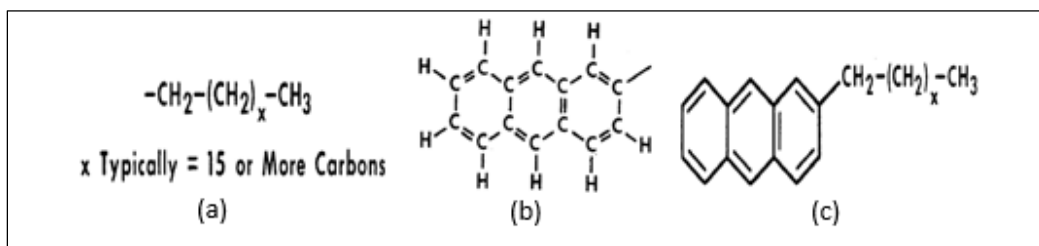


Figure 1.3 a) Composé aliphatique, b) Composé aromatique,
c) Composé aliphatique et aromatique
Tirée de Robertson (1991)

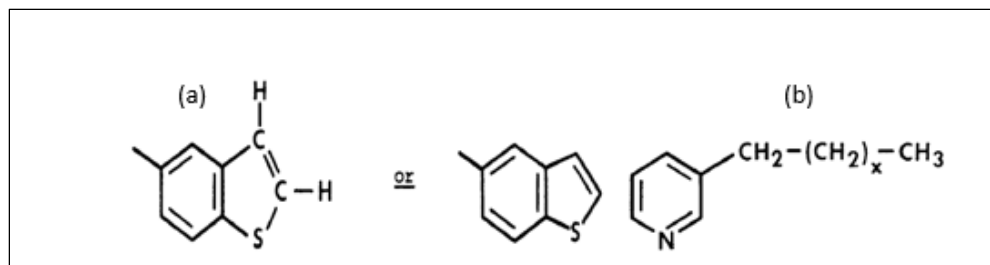


Figure 1.4 a) Composé contenant du soufre, b) Composé avec nitrogène
Tirée de Robertson (1991)

Le bitume contient aussi des hétéroatomes (Figure 1.4) à savoir : le soufre, le nitrogène, l'oxygène, ainsi que des métaux tels que vanadium ou le nickel (J. G Speight & ebrary, 1999). La plupart des métaux forment des composés chimiques tels que les métalloporphyrines. Le vanadium est le métal le plus présent, jusqu'à 2 000 parties par million (ppm), et le nickel peut atteindre des concentrations jusqu'à 200 ppm. Le soufre est généralement l'atome polaire le plus fréquent. Il apparaît sous la forme de sulfures, de thiols et, dans une moindre mesure, de sulfoxydes (J. G Speight & ebrary, 1999). L'oxygène est typiquement présent sous la forme de cétones, de phénols et, dans une moindre mesure, d'acides carboxyliques (J. G Speight & ebrary, 1999) (cf. figure 1.5). L'azote existe typiquement dans les structures pyrroliques et pyridiniques et forme également des espèces amphotères telles que les 2-quinolones (J. G Speight & ebrary, 1999).

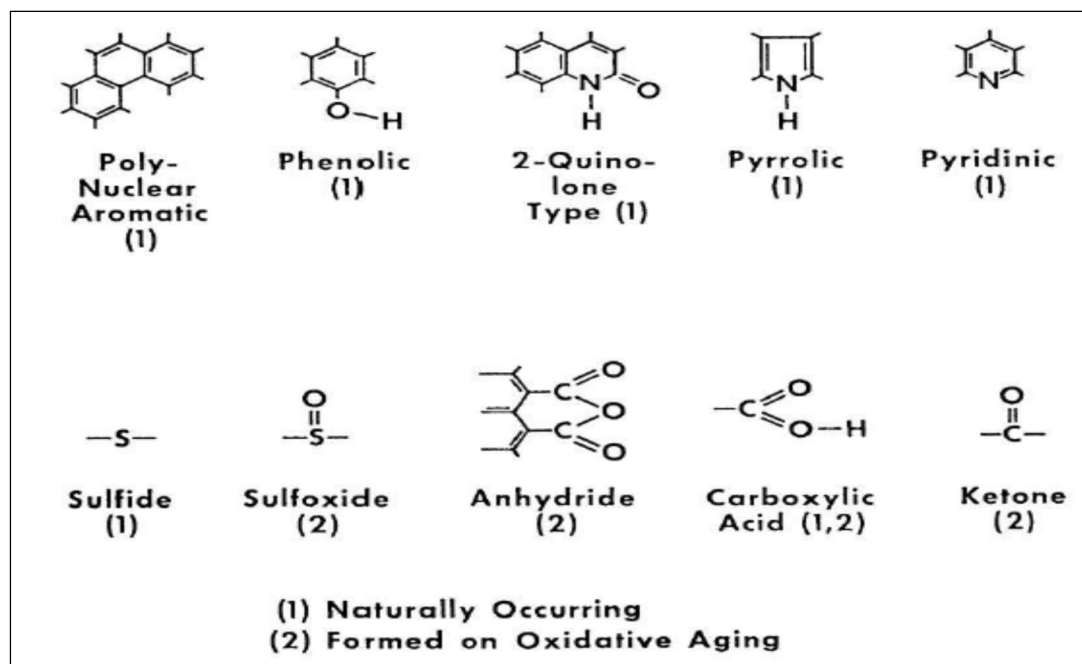


Figure 1.5 Les composés chimiques présents dans le bitume
Tirée de Lesueur (2009)

Il est facile de voir que des dizaines de milliers d'espèces moléculaires différentes peuvent être présentes dans le bitume considérant que chaque agencement différent des éléments constitue une molécule différente. Il est beaucoup plus efficace de faire une classification de la chimie du bitume en termes de types moléculaires.

1.2.1.2 Les effets de l'oxydation sur la structure moléculaire du bitume

Certains types de carbones dans le bitume sont oxydables : un carbone benzylique (carbone aliphatique près d'un noyau aromatique (Figure 1.6)) représente un site très oxydable. Il s'oxyde pour donner une cétone (Robertson et al., 1991).

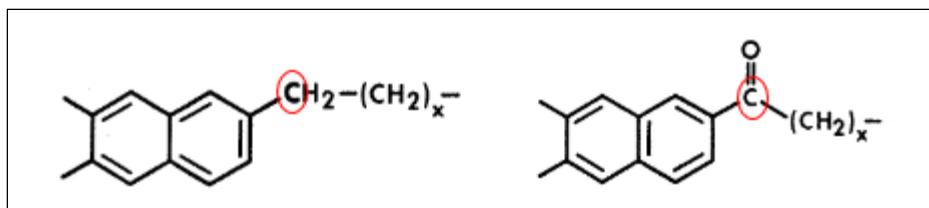


Figure 1.6 Oxydation d'un carbone benzylique
Tirée de Robertson (1991)

Une forme d'oxydation plus sévère peut entraîner la formation d'acides carboxyliques et la perte d'une partie de la molécule (Robertson et al., 1991) (Figure 1.7).

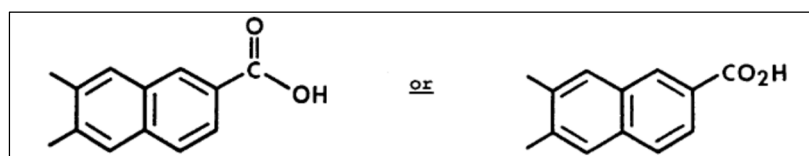


Figure 1.7 Formation des acides carboxyliques dans le bitume
Tirée de Robertson (1991)

Les acides carboxyliques, qu'ils soient présents dans le bitume brut ou formés par oxydation, peuvent être convertis en sels de sodium (Na) ou en sel de calcium (Ca) par réaction appropriée avec des composés inorganiques de sodium ou de calcium (Figure 1.8) (Robertson et al., 1991).

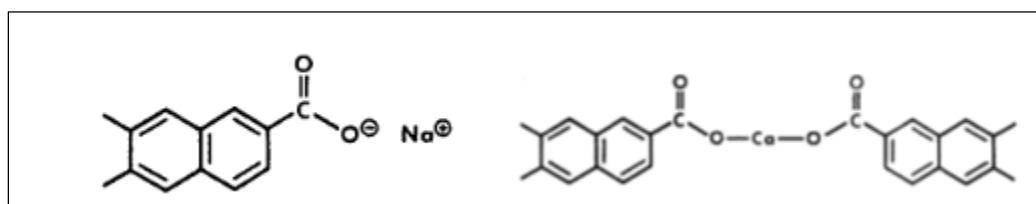


Figure 1.8 Réaction des acides carboxyliques avec des ions Na^+ ou Ca^{2+}
Tirée de Robertson (1991)

Lorsque deux carbones benzyliques sont présents sur des noyaux aromatiques adjacents, ils peuvent s'oxyder pour former des acides carboxyliques anhydrides (Figure 1.9).

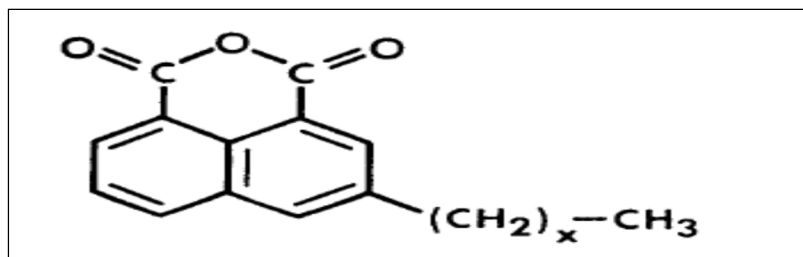


Figure 1.9 Formation des acides carboxyliques anhydrides
Tirée de Robertson (1991)

Une autre forme de molécule dans le bitume contenant de l'oxygène est les phénols où l'oxygène est directement lié à un carbone aromatique (Robertson et al., 1991) (Figure 1.10).

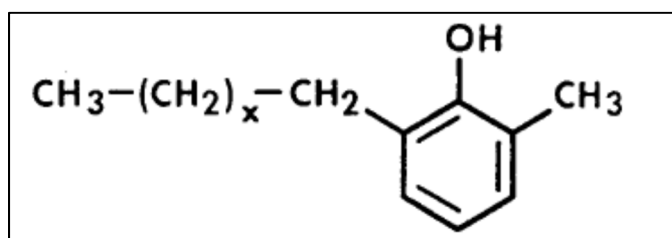


Figure 1.10 Structure chimique des phénols
Tirée de Robertson (1991)

Les quinolones sont une forme d'oxydation avancée et se trouvent principalement dans les bitumes vieillis (Robertson et al., 1991) (Figure 1.11).

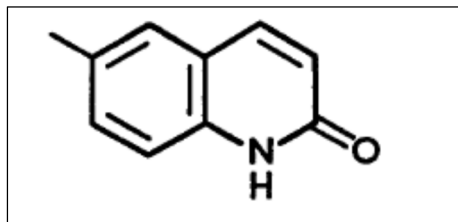


Figure 1.11 Structure chimique des quinolones
Tirée de Robertson (1991)

Les sulfures sont aussi susceptibles de s'oxyder pour former des sulfoxydes (Figure 1.12) (Robertson et al., 1991).

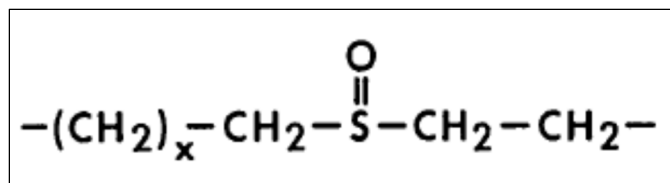


Figure 1.12 Structure chimique des sulfoxydes
Tirée de Robertson (1991)

En conclusion, lorsque l'oxydation se produit, de nouveaux sites plus polaires sont formés et en plus grande quantité que dans le bitume vierge. La création de sites polaires affecte la tendance du bitume à former un agencement plus structuré. Ceci augmente la rigidité du bitume à haute température. À basse température, l'effet structurant rend le bitume plus fragile et plus apte à la fissuration thermique.

1.2.1.3 Les métaux

Les métaux sont présents dans les asphaltes dans des quantités et des distributions variées. Les métaux les plus courants sont le vanadium, le nickel et le fer bien que d'autres métaux puissent également être présents. Typiquement, les métaux se trouvent sous forme de matériaux organométalliques, en particulier comme les porphyrines (Robertson et al., 1991).

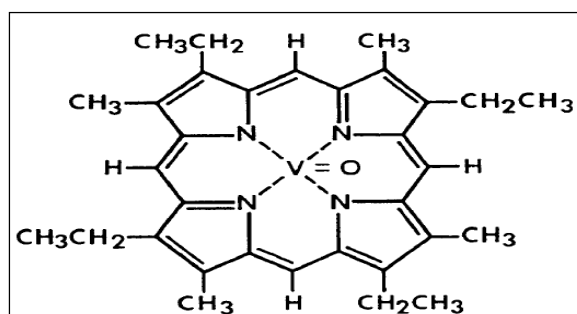


Figure 1.13 Structure chimique d'un chélate
Tirée de Robertson (1991)

Les cations métalliques jouent le rôle d'un chélate dans les composés chimiques du bitume et augmentent la stabilité des nanostructures dans le bitume (Figure 1.13).

1.2.1.4 La polarité des composés chimiques du bitume

La polarité, qui est la séparation de la charge dans une molécule, existe dans tous les composés chimiques contenant des hétéroatomes ou des métaux. De même, les produits d'oxydation formés lors du vieillissement sont polaires et contribuent davantage à la polarité de l'ensemble du système. La polarité est importante dans le bitume car elle tend à faire en sorte que les molécules s'organisent en orientations préférentielles (Robertson et al., 1991).

La structure du bitume est gouvernée ainsi par les forces électrostatiques. Ces interactions sont plus faibles que les liaisons covalentes. De fait, la structure intermoléculaire peut changer suite à une sollicitation ou une augmentation de la température sans pour autant changer la composition de la molécule (Figure 1.14) (Robertson et al., 1991).

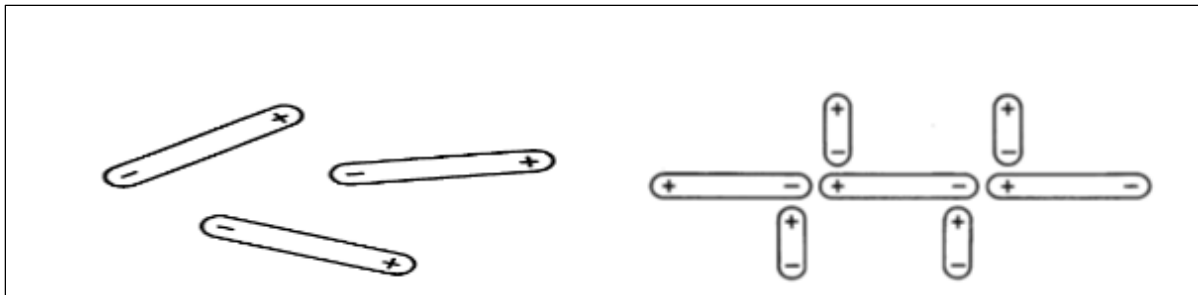


Figure 1.14 Représentation schématique de l'orientation des molécules dans le bitume
Tirée de Robertson (1991)

En conclusion, les propriétés physiques du bitume dépendent de la structure intermoléculaire : plus la polarité des molécules augmente, plus le bitume devient structuré et rigide. L'arrangement des molécules polaires dépend des composés polaires et de l'historique thermique du bitume (Robertson et al., 1991).

1.2.2 Les méthodes de séparation

1.2.2.1 La fraction SARA (Saturés, aromatiques, résines et asphaltènes)

Boussingault, en 1836, a été le premier à séparer deux composantes chimiques par distillation d'un bitume originaire de la ville de Bêchelon en France (Lesueur, 2009). Il a remarqué que 85% du bitume était une fraction distillable qu'il a appelée pétrolène (maltènes), les 15% restant représentent la fraction solide appelée asphaltène (Lesueur, 2009). Boussingault a constaté que le ratio hydrogène/carbone (H/C) était similaire pour les deux fractions avec une augmentation du pourcentage d'oxygène chez les asphaltènes (14,8%). Il a alors suggéré que les asphaltènes dérivent des maltènes par oxydation.

Les avancées de la technologie moderne ont permis à Corbett de séparer les maltènes, par des techniques chromatographiques et des éluants successifs, en : saturés, aromatiques, résines et asphaltènes (SARA) (Figure 1.15). Par conséquent, le bitume doit être considéré comme un continuum chimique avec une augmentation progressive de la masse molaire, de la polarité et du degré d'aromaticité, des saturés aux asphaltènes (Corbett, 1969). La méthode de fraction SARA est normalisée aujourd'hui par la norme ASTM D-4124, qui préconise les éluants et la procédure expérimentale à utiliser.

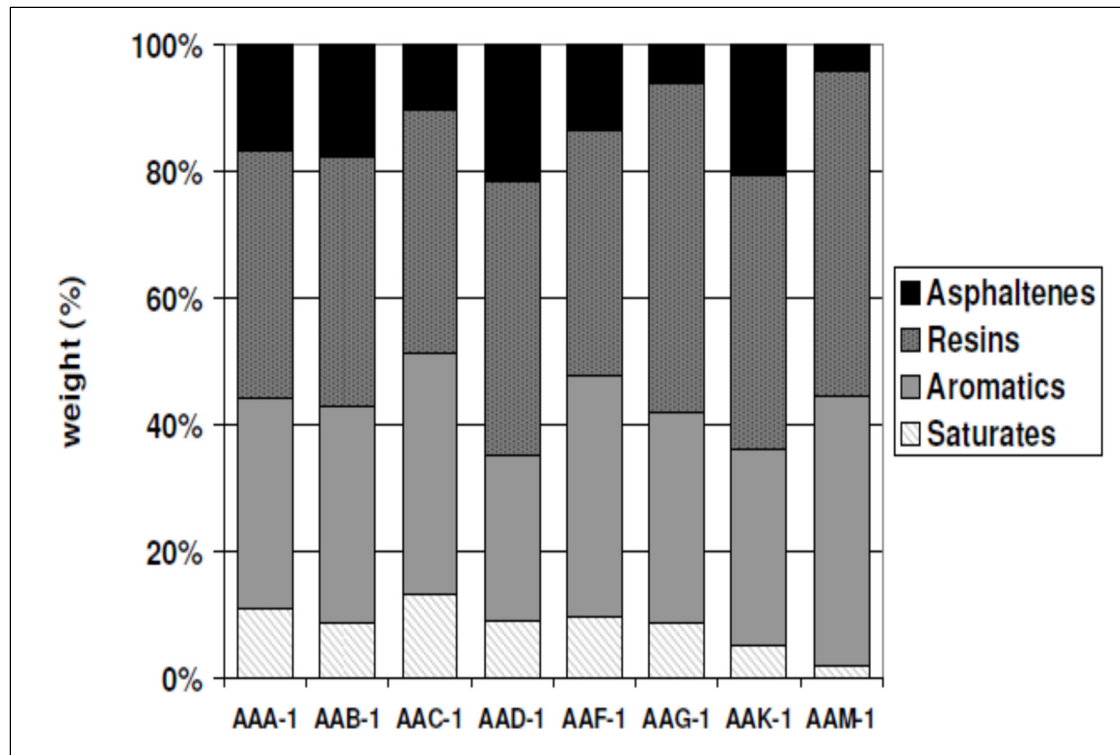


Figure 1.15 Séparation du bitume selon la méthode SARA
Tirée de M. Mortazavi et J. S. Moulthrop (1993)

Les saturés

Les saturés représentent 5 à 15 % d'un bitume routier. Ils forment un liquide incolore ou légèrement coloré, à température ambiante, à cause de leur température de transition vitreuse très basse (-70°C). Leurs ratios H/C sont proches de 2 avec des traces d'autres hétéroatomes. Ils contiennent aussi une faible proportion de n-alcanes cristalline linéaire (0-15%). Ils ont une masse moléculaire moyenne de l'ordre de 600 g/mol, un paramètre de solubilité entre 15 et 17 $\text{MPa}^{0.5}$ et leurs densités moyennes varient de 0.9 g/cm^3 à 20°C (Corbett, 1969).

Les aromatiques

Les aromatiques sont présents en majorité, avec les résines, dans le bitume (30-45 %). À température ambiante, ils forment un liquide jaunâtre plus visqueux que les saturés. Ceci est dû à leur température de transition vitreuse plus haute (-20 °C). La structure carbonique des aromatiques est légèrement aliphatique et leurs masses moléculaires s'approchent de 800 g/mol. Le paramètre de solubilité varie de 17-18,5 MPa^{0.5} avec une densité inférieure à 1 g/cm³ à 20 °C (Lesueur, 2009).

Les résines

Les résines, appelées aussi les aromatiques polaires, sont aussi abondantes dans les bitumes (30-45 %). Elles se trouvent sous forme d'un solide noir à température ambiante. Dès lors, il n'est pas clair s'elles possèdent une température de transition vitreuse. La composition chimique des résines est proche de celle des asphaltènes avec une masse molaire de 1100 g/mol et un ratio H/C entre 1,38 et 1,69. Cependant, elles sont moins condensées en noyau aromatique que les asphaltènes (de 2 à 4 noyaux fusionnés) (Lesueur, 2009). Piéri a montré qu'elles étaient plus polaires que les asphaltènes, d'où leurs rôles importants dans la stabilisation de la structure colloïdale du bitume. Elles sont en effet les principaux stabilisateurs des asphaltènes dans la matrice des maltènes (Pieri, 1994).

Les Asphaltènes

Selon la norme ASTM D 3279, les asphaltènes sont définis comme la partie insoluble du bitume dans le n-heptane, mais soluble dans le toluène. Ils représentent un pourcentage massique allant de 5 à 20 % et jouent un rôle primordial dans la viscosité du bitume (Lesueur, 2009). Les asphaltènes forment une poudre noire à température ambiante. Ils possèdent une densité de 1,15 g/cm³ et leurs masses molaires varient entre 800-3500 g/mol (J. G Speight & ebrary, 1999). La résonance magnétique nucléaire (RMN) a révélé que les asphaltènes contiennent des noyaux aromatiques fusionnés (de 4 à 10 noyaux) avec des chaînes

aliphatiques pendantes. Les noyaux aromatiques des asphaltènes s'associent par des liaisons planaires π - π semblables aux piles graphites. Ces liaisons nécessitent une énergie d'association allant de 200 à 400 kJ/mol (Mullins et al., 2012) (Figure 1.16).

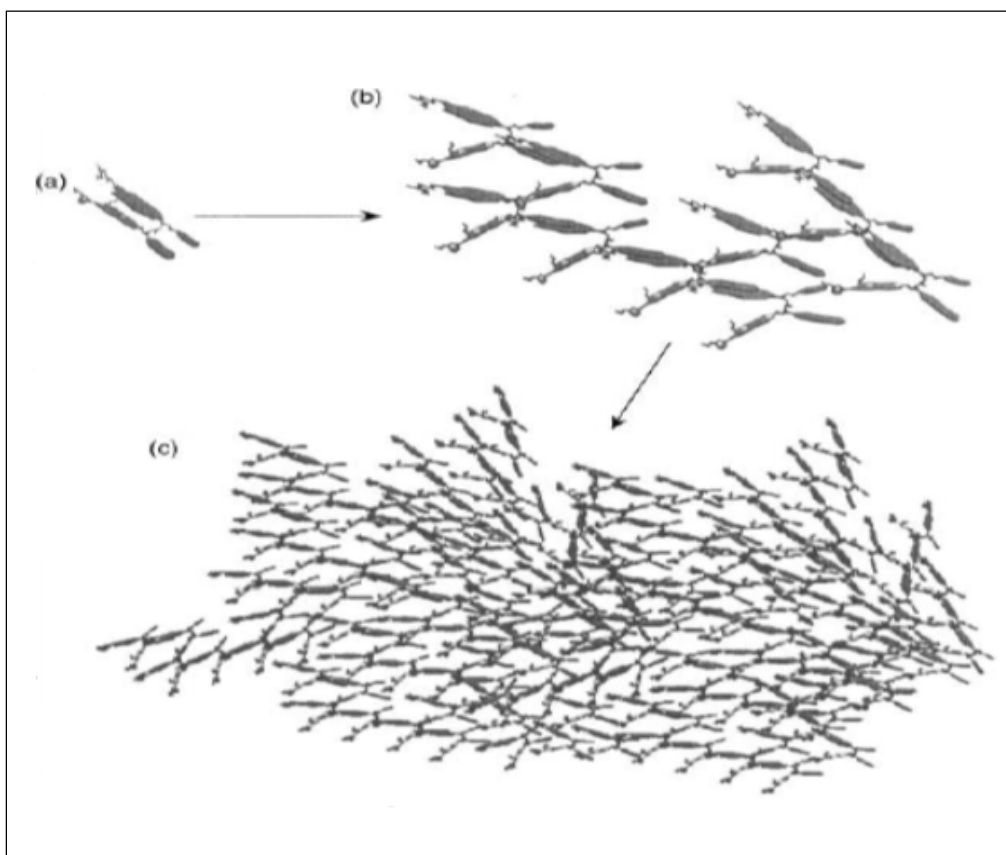


Figure 1.16 Modélisation de la structure des asphaltènes
Tirée de Lesueur (2009)

De plus, les asphaltènes ont une charge électrique permanente (composante polaire). Leur comportement dans le bitume est similaire à celui d'un ion en solution. Enfin, grâce à la présence des groupes polaires, des composés aromatiques polycycliques et des métaux, les asphaltènes contribuent grandement à l'adhésivité bitume-agrégats (Petersen & Plancher, 1998).

1.2.2.2 Chromatographie à échange d'ions CEI

La chromatographie à échange d'ions consiste à séparer le bitume en cinq éléments. Ces éléments sont : des acides ou des bases fortes, des acides ou des bases faibles et des éléments neutres. Ceci permet de comprendre les propriétés chimiques d'interface du bitume. D'autres recherches ont montré aussi l'existence d'éléments appelés amphorique. Ces éléments peuvent agir simultanément comme acide ou comme base (Lesueur, 2009).

La CEI a révélé que 60 % du bitume était des éléments neutres, laissant à penser que les acides et les basses existent dans les résines et les asphaltènes (Figure 1.17).

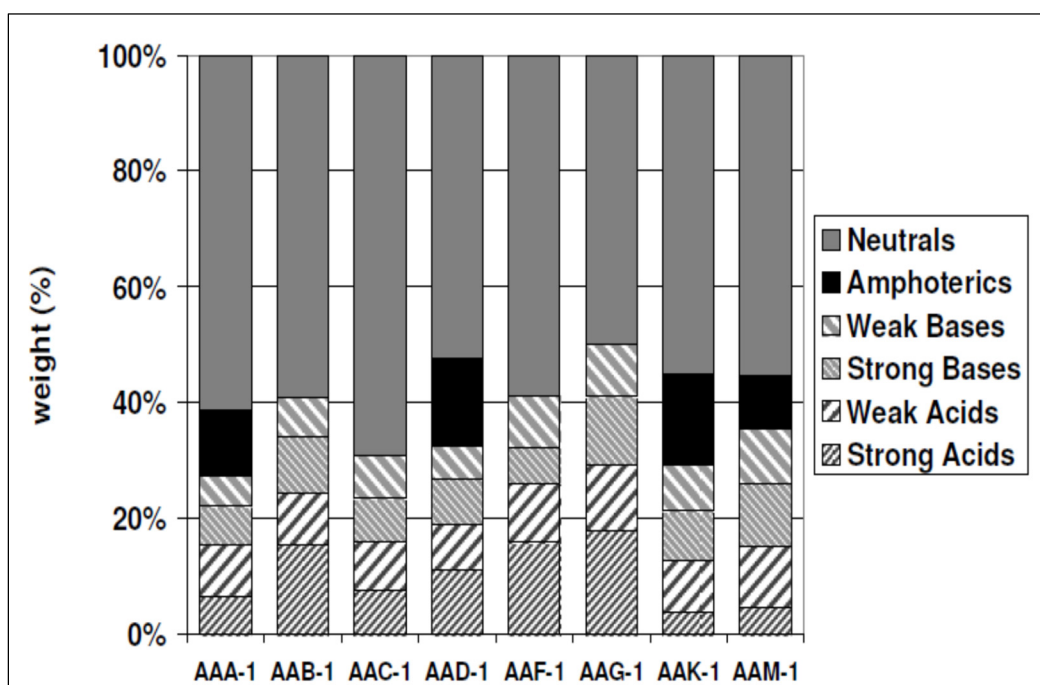


Figure 1.17 Séparation du bitume par Chromatographie à échange d'ions CEI
Tirée de Lesueur (2009)

Les acides forts contiennent principalement les acides carboxyliques, les phénols et les 2-quinolones du bitume. Les bases sont enrichies en sulfoxydes et en cétones (Petersen & Plancher, 1998). La fraction neutre est de nature liquide tandis que la fraction amphotère est

un solide noir friable semblable aux asphaltènes. La fraction basique forme un solide collant qui ressemble aux résines (Lesueur 2002).

1.2.3 Modèle de la structure colloïdale

1.2.3.1 Le modèle sol et gel

La première description du modèle colloïdale du bitume revient à Nellebsteym en 1923. Vu leur ressemblance à la structure du carbone libre, les asphaltènes forment une suspension colloïdale dans une matrice de maltène (Lesueur, 2002). Cette description a été supportée par l'effet Tyndall sur les asphaltènes en solution et par les observations microscopiques, ainsi que l'absence de diffusion des molécules d'asphaltènes à travers une membrane.

Le modèle colloïdal permet par conséquent de décrire trois types de bitume (Lesueur, 2009) (Figure 1.18) :

- les bitumes de type sol dont les propriétés rhéologiques sont principalement newtoniennes. En termes de structure, cela se produit quand les micelles d'asphaltène sont totalement dispersées dans les maltènes et n'interagissent pas entre elles;
- les bitumes de type gel sont produits à la suite d'un procédé de soufflage. La proportion d'asphaltènes augmente par rapport aux aromatiques. Le comportement devient de ce fait non newtonien. Ce comportement peut être décrit comme un mélange d'élasticité différé et de non-linéarité des propriétés viscoélastiques;
- les bitumes de type Sol-gel correspondent aux bitumes intermédiaires obtenus par mélange d'un bitume de type sol avec un bitume de type gel. Le modèle colloïdal n'explique pas le comportement « gel » d'un bitume « sol » dès que la température est assez faible et inversement.

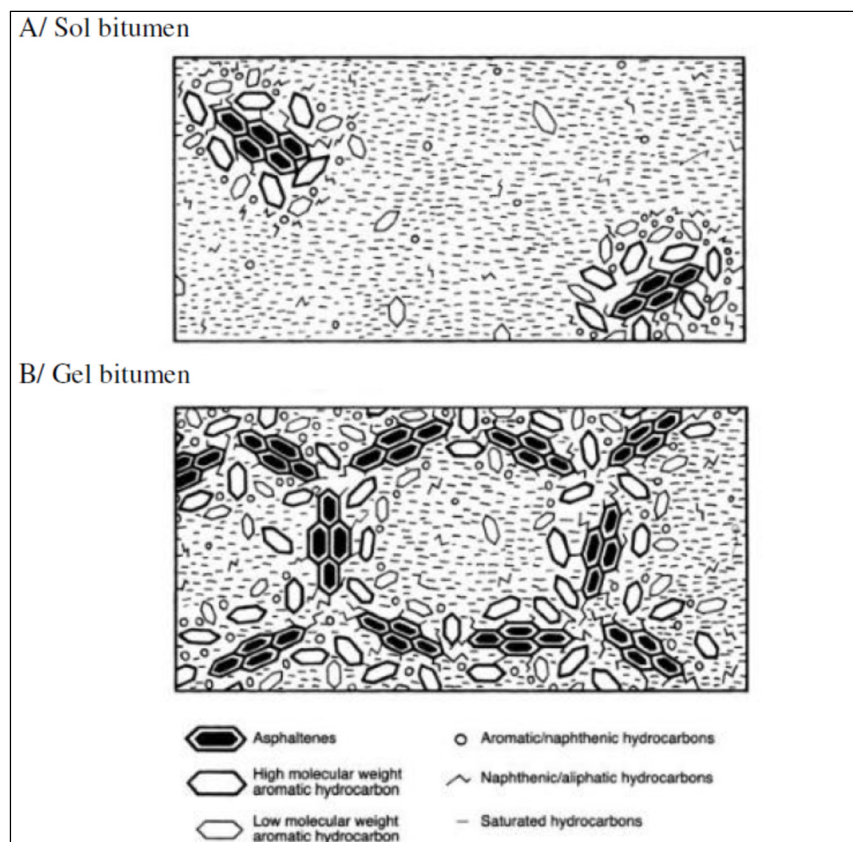


Figure 1.18 Les modèles Sol et Gel du bitume
Tirée de Corté (2004)

1.2.3.2 Le modèle du fluide polaire dispersé

Les chercheurs du programme américain SHRP décrivent le bitume comme un mélange complexe de molécules sans structure prédominante. Les interactions intermoléculaires sont de natures polaires ou dispersives. La rhéologie est alors gouvernée par l'intensité des forces d'interaction. Le bitume est considéré en conséquence comme un matériau homogène (Petersen & Plancher, 1998). Cependant, des arguments tels que : l'observation à l'aide des techniques de diffraction des rayonnements, la nature hétérogène du bitume ou encore la possibilité qu'un matériau hétérogène comme les mastics ait une dépendance temporelle monotone, un spectre de relaxation uni modal et un comportement thermologiquement simple, réfute cette modélisation (Lesueur, 2009).

1.2.3.3 Le modèle colloïdal moderne

Les micelles d'asphaltènes

La diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) et la diffusion des neutrons aux petits angles (SANS) confirment que les asphaltènes forment des micelles dans le bitume (Overfield, 1989). Ces expériences ont également relevé que les diagrammes de diffusions obtenus changent si les asphaltènes sont retirés du bitume. En outre, des études sur la viscoélasticité suggèrent la formation des micelles d'asphaltène et que ces micelles subissent un mouvement brownien à température assez haute. Ceci explique l'augmentation de la conductivité électrique du bitume en fonction de la température (Lesueur, 2009).

D'un point de vue thermique, on remarque que la température de transition vitreuse du bitume est très proche de celle des aromatiques. Ceci suggère fortement que les asphaltènes existent sous forme de particules dispersées et ne participent pas directement à la transition vitreuse (Turner & Branthaver, 1997).

Un autre argument très pertinent qui suggère l'existence de micelle d'asphaltènes dans le bitume est : l'évidence d'une structure élémentaire, relevée dans toutes les études de diffusion, ayant un rayon de diffusion de 2 à 8 nm, et qui correspond à la taille des cristaux purs des asphaltènes (MASSON, Leblond, & Margeson, 2006). Néanmoins, la description de la géométrie des micelles d'asphaltènes reste à clarifier. De même, le rôle des résines doit être bien compris. Dans ce sens, Swanson a montré que les asphaltènes précipitent lorsqu'ils sont mélangés avec les composantes huileuses du bitume (Lesueur, 2009). Il a aussi montré que les résines peuvent disperser les asphaltènes dans du benzène, mettant l'accent sur le rôle de stabilisation des résines dans le liant bitumineux. Koots quant à lui a quantifié qu'au moins 75% des résines du bitume étaient nécessaires pour éviter la précipitation des asphaltènes (Lesueur, 2009). Cependant, il a remarqué que les résines d'une source donnée étaient incapables de disperser les asphaltènes des autres sources de pétrole. Il existe donc un effet de reconnaissance dû à l'origine du bitume. En conclusion, tous les arguments avancés ci-dessus tendent à appuyer l'existence de micelles d'asphaltènes dans le bitume.

Agrégation des micelles d'asphaltènes dans le bitume

Le phénomène d'agrégation des micelles d'asphaltènes demeure assez hypothétique. D'un côté, le modèle de Yen suppose l'existence de micelles agrégées, appelées super micelles, qui génèrent alors, vu le mouvement brownien, des flocons (Cluster) jusqu'à ce que la structure atteigne une taille critique qui engendre sa précipitation (Figure 1.19) (Yen, 1992).

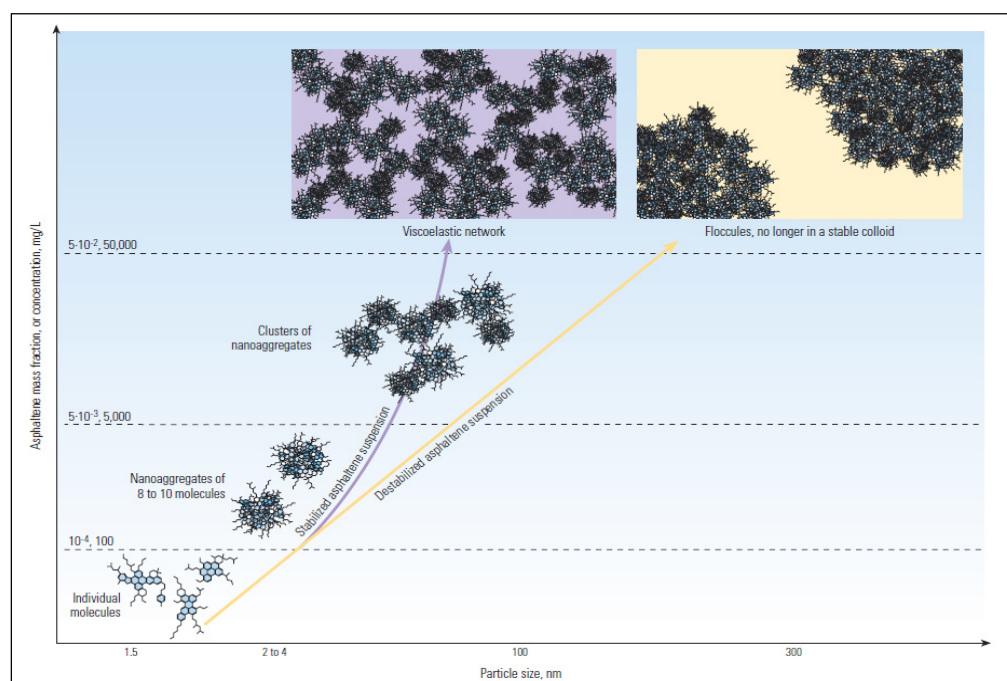


Figure 1.19 Modèle de formation des clusters d'Asphaltènes
Tirée de Mullins (2010)

D'autres études ont révélé que ces particules s'arrangent selon des structures fractales bidimensionnelles dans des solvants tels que le toluène ou bien dans le bitume. Ces résultats ressemblent à ceux obtenus dans les modèles d'agrégation limitée par la réaction (Reaction-limited cluster aggregation).

En parallèle, les observations réalisées avec le microscope à force atomique (AFM), ou encore la microscopie électronique à balayage (MEB) mettent l'accent sur l'existence d'une structure semblable à une abeille, appelé aussi « catana phase ». Cette structure a une longueur moyenne

entre 22 et 85 nm et une distance typique entre les bandes (élément en relief sur la Figure 1.20) de 150nm. Les liens entre les asphaltènes et la structure en abeille ont été confirmés (MASSON, Leblond, & Margeson, 2006). Dans tous les cas, l'avancée des techniques d'observation des microstructures pourra clarifier la nature des agrégations d'asphaltènes.

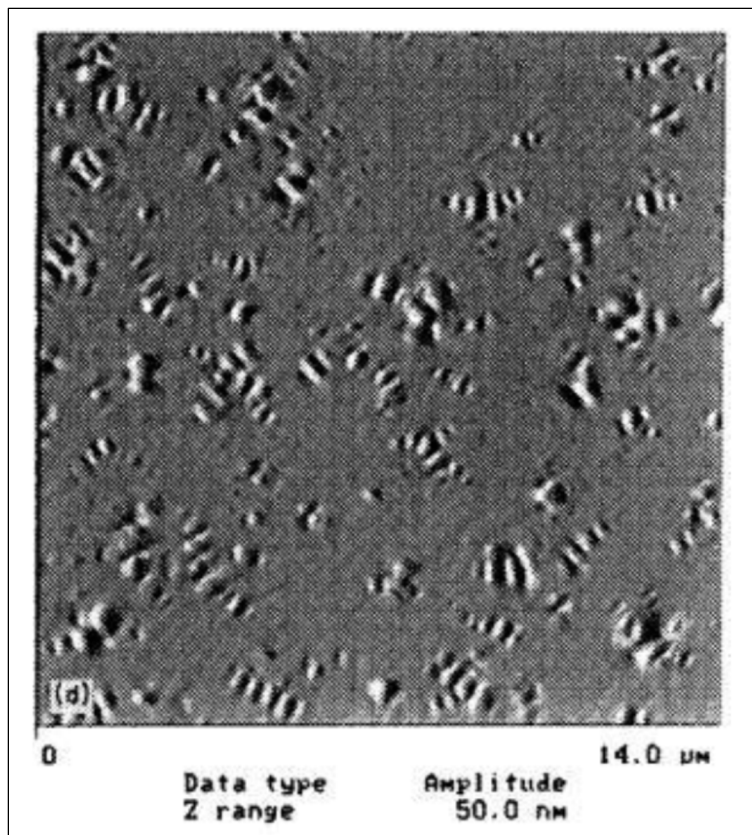


Figure 1.20 Structure en abeille relevée dans le bitume
Tirée de Masson (2006)

1.2.4 Les principes de la modification

1.2.4.1 Modification par ajout d'acide

L'ajout d'acide aux bitumes est comparable à l'effet de soufflage. Il conduit à une augmentation de la teneur en asphaltènes en favorisant les réactions d'oxydations (Siegmann, 1950). L'acide polyphosphorique PPA est le plus utilisé dans l'industrie pétrochimique de nos

jours. Il a pour effet d'augmenter le grade de performance d'un bitume par ajout de 0,1% d'acide (Orange et al., 2004). Ceci engendre la neutralisation des interactions entre les molécules polaires d'asphaltènes par protonation des bases ou par estérification. Par la suite, on obtient une augmentation de la solvation des asphaltènes et par conséquent une augmentation de la fraction solide dans le bitume, ce qui le rend plus visqueux (Lesueur, 2009).

1.2.4.2 Modification par ajout de polymère

La modification des propriétés mécaniques des bitumes par ajout d'additifs polymériques a pris une grande importance dans l'industrie routière depuis 1970. Il existe de nos jours plusieurs familles de polymères. Ils sont le plus souvent caractérisés dans l'industrie par leurs monomères ou leurs masses moléculaires (Lesueur, 2002). Les polymères les plus utilisés pour les bitumes modifiés par polymères (BMP) sont : les élastomères comme le styrène-b-butadiène SBS ou les plastomères comme l'éthylène-vinylacetate EVA.

La modification des bitumes par polymères peut se faire selon deux procédés. Le procédé humide consiste à ajouter le polymère directement au bitume pur. Le procédé à sec intègre les polymères aux bitumes lors de la fabrication de l'enrobé à la centrale d'enrobage en même temps que les granulats.

L'ajout de polymère se fait à hauteur de 3 à 6 % du bitume (Figure 1.21), ils contribuent essentiellement à augmenter la température haute du grade de performance. Comme règle générale, l'ajout de 1% de polymère contribue à une hausse de 2°C de la température limite élevée du bitume (Planche J. P., D. Lesueur, M. L. Hines et al. 1996).

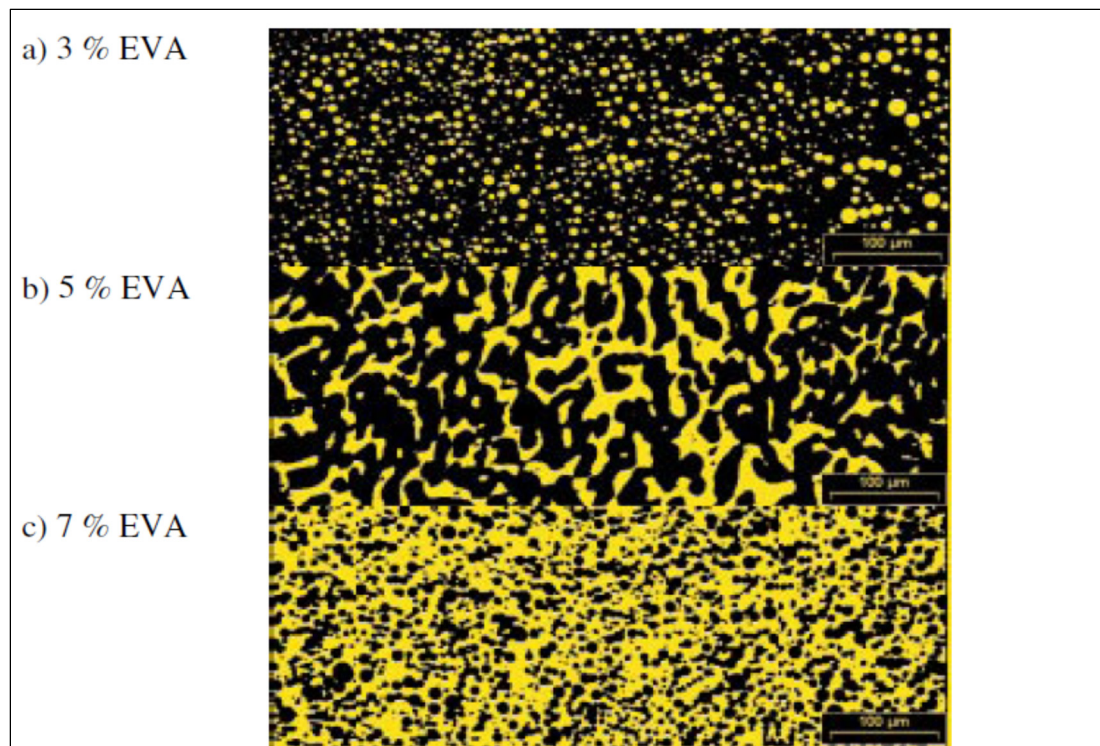


Figure 1.21 Les microstructures d'un bitume modifié par ajout d'un polymère EVA avec une teneur en polymère croissante, observée par la microscopie à fluorescence
Tirée de PIARC (1999)

1.2.4.3 La compatibilité bitume polymère

La compatibilité bitume-polymère dépend fortement de la structure chimique du bitume. Le meilleur moyen de prédire cette compatibilité reste les essais laboratoires. Plusieurs auteurs ont essayé de donner un cadre théorique basé sur les propriétés intrinsèques du bitume et des polymères afin de prédire la compatibilité bitume-polymère (Laval & Quivoron, 1973).

Comme règle générale, on peut dire que :

- une forte présence d'asphaltènes diminue la compatibilité bitume-polymère ;
- l'aromaticité des maltènes doit se situer dans un intervalle optimal pour garantir une bonne compatibilité.

D'autres approches théoriques ont été proposées en se basant sur les paramètres de solubilité des polymères et des aromatiques. Dans ce sens, une bonne compatibilité signifie que la solubilité du polymère doit être proche de celle des maltènes (Brule, 1996). Toutefois, la solubilité seule est insuffisante pour apprécier la compatibilité bitume-polymère du fait qu'elle ne tient pas compte des différences de polarité entre les molécules.

De manière beaucoup plus pragmatique, Bonemazzi a proposé un essai d'absorption d'huile aromatique pour anticiper le gonflement des polymères par le bitume. Ce taux de gonflement, exprimé comme le volume de la phase riche en polymères, s'avère pertinent pour définir la compatibilité bitume polymère (Lesueur, 2002).

1.3 Les propriétés adhésives et cohésives du bitume

1.3.1 Les théories d'adhésion

L'adhésion est un attribut majeur dans un procédé faisant appel aux liants bitumineux. Elle représente le travail ou la force nécessaire à la rupture d'un film de bitume à la surface ou dans l'interface bitume-granulat (Solomatnikova, 1998) (Figure 1.22). Elle résulte de l'adsorption du bitume par le granulat. L'adsorption est un phénomène de surface qui fixe des ions, des molécules ou des atomes à la surface d'un solide grâce à des liaisons physico-chimiques.

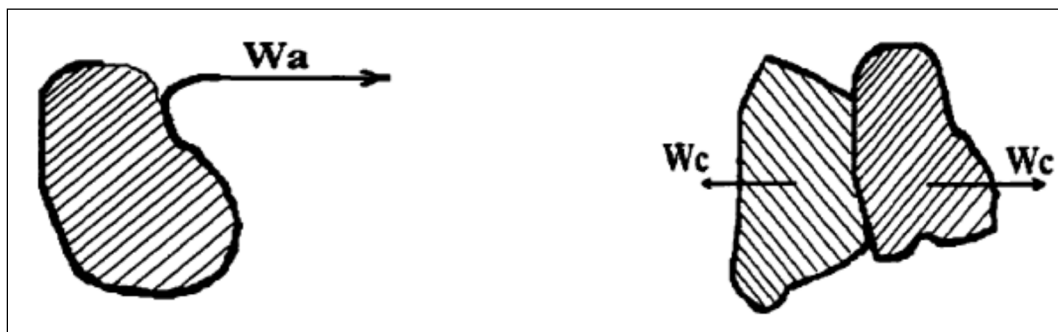


Figure 1.22 Représentation schématique de l'énergie de cohésion W_c et d'adhésion W_a

Tirée de Solomatnikova (1998)

Il existe plusieurs théories pour définir le concept de l'adhésion bitume-granulat :

- la théorie mécanique : La théorie mécanique associe l'adhésion bitume-granulat à la prise mécanique des composantes du bitume dans les cavités et aspérités se trouvant à la surface des granulats (Kucharek, 2012) (Figure 1.23). Ceci crée un ancrage mécanique qui se solidifie par le temps. Gonzalez (Gonzalez, 1994) a montré que l'adsorption des asphaltènes semble être irréversible quand la densité d'adsorption dans les pores des granulats est proche de la saturation. Cet effet est attribué aux interactions latérales entre les molécules d'asphaltènes adsorbées. Les paramètres principaux qui influencent l'adhésion mécanique sont : la texture de la surface du granulat, la qualité du mouillage du granulat, la viscosité du bitume, la chimie des surfaces du bitume et du granulat (Kucharek, 2012);

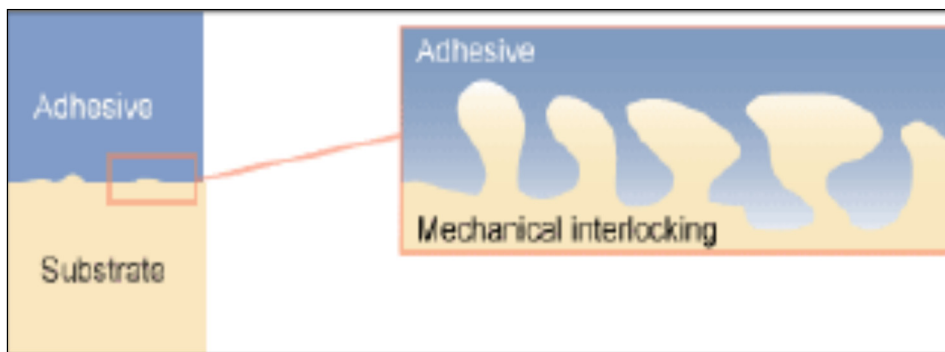


Figure 1.23 Adhésion mécanique
Tirée de Kucharek (2012)

- la théorie électrostatique : La théorie électrostatique décrit le mécanisme d'adhésion comme une interaction électrostatique entre deux surfaces chargées électriquement. Dans ce cas, l'adhésion est la conséquence de l'attraction entre les charges opposées. Les liaisons formées peuvent être des liaisons d'hydrogènes quand les groupements hydroxyles sont présents à la surface ou encore des liaisons de Van Der Waals (liens dispersifs) qui sont toujours présentes (Curtis, 1992). La force d'adhésion résulte aussi de l'intensité et du nombre de liaisons de nature « électrique » formées (Darque-Ceretti & Felder, 2003);

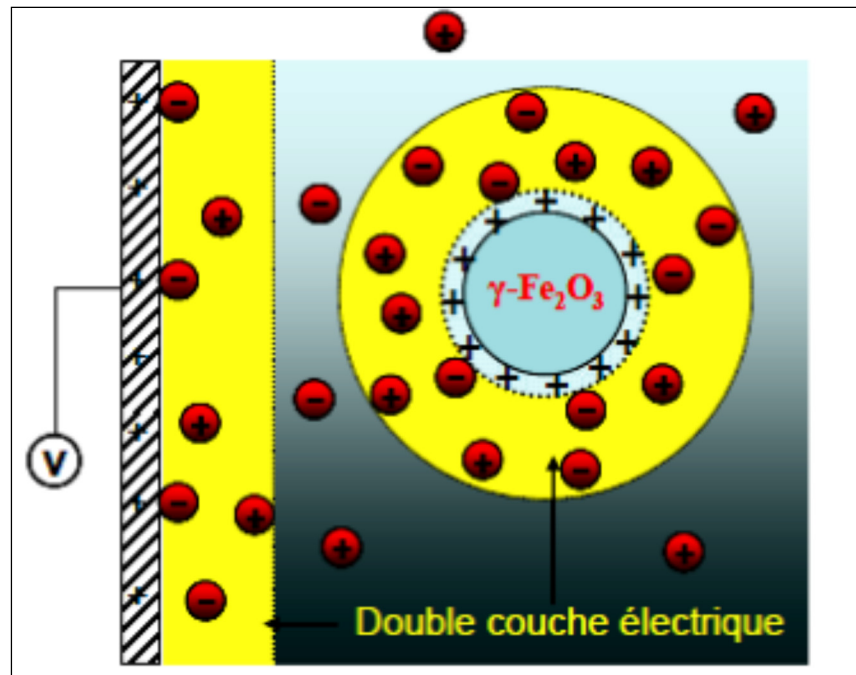


Figure 1.24 Représentation schématique des surfaces chargées
Tirée de I.Lucas (2007)

- la théorie de la liaison d'adhésion par réactions chimiques : Pendant la fabrication à chaud de l'enrobé bitumineux, plusieurs interactions chimiques peuvent se produire entre les groupes fonctionnels polaires du bitume et ceux des granulats. Ce phénomène est toujours associé avec l'absorption des fractions du bitume dans les pores des particules du granulat. Les groupes chimiques polaires interagissent en établissant des liaisons chimiques polaires et de coordination. Les groupes non polaires (aromatiques et saturés) quant à eux produisent des liaisons de type Van der Waals (kurchak, 2012). Zaho (Zhao, Long, Masliyah, & Xu, 2006) a étudié l'effet des cations divalents sur l'interaction bitume-silice. La présence des cations Fe^{2+} , Mg^{2+} ou Ca^{2+} dans le bitume favorise la création de sels insolubles dans l'eau (Figure 1.25). Ces sels permettent des ancrages supplémentaires au bitume et augmentent le nombre de sites actifs à la surface des granulats. Par conséquent, ils améliorent l'adhésion;

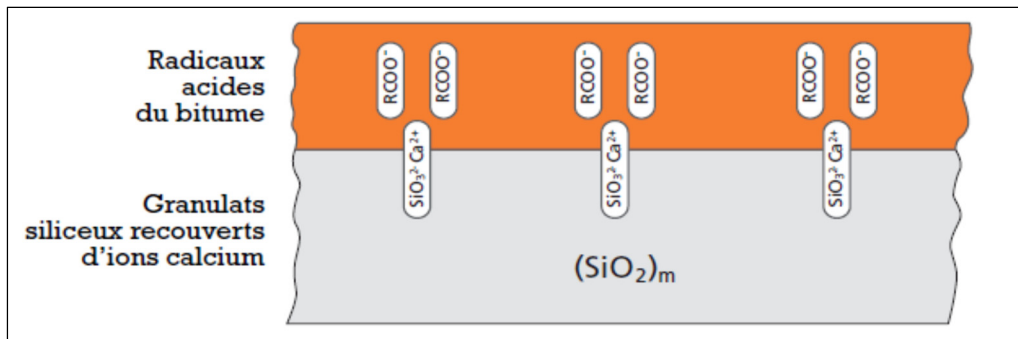


Figure 1.25 Réaction entre les acides carboxyliques et les cations Ca^{2+} et la formation des sels de bicarbonate de calcium insolubles dans l'eau
Tirée de Kucharek (2012)

- la théorie thermodynamique : En thermodynamique, l'adhésion bitume-granulat découle des forces intermoléculaires reliées à l'énergie libre de surface. La force d'adhésion résulte de la tension superficielle. Pour la rigueur scientifique, il faut distinguer la différence entre la tension et l'énergie superficielles. En effet, la tension superficielle est un vecteur orienté selon la direction normale à la ligne de contact considérée comme illustrée dans la Figure 1.26. L'énergie superficielle quant à elle est une grandeur scalaire, c'est-à-dire sans orientation (Lesueur, 2005). Les paramètres qui caractérisent l'adhésion sont le mouillage, l'épandage et l'angle de contact (Kurchak, 2012).

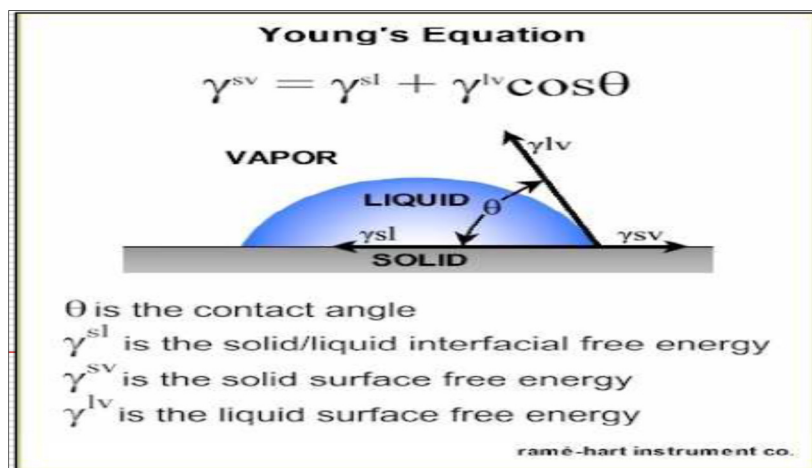


Figure 1.26 Adhésion thermodynamique
Tirée de Lesueur (2005)

1.3.2 Les interactions bitume-granulat

L'interaction du bitume avec les particules d'un granulat est un phénomène complexe. D'une part, le bitume est composé d'un mélange d'hydrocarbures qui contiennent certaines fonctionnalités polaires. Il contient aussi des constituants organométalliques comme le nickel, le vanadium ou le fer. D'autre part, les particules d'un granulat possèdent une surface hétérogène et présentent une variété de sites ayant des compositions et des activités de surface différentes. Ces sites actifs contiennent des charges permanentes ou partielles. Ces charges attirent et orientent les constituants polaires du bitume. Ceci a été constaté par Ross (Ross, 1991) par le biais d'expériences autoradiographiques qui utilisent des matériaux similaires aux types de composés présents dans le bitume. Ross a confirmé la présence de sites actifs sur la surface des particules d'un granulat et que ces sites adsorbent sélectivement les composés polaires du bitume. D'autres chercheurs ont montré que les groupes polaires apparaissaient à des concentrations plus élevées dans la fraction de bitume fortement adsorbée sur la particule d'un granulat que dans la fraction facilement éliminée par le solvant ou dans le bloc de bitume. Une étude de Scott (Scott, 1978) a montré que lorsque les bitumes étaient mis en contact avec des agrégats, les groupes contenant de l'oxygène et provenant des asphaltènes étaient adsorbés préférentiellement sur la surface de l'agrégat. Fritschy et Papirer (Fritschy & Papirer, 1978) ont également observé un comportement similaire des asphaltènes polaires.

Le contact entre le film de bitume et la surface de la particule d'un granulat se produit par des forces électrostatiques, des liaisons hydrogène ou des interactions de Van der Waals. La diffusion des molécules de bitumes, du bloc de bitume vers la surface des granulats, est plus probable lorsque le mélange bitume-granulat est chaud. Le mouvement des molécules diminue à mesure que le mélange refroidit. Une fois la chaussée en service, elle subit une variation continue des facteurs environnementaux à savoir : la chaleur, le froid, l'humidité, l'oxydation, les chargements mécaniques et les temps de relaxation. Ces effets influencent les constituants du bitume. Enfin, l'exposition de la chaussée à des températures et des contraintes élevées peuvent permettre aux molécules de bouger, de changer d'orientation et de diffuser dans le volume du bitume (Hicks, 1991).

Lors de la fabrication d'un mélange bitumineux à chaud, le bitume enrobe les particules du granulat et pénètre dans toute crevasse ou tout pore disponible. De fait, toute molécule de bitume est soit liée à la surface d'un granulat ou influencée par une autre molécule de bitume en contact avec une particule d'un granulat (Curtis, Ensley, & Epps, 1993). Les interactions à courte distance dans le bitume sont réalisables en raison des interactions électrostatiques qui se produisent entre la surface chargée de la particule du granulat et les molécules du bitume attirées à cette surface. Adamson souligne que "les molécules asymétriques seront orientées à une interface" (Adamson & Gast, 1967). La surface chargée des particules du granulat attire donc une espèce ou un groupe fonctionnel chargé de manière opposée contenu dans le bitume.

De plus, la partie de la molécule du bitume attirée par le granulat peut être disponible pour interagir avec d'autres molécules du bitume. En d'autres termes, cette molécule devient la charge de la particule du granulat et peut donc avoir une interaction électrostatique avec d'autres molécules du bitume chargées de manière opposée ou partiellement chargées. Si cette accumulation de molécules interconnectées causée par la polarisation induite à la surface du granulat se produisait, elle se réduirait assez rapidement avec la distance de la surface de la particule du granulat parce que l'influence de l'énergie de surface diminue avec l'augmentation de la distance. Ceci a été reporté par Ensley et Scholz (Ensley & Scholz, 1972) qui ont étudié, par des mesures microcalorimétriques, la libération de l'énergie à la région de contact entre le bitume et les particules d'un granulat. Cette énergie était libérée pendant de nombreuses heures après le contact initial entre le bitume et les particules du granulat. Cette libération d'énergie, quoique faible, s'est produite sur une trop longue période pour être considérée comme la libération de la chaleur du contact initial. En revanche, elle pourrait être expliquée par le développement de la structuration moléculaire du bitume d'interface dans cette région de contact qu'ils ont appelé « l'interphase ».

Toutefois, les chercheurs de la SHRP suggèrent qu'une accumulation à longue distance d'une région d'interphase ne se produit pas avec les bitumes et les particules des granulats utilisées dans le programme SHRP. En effet, les expériences menées par Curtis (Curtis & Ensley et al. 1991) ne trouvent pas de libération d'énergie à long terme lorsque le bitume est mis en contact

avec les granulats, réfutant ainsi la présence d'une interphase. De plus, les expériences impliquant l'autoradiographie indiquent également l'absence du développement d'une zone d'interphase. En outre, une étude détaillée des changements qui se produisent dans l'enrobé bitumineux, à des distances croissantes allant jusqu'à 100 μm de la surface des granulats, lors d'un vieillissement oxydatif n'a révélé aucun signe de structuration du bitume dans la région de contact avec les granulats.

1.3.2.1 L'influence des propriétés du bitume sur l'adhésion

Le bitume, comme illustré précédemment, est composé d'une grande variété de molécules. Ces molécules peuvent être des hydrocarbures constitués de structures cycliques aromatiques ou encore de structures alicycliques avec des chaînes latérales de longueurs multiples et variées. Les composants présents peuvent contenir des espèces hétéroatomiques comme de l'oxygène, de l'azote ou du soufre. Ces hétéroatomes peuvent également être inclus dans des composés chimiques comme les structures cycliques à cinq ou six noyaux, comme des liaisons entre des molécules, comme des éthers ou comme des groupes fonctionnels tels que les sulfoxydes, les hydroxyles, les acides carboxyliques, les cétones et les bases azotées de différents niveaux de basicité. Certaines de ces molécules de bitume sont des acides ou des bases relativement forts ou faibles, ou peuvent être de nature amphotériques.

De plus, comme cela a été indiqué auparavant, la surface des granulats contient une multiplicité de sites dont certains sont plus actifs et polaires que d'autres. Dès lors, les composants du bitume entrent en compétition pour ces sites actifs. Cependant, vu que la force d'attraction chimique des molécules est très variable, les composants chimiques du bitume ayant la plus forte affinité pour un site particulier sont les plus compétitifs et gagnent la position sur ce site (Jeon & Curtis, 1989).

L'adsorption des espèces types présentes dans le bitume indique que pour un groupement de composés contenant les quatre fonctionnalités : acides carboxyliques, phénoliques, bases azotées et sulfoxydes, il se produit le classement d'adsorption suivant (Jeon & Curtis, 1991) :

phénylsulfoxyde > phénanthridine > acide benzoïque > naphthol. Ces résultats démontrent la nature compétitive de l'adhésion.

Si le site polaire à la surface d'une particule d'un granulat est complètement masqué avec un revêtement de surface non polaire, alors les caractéristiques d'adsorption de la particule changent radicalement (Liu, 1992). Les fonctionnalités polaires du bitume trouvent alors plus favorable de rester dans le bloc de bitume puisqu'aucune force d'entraînement ou potentiel électrostatique n'existe pour l'adsorption ou l'adhérence à la surface de la particule. Les groupes polaires et les molécules polarisables, comme le naphthalène, restent dans le volume du bitume plutôt que sur la surface de la particule du granulat. Une comparaison de trois granulats de silice, ayant des revêtements de surface différents, a montré que les différents revêtements affectaient sensiblement le type et la quantité d'interactions entre les composés du bitume et la surface du granulat (Liu, 1992).

Les données d'adsorption obtenues à ce jour montrent que les interactions électrostatiques ou les liaisons d'hydrogènes sont fréquentes, quelle que soit la composition de surface de la particule du granulat. Ces liaisons apparaissent à la surface hydrophile des particules siliceuses et à la surface plus hydrophobe, mais encore polaire, des granulats calcaires (Curtis et al, 1990). Les fonctionnalités les plus polaires, telles que les sulfoxydes, les acides carboxyliques et les bases azotées sont les plus fortement adsorbés. Ces composés peuvent agir comme des bases de Lewis qui sont facilement attirées à la surface par des sites déficients en électrons. Les acides carboxyliques peuvent également s'associer par des liaisons d'hydrogène. Les groupes asphaltiques moins polaires, y compris les hydrocarbures aromatiques, ont beaucoup moins d'affinité pour la surface des granulats et n'ont pas en conséquence une adhésion forte aux particules des granulats.

Le Vieillissement

Le Vieillissement modifie la structure chimique du bitume. On peut s'attendre ainsi à ce que le durcissement du bitume en service influence la liaison bitume-granulat. Des études sur le

vieillissement des enrobés montrent que les acides carboxyliques, les cétones et les sulfoxydes augmentent à mesure que le vieillissement se produit (McKay, 1990). Ceci est possible à la fois à l'interface et dans le volume d'asphalte à des distances de 25 μm à 100 μm de la surface du granulat (McKay, 1990). Le nombre et le type de produits dû au vieillissement oxydatif semblent être directement liés à la composition chimique de l'asphalte. Par exemple, plus le taux de soufre est élevé dans un asphalte, plus la formation de sulfoxyde est élevée (Jeon & Curtis, 1993).

Les sulfoxydes et les acides carboxyliques, dont la concentration augmente avec le vieillissement, ont tous deux une grande affinité avec la surface des granulats. Cependant, lorsque la sensibilité à l'humidité de ces composés a été évaluée, ces deux composants ayant la plus forte affinité pour les granulats présentaient aussi la plus grande sensibilité à l'eau (Ensley & Curtis, 1993). Par conséquent, le vieillissement oxydatif peut produire des changements substantiels dans la chimie de l'interface bitume-granat, en particulier pour un mélange bitumineux sensible au vieillissement.

L'adhérence du bitume à la surface d'un granulat dépend des types d'espèces à l'interface et de leur capacité à se lier fortement à cette surface. La résistivité de cette liaison vis-à-vis des facteurs environnementaux, en particulier l'intrusion de l'eau, est essentielle pour maintenir une longue durée de vie de la chaussée. Puisque plusieurs des groupes fonctionnels présents après le vieillissement oxydatif sont sensibles à l'eau, la résistivité de la liaison bitume-granat peut être affaiblie par la présence d'eau.

1.3.2.2 Influence des propriétés des granulats sur l'adhésion

La composition des granulats utilisés dans les enrobés bitumineux varie considérablement. Ils sont principalement de type siliceux ou des matériaux calcaires. Par ailleurs, des poussières composées d'argiles ou d'autres minéraux recouvrent fréquemment la surface des granulats et ne sont pas complètement éliminées pendant la préparation des granulats avant l'enrobage. Bien que la composition de l'agrégat dans la masse soit importante pour la connaissance des

propriétés structurales et physiques des enrobés, la chimie de la surface est très influente pour le développement de la liaison bitume-granulat. Des expériences réalisées avec des agrégats siliceux et calcaires ont montré que la composition chimique des couches de surface et de subsurface est souvent différente (Podoll, 1990). De plus, les poussières d'argile qui recouvrent souvent l'extérieur des granulats engendrent une hétérogénéité dans la chimie de surface d'un même granulat.

L'intrusion d'eau ou d'humidité peut affecter considérablement le pH à l'interface du granulat. Les données montrent que le pH varie selon le type de granulats : siliceux ou calcaires (Scott, 1978, Labib & Zanzucchi, 1990). Les milieux acides ont souvent moins d'effets néfastes que les milieux basiques. Les molécules ayant un caractère amphotère peuvent être particulièrement appropriées pour favoriser la liaison avec la surface du granulat lorsque les caractéristiques du mélange changent avec le vieillissement et l'attrition. Puisque les espèces amphotères peuvent soit prendre un caractère acide ou basique, elles sont capables de se lier dans des environnements acides ou basiques. De plus, puisque les amphotères ont deux ou plusieurs sites disponibles, ils fournissent un moyen efficace pour que les molécules asphaltiques se lient à la surface des particules du granulat, quel que soit le pH.

1.3.3 Les propriétés cohésives

1.3.3.1 La pénétrabilité

L'essai de pénétrabilité a été proposé pour la première fois par Bowen en 1888 (Lesueur, 2009). De nos jours, il est normalisé (ASTM D5-EN1426). Il consiste à appliquer un poids de 100g à un échantillon de bitume, par le moyen d'une aiguille pendant 5 secondes, à une température de 25°C. La pénétration est mesurée en dixième de millimètre 1/10 mm et désigné indice de pénétrabilité IP. À titre d'exemple, un bitume de pénétrabilité 70 /100 a une pénétration qui varie de 70 à 100 1/10 mm à 25 °C. L'interprétation de l'essai de pénétrabilité s'avère complexe. Toutefois, il existe des corrélations entre la pénétration du bitume IP et certaines de ces propriétés intrinsèques telles que sa viscosité (η). Dans ce sens, Saal et Koens (Lesueur, 2009) ont publié que la viscosité du bitume η peut s'écrire en fonction de la pénétrabilité P à

100 g et 5 s, pour une température de 25°C, selon la relation : $\eta = AIP^{-b}$, où A varie de $5,3 \cdot 10^8$ à 10^9 et b de 1,93 à 2,00.

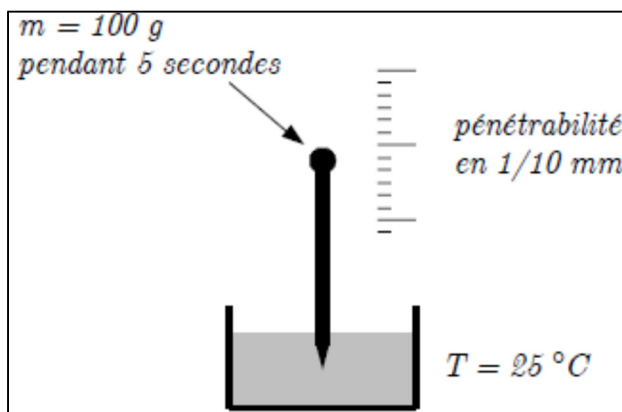


Figure 1.27 Schéma de l'essai de pénétrabilité
Tirée de Delaporte (2007)

1.3.3.2 Le point de ramollissement bille et anneau

L'essai de température bille et anneau consiste à placer une bille d'acier normalisé sur un anneau de cuivre rempli de bitume. L'ensemble est plongé dans un bain dont on élève la température de 5°C/min. La température de ramollissement (TBA) est celle à laquelle la bille d'acier entraîne l'échantillon à toucher le fond (25mm). À la lumière de ces spécifications, les bitumes durs ont une TBA proche de 60°C tandis que les bitumes mous ont une température de l'ordre de 40°C (Lesueur, 2009).

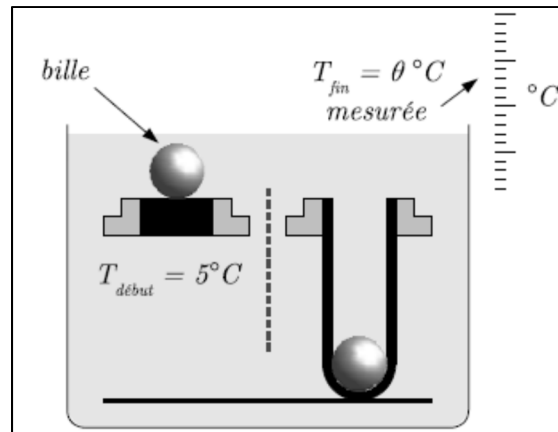


Figure 1.28 Schéma de l'essai TBA
Tirée de Delaporte (2007)

1.3.3.3 Le point de FRAASS

L'essai de point de FRAASS permet de caractériser le comportement d'un bitume à basse température et donne une indication sur sa fragilité. L'essai consiste à appliquer une flexion à un mince film de bitume dans des conditions opératoires selon la norme NF T 66-006 (Olard, 2003) (Figure 1.29). Le point de FRAASS représente ainsi la température à laquelle un bitume est susceptible de se fissurer lorsqu'il est sous contrainte mécanique. La température obtenue pour un bitume est différente de celle obtenue pour l'enrobé qui en dérive. Toutefois, il existe une bonne corrélation entre les deux (Lelièvre, 1994).

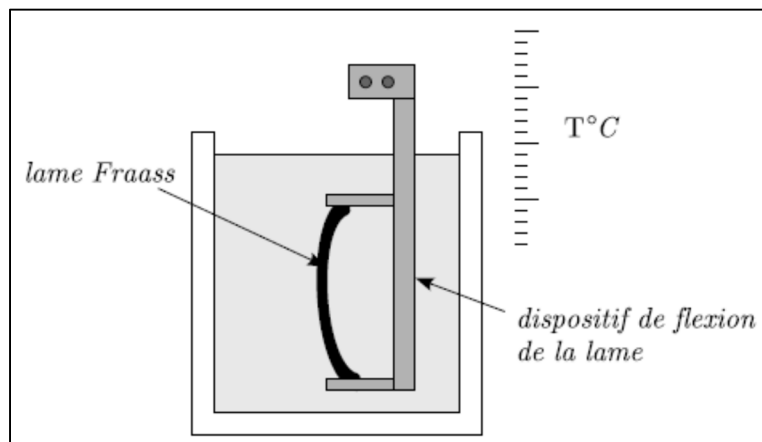


Figure 1.29 Schéma de l'essai du point FRAASS
Tirée de Delaporte (2007)

1.3.3.4 La viscosité absolue

La viscosité absolue est la mesure de la résistance à l'écoulement ou la consistance du bitume à une température maximale de 60°C. L'essai est réalisé selon la norme NF EN 13302. Il caractérise la résistance à la déformation permanente d'un revêtement bitumineux à très haute température. Il existe une bonne corrélation entre cette résistance et le phénomène d'enrobage (Olga, 2003).

1.4 Les fillers

Les fillers sont généralement des poudres fines ayant une taille qui varie de quelques nanomètres à 100 µm. Ils peuvent être d'origine naturelle comme les fillers de calcaire ou issue d'un processus industriel comme les fillers de verre recyclé ou encore les fillers de fumé de silice. Selon la norme AASHTO M 17, les fillers minéraux peuvent être constitués de poussière de roche, de poussière de scories, de chaux hydratée, de ciment hydraulique, de cendres volantes ou d'autres matières minérales appropriées. Ils doivent être exempts d'impuretés organiques et d'agglomérations. Lorsqu'ils sont utilisés, ils doivent être suffisamment secs pour pouvoir circuler librement.

Les fillers jouent des rôles importants dans la confection d'un enrobé bitumineux. D'une part, la surface spécifique du filler impacte en grande partie sur la teneur en liant dans l'enrobé (Corté, 2004). De plus, les fillers complètent la granulométrie par remplissage des vides du squelette granulaire et sont susceptibles ainsi de jouer un rôle mécanique. Certes, cet effet mécanique est négligeable vu que les particules sont généralement couvertes par un film de bitume ou noyées dans la matrice de bitume et ne peuvent que difficilement former un squelette granulaire (Olard, 2003).

En surcroît, les fillers augmentent la compatibilité des enrobés bitumineux. Ils rendent possible un dosage élevé en bitume ce qui permet d'améliorer la cohésion et imperméabilité du mélange tout en évitant les risques de ressuage (Olard, 2003).

1.4.1 Les propriétés physiques des fillers

Chaque type de filler possède des caractéristiques différentes qui influencent les propriétés finales des mélanges dans lesquels il est utilisé. Outre leur composition chimique, les fillers sont traditionnellement caractérisés par leur masse volumique, leur granulométrie, la forme et l'empilement des particules (indice des vides de Rigden).

1.4.1.1 La masse volumique

La masse volumique des particules est calculée par des pesées relatives avec immersion dans un solvant en se basant sur le principe d'Archimède (Olard, 2003).

La formule de calcul de la masse volumique est la suivante :

$$\rho_{\text{filler}} = \frac{m_{\text{filler}}}{V_{\text{filler}}} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (1.1)$$

Où : m_{filler} est la masse du filler (g) et V_{filler} est le volume du filler en (cm³).

1.4.1.2 La distribution granulométrique

La distribution granulométrique des particules décrit la variation de la taille des particules présentes dans une quantité finie d'un matériau granulaire (Taylor, 2007). La granulométrie est généralement exprimée en pourcentage passant par une taille définie. Elle est représentée graphiquement soit par le pourcentage de masse ou le pourcentage de volume des particules dans une gamme de taille particulière.

La distribution granulométrique volumétrique et la distribution granulométrique massique peuvent être converties en supposant que la densité des particules est constante et que la forme des particules est sphérique.

Dans le but de comparer les courbes granulométriques de différents fillers, des descripteurs mathématiques tels que le coefficient d'uniformité C_u ou encore le module de finesse sont utilisés pour décrire l'allure des courbes granulométriques. Le coefficient d'uniformité donne une indication sur la plage de variation des tailles dans une courbe granulométrique. Les courbes sont ainsi serrées si la variation des tailles des particules est petite. Dans le cas contraire, elles sont dites étalées.

Le coefficient d'uniformité est calculé par l'équation 1.2 :

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad (1.2)$$

Où d_{60} et d_{10} représentent respectivement les diamètres correspondant à 60 % et à 10% passant en poids. La granulométrie est dite étalée si le C_u est supérieur à 3, dans le cas échant elle est dite serré (Delaporte 2007).

Le module de finesse est une description mathématique empirique de la finesse d'un matériau. Il est typiquement calculé à partir de la somme du pourcentage de matériau passant différentes tailles. Plus la valeur du module de finesse est élevée, plus le matériau est fin. Cette approche est souvent adoptée pour les fillers d'asphalte (Kandhal, Lynn, & Parker, 1998) et le module de finesse des fillers d'asphalte est calculé à l'aide de la formule 1.3 :

$$F_M = \frac{P_{75} + P_{50} + P_{30} + P_{20} + P_{10} + P_3 + P_1}{100} \quad (1.3)$$

Où F_M est le module de finesse et P_x est le pourcentage massique passant la taille x . x est en μm

Les courbes granulométriques peuvent être tracées en utilisant plusieurs types d'essais. Il est important de souligner que le recours à des techniques de mesure différentes conduit à l'obtention de résultats différents (Taylor, 2007). De plus, les conditions de l'essai peuvent

différer de l'environnement dans lequel le filler va être utilisé, rendant ainsi difficile le lien entre la granulométrie et la performance du filler. Par exemple, dans les mesures par diffraction laser, les fillers sont usuellement dispersés dans un liquide. Les conditions des fillers dans le liquide sont généralement très différentes de leurs conditions dans le mélange bitumineux. Ceci est dû en partie aux moyens mécaniques (comme les ultrasons) et/ou chimiques (comme les agents dispersants) utilisés pour disperser les fillers pendant l'essai.

Généralement pour les matériaux granulaires, le tamisage est une technique simple pour produire les données des courbes granulométriques. Cependant, pour les matériaux très fins, tels que les fillers, cette méthode possède ses limites. Outre les interactions électrostatiques entre les particules très fines qui provoquent des agglomérations, les particules deviennent attirées par les tamis, ce qui cause l'obturation des ouvertures du tamis et empêche par la suite d'autres particules de passer à travers le tamis (Taylor, 2007).

La sédimentométrie est une technique qui permet aussi de tracer la courbe granulométrique des fillers de taille inférieure à 80 μm . Elle présente l'avantage d'être peu coûteuse, mais nécessite des tailles d'échantillons relativement grandes et prend beaucoup de temps à effectuer. De plus, elle ne convient pas aux particules très fines (inférieures à 2 μm) car ces particules ont tendance à flotter dans le fluide de sédimentation.

La diffraction laser est couramment utilisée pour mesurer la distribution granulométrique des matériaux fins. Cette technique représente un moyen rapide et précis d'obtenir une distribution granulométrique. De plus, la technique peut mesurer de très petites tailles de particules, aussi faibles que 0,05 μm . La technique de diffraction laser repose sur le fait que les particules diffusent la lumière dans toutes les directions avec un diagramme d'intensité dépendant de la taille des particules. Les motifs diffractés sont détectés et analysés pour produire une distribution granulométrique (Figure 1.27).

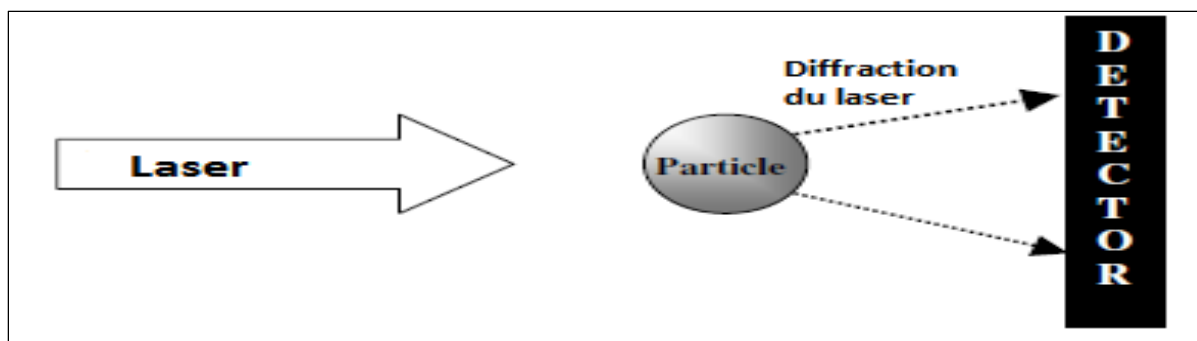


Figure 1.30 Représentation schématique de la mesure de la taille d'une particule par la technique de diffraction laser
Adaptée de Taylor (2007)

1.4.1.3 La forme des particules

La forme des particules est typiquement examinée en utilisant la microscopie, en raison des faibles tailles des particules. La forme des particules est importante car elle affecte directement la fraction d'empilement maximale (décrite dans la section suivante). La microscopie électronique à balayage a été utilisée pour examiner les formes des fillers usuellement utilisés pour la confection des enrobés bitumineux (Kandhal, 1980, Anderson et al., 1973). Typiquement, les fillers d'asphalte dérivé de granulats naturels ont tendance à être décrites comme des "grains". La forme des particules est décrite en utilisant le ratio de forme entre la plus longue et la plus petite dimension d'une particule. Ce ratio a un effet significatif sur la rhéologie des suspensions (Barnes, 2000).

1.4.1.4 La fraction d'empilement maximale

La fraction d'empilement maximale ou la teneur en vides du filler compacté ou encore l'indice des vides de Rigden (Rigden, 1947) est déterminé en compactant une quantité de filler par une masse standardisée qui tombe 100 fois. Le processus est normalisé par la norme BS EN 1097-4. La fraction d'empilement maximale est définie comme la fraction volumétrique du solide d'une suspension à partir de laquelle la viscosité de la suspension devient infinie. Les effets combinés de la distribution granulométrique, de la taille des particules, de la forme et de la densité sont inclus dans cette propriété clé des fillers.

1.4.2 Les propriétés de surface des fillers

La surface spécifique représente le rapport de la surface d'une particule à sa masse. La surface spécifique englobe les effets combinés de la taille, de la forme et de la texture des particules dans une mesure qui est complémentaire de la distribution granulométrique. La surface peut être dérivée des courbes granulométriques ou être dérivée d'expériences d'adsorption de gaz. De plus, une surface spécifique peut être déduite des propriétés thermodynamiques connues en utilisant des techniques telles que la calorimétrie.

L'énergie de surface est une mesure du travail requis pour augmenter la surface d'un matériau par unité de surface (Leseur, 2002). La "tension de surface" est normalement le terme utilisé pour désigner les liquides et "énergie de surface" le terme utilisé pour les solides. La quantité de surface, exprimée en surface spécifique, est complétée par l'énergie de surface qui peut être considérée comme un aspect "de qualité" de la surface. La connaissance des énergies de surface de deux (ou plusieurs) milieux permet de calculer le niveau d'énergie de liaison lorsque les deux surfaces sont rapprochées, ou inversement l'énergie de liaison par unité de surface requise pour séparer les matériaux. La compréhension des implications de l'énergie de surface du bitume, des granulats et des fillers utilisés dans l'asphalte a suscité un intérêt considérable et des méthodologies de test détaillées ont été développées spécifiquement pour l'application de la théorie de l'énergie de surface aux matériaux bitumineux (Cheng, 2002; Hefer, 2004, Bhasin, 2006).

1.5 Les mastics

1.5.1 Généralités sur les mastics

Le mastic bitumineux est un mélange entre le bitume les fines présentes dans les granulats. Les fines sont définies comme les particules passant au tamis 80 μm ou 63 μm selon les normes européennes et passant 315 μm selon le MTMDET. En considérant la dimension de ces fines, il est possible d'admettre que le mastic bitumineux est le « réel » liant dans l'enrobé bitumineux (Olard, 2003). Le mastic conduit à agglomérer l'ossature granulaire de l'enrobé. Dès lors, les

propriétés thermomécaniques des enrobés bitumineux (résistance aux déformations permanentes, vieillissement, contrainte de rupture aux basses températures, module complexe, résistance à l'eau) sont fortement influencées par les propriétés physiques des mastics (Lesueur et al., 1998).

En pratique, vu la différence de taille entre les particules d'asphaltènes (inférieures à 30 nm) et celle des fins minéraux (quelques microns), il est possible de considérer le mastic bitumineux comme une suspension alors que le bitume lui-même est une suspension (Delaporte, 2007). Le bitume peut être de fait traité comme un milieu continu par rapport aux fillers. Dans le cas particulier des fillers « actifs » qui peuvent interagir avec certains types de bitumes ou qui modifient l'équilibre colloïdal du bitume, les mastics ne peuvent plus être considérés comme de simples suspensions dans le bitume.

Anderson et Goetz (Anderson & Goetz, 1973) ont été parmi les premiers à étudier le comportement mécanique des mastics. Ils ont conclu que leur rigidité dépend de la taille des fines, de la température et des interactions entre le bitume et les fines. Ils ont montré aussi que le mastic peut être considéré comme un matériau viscoélastique linéaire ayant un comportement thermologiquement simple. Le renforcement des bitumes par les fillers est mis en avant par une augmentation de la viscosité. Il dépend du type de bitume, du genre et de la taille du filler.

1.5.2 Les propriétés rhéologiques des mastics bitumineux

1.5.2.1 Mécanismes de rigidification des bitumes par ajout de fillers

Richardson a été le premier à étudier l'effet de l'ajout des fillers sur le comportement des mélanges bitumineux en 1915 (Richardson, 1915). Il a postulé que l'épaisseur du film de bitume adsorbé sur le filler dépend de la nature de la surface du filler et de la composition du bitume. Par conséquent, les matériaux capables de former des films plus épais possèdent un plus grand pouvoir de rigidification. Einstein en 1911 a observé que l'ajout de filler à une

matrice visqueuse augmente la rigidité du mélange de manière linéaire. Ce taux d'augmentation est appelé le coefficient Einstein (Einstein, 1911).

P. J. Rigden en 1947 a étudié les caractéristiques des fillers. Il a introduit un nouveau concept appelé « l'empilement maximal ». Rigden a considéré que le bitume requis pour remplir les vides dans un lit compact et sec était du « bitume fixe », tandis que le bitume dépassant cette quantité était défini comme du « bitume libre ». Il a postulé que le pourcentage d'asphalte libre est le principal facteur définissant la consistance des mastics bitumineux. Il a indiqué aussi que les changements de viscosité sont indépendants des caractéristiques du bitume ou de toute caractéristique des fillers autres que l'empilement maximal ou indice des vides de Ridgen (Rigden, 1947).

L'importance de la nature minéralogique des fillers a continué à susciter l'intérêt des chercheurs. Les données rapportées ont montré les insuffisances de n'utiliser que les caractéristiques géométriques des fillers comme seul prédicteur des effets des fillers sur les mastics ou les mélanges bitumineux. En 1962, Tunnicliff a décrit l'importance de la distribution des tailles en différenciant les couches adsorbées et non adsorbées (mais affectées par l'adsorption). Il a postulé qu'il y a un gradient d'effet de rigidifiant qui est le plus grand à la surface du filler et qui décroît en s'éloignant de celle-ci (Ahmed F. Faheem & Hussain U. Bahia, 2010) (Figure 1.28).

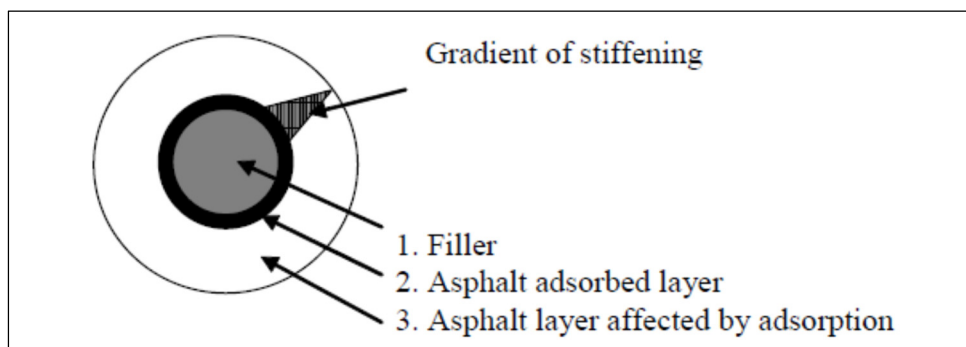


Figure 1.31 Représentation schématique du pouvoir rigidifiant des fillers
Tirée de Bahia (2003)

Ce postulat est significatif car il explique pourquoi des fillers de même taille, de même forme et de même texture de surface entraînent divers effets de rigidification, lorsque la minéralogie ou la chimie de surface est différente. Le gradient rigidifiant pourrait varier et ainsi les effets sur le mastic et les enrobés pourraient être très différents. En outre, le concept Tunnicliff explique également pourquoi deux fillers ayant la même teneur en vides fractionnaires (bitume fixe) peuvent provoquer des effets de rigidifiant différents sur le mélange bitumineux.

En 1961, Winniford a confirmé les résultats de Tunnicliff en montrant que la viscosité des systèmes augmente plus que ce qui pourrait être prédit par l'équation d'Einstein, ou tout autre modèle disponible à ce moment. Winniford a montré également que l'addition d'une fine couche non polaire à un filler aboutit à une adsorption réduite des asphaltènes et à une augmentation des viscosités des mastics de l'ordre de 2 à 100 fois par rapport aux systèmes contenant fillers non traités. Winniford a aussi étudié l'effet de la composition du bitume sur les propriétés des mastics. Il a montré qu'à mesure que le pourcentage d'asphaltènes dans le bitume augmente, l'utilisation d'un filler acide entraîne une viscosité plus faible, tandis que l'utilisation d'un filler basique entraîne une viscosité plus élevée (Ahmed F. Faheem & Hussain U. Bahia, 2010).

En 1973, Anderson et Goetz ont conclu que le renforcement des mastics bitumineux varie selon la nature des fines et la composition du bitume. Les auteurs ont indiqué que la seule explication était «la présence d'une sorte d'interaction physico-chimique entre bitume-granulat » provoquant le renforcement. Cette explication a été confirmée par des études ultérieures de Craus et Ishai en 1978, de Dukatz et Anderson en 1980 et d'Anderson et al en 1982 (Ahmed F. Faheem & Hussain U. Bahia, 2010). En outre, Kim et al en 2003 ont montré que l'influence du filler sur le liant est plus perceptible à une concentration de filler plus élevée. Cela indique que l'interaction entre le filler et le liant est mise en évidence lorsque la concentration des fillers augmente. Plus récemment, il a été confirmé que l'effet de rigidification du filler varie en fonction de la minéralogie de celui-ci et de sa concentration dans le mastic (Faheem et al. 2008).

1.5.3 La rhéologie des suspensions

Une suspension est définie comme un mélange entre un liquide et des fillers solides. La viscosité d'une suspension augmente en fonction de la teneur en filler ajouté. Le cisaillement du liquide pendant l'écoulement entraîne des forces de cisaillement à travers les axes des particules qui agissent comme des couples produisant une rotation. Cela absorbe l'énergie et entraîne une augmentation de la viscosité de la suspension (Barnes, 2000).

Le premier modèle à décrire l'augmentation de la viscosité causée par l'augmentation de la teneur en particules solides en suspension a été établi par Einstein (1906). Einstein a considéré le cas des solutions diluées de sphères rigides, où les particules sont largement espacées, c'est-à-dire inconscientes de l'existence de l'autre. Pour les suspensions diluées, l'augmentation prévue de la viscosité est donnée selon Einstein par l'équation 1.4 :

$$\eta = \eta_0(1 + [\eta]\phi) \quad (1.4)$$

Où :

- η Viscosité de la suspension;
- η_0 Viscosité de la phase liquide;
- $[\eta]$ Viscosité intrinsèque du solide ou coefficient d'Einstein de la phase solide;
- ϕ Fraction volumique de la phase solide.

Selon l'équation d'Einstein, la viscosité de la suspension peut continuer à augmenter indéfiniment, tant que le système est encore considéré comme un système dilué. Lorsque la concentration des particules solides augmente, il y a une interaction croissante dans la phase liquide proche de la surface des particules solides voisines et une énergie supplémentaire est dissipée. De plus, les interactions interparticules deviennent de plus en plus importantes à mesure que le volume de la phase solide augmente (Barnes, 2000). La viscosité intrinsèque $[\eta]$ n'est pas une vraie viscosité, mais représente le niveau d'interaction entre les particules solides et le liquide à une concentration théorique de zéro. Einstein a calculé que la viscosité

intrinsèque des sphères était de 2,5 (sans dimension), ce qui est parfois appelé, dans le contexte des suspensions, le coefficient d'Einstein.

D'autres chercheurs ont proposé (Barnes, 2000), que la viscosité intrinsèque est largement liée à la forme des particules. Pour un volume de phase solide fixe, la viscosité de la suspension diminue dans l'ordre présenté à la Figure 1.32.

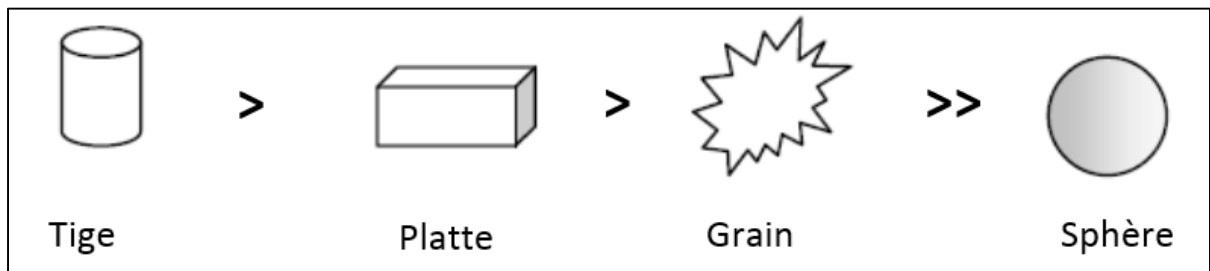


Figure 1.32 Évolution de la viscosité d'une suspension selon la forme des particules
Tirée de Taylor (2007)

1.6 Comportement mécanique des matériaux bitumineux dans le domaine viscoélastique linéaire

1.6.1 Les domaines de comportement des matériaux bitumineux

1.6.1.1 Le bitume

Le bitume présente une hétérogénéité dans sa structure chimique puisqu'il est composé d'une grande variété d'hydrocarbures. Cependant, vu que la taille de ces composés chimiques varie de quelques nanomètres à quelques microns et en se basant sur les hypothèses de la mécanique des milieux continus (MMC), on peut considérer le bitume pur comme un milieu continu, homogène et isotrope (Delaporte, 2007). Son comportement rhéologique est influencé par trois paramètres à savoir :

- la température T ;
- la déformation \mathcal{E} ;

- le nombre de cycles de chargement.

Ces paramètres permettent de définir plusieurs domaines ou classes de comportement où le bitume présente des performances distinctes et est caractérisé par des grandeurs physiques différentes.

Les schémas de la Figure 1.33 montrent les différentes phases de comportement d'un bitume pur en fonction de la température, de la déformation et du nombre de cycles de sollicitations.

On distingue les classes de comportement suivant :

- domaine fragile et ductile;
- domaine élastique linéaire;
- domaine de viscoélastique linéaire VEL;
- domaine de viscosité pure;
- domaine non linéaire;
- domaine de fatigue.

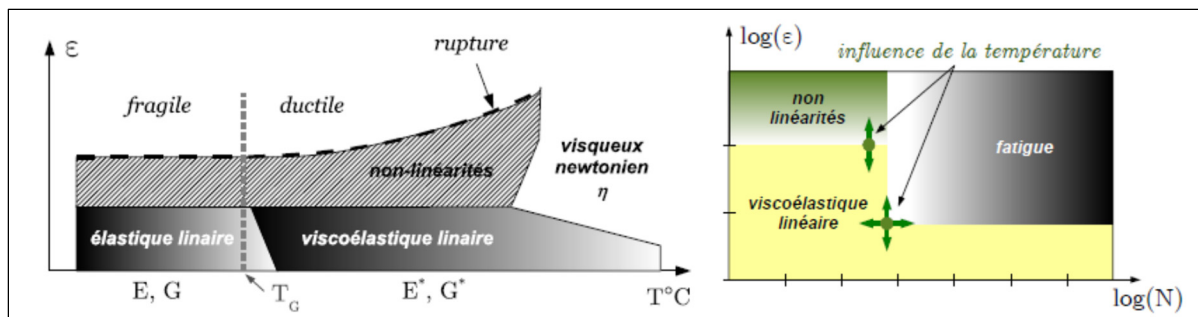


Figure 1.33 Classes de comportement des bitumes purs
Tirée de Delaporte (2007)

Dans cette étude, on s'intéresse particulièrement au comportement du bitume dans le domaine viscoélastique linéaire.

Ce domaine est limité à des types de déformations, à des cycles de chargement et à des conditions thermiques restreintes, à savoir :

- des sollicitations en petites déformations;
- des températures supérieures à la température de transition vitreuse (Delaporte, 2007);
- un nombre de cycles de chargement faible.

Les limites du domaine de linéarité d'un liant bitumineux sont déterminées en évaluant la progression de la norme du module complexe en fonction de l'amplitude de déformation appliquée. Les résultats des essais réalisés par Airey (2003) permettent de visualiser les limites de linéarités de plusieurs liants testés à l'aide d'un DSR (Figure 1.30).

On constate que la valeur du module complexe est stable quand la déformation appliquée ϵ est inférieure à la déformation limite de linéarité ϵ_l . Au-delà de cette valeur, le module diminue quand la déformation augmente. La déformation limite de linéarité ou limite de linéarité est définie par la déformation à laquelle le module complexe perd 5% de sa valeur initiale.

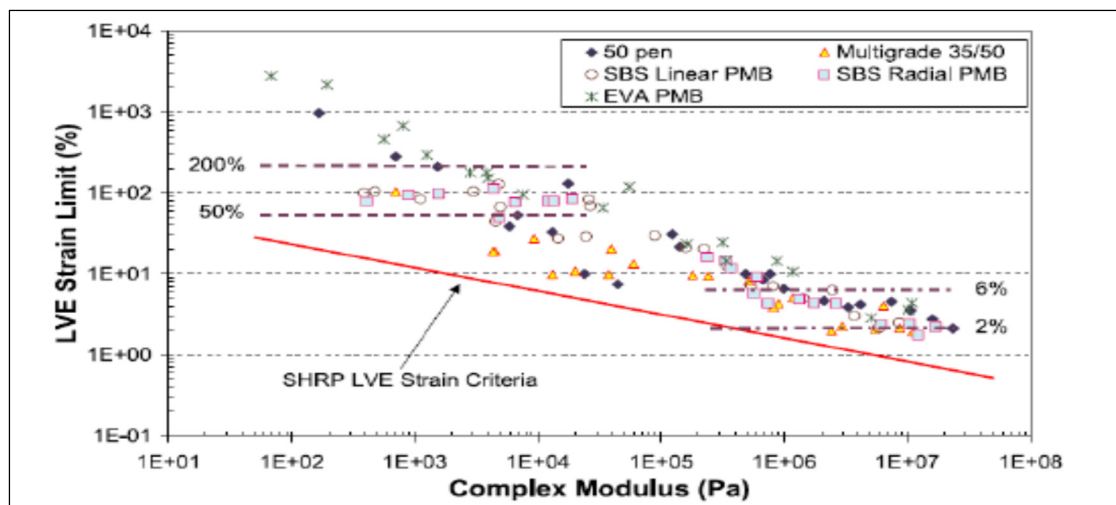


Figure 1.34 Limites de linéarités de liants bitumineux en fonction du module complexe
Tirée de Airey et Behzad (2004)

Airey a remarqué, d'après ses résultats expérimentaux, que la limite linéarité augmente quand la température augmente. Elle atteint des valeurs importantes supérieures à 10% pour des températures très élevées.

1.6.1.2 Les enrobés bitumineux

Les enrobés bitumineux héritent du comportement viscoélastique des liants qui les constituent (Corté, 2004). Ils possèdent ainsi un comportement complexe qui dépend principalement de l'amplitude de la déformation appliquée ϵ et du nombre de cycles de chargements N (Di Benedetto, 1990). La Figure 1.35 permet de délimiter quatre types de comportements principaux des enrobés bitumineux :

- un comportement non linéaire observé pour un nombre faible de chargement et des déformations de quelques pour cent;
- un comportement viscoélastique linéaire observé quand la déformation est faible ($<10^{-4}$ m/m) et le nombre de chargements est inférieur à quelques centaines de cycles;
- un endommagement par fatigue lors de chargements de plusieurs dizaines de milliers de cycles et des déformations faibles;
- apparition d'ornièr, à la suite de l'accumulation de déformations irréversibles non négligeables, lorsque des cycles déviatoires en contrainte sont appliqués à partir d'une contrainte nulle et pour des amplitudes de déformation proches de la rupture (Corté & Di Benedetto, 2004).

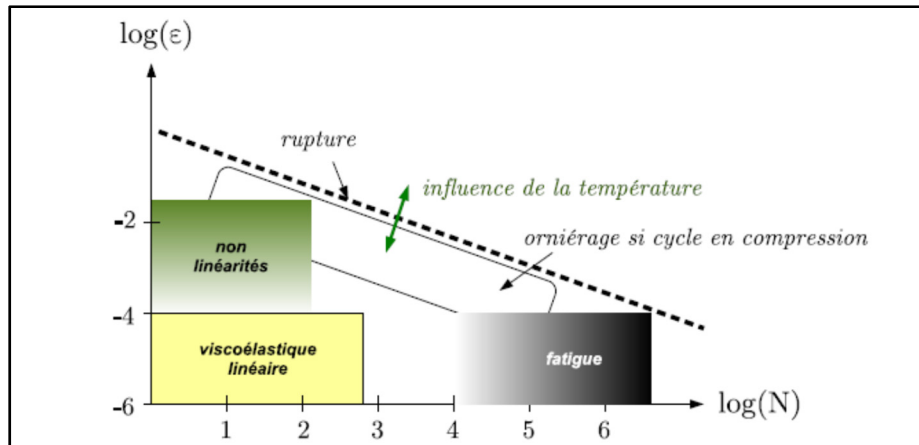


Figure 1.35 Comportement type des enrobés bitumineux en fonction de la déformation et du nombre de chargements
Tirée de Corté et Di Benedetto (2004)

1.6.2 Viscoélasticité linéaire

1.6.2.1 Définition

Un matériau non vieillissant, c'est-à-dire que ses propriétés mécaniques ne varient pas dépendamment de son âge (propriété d'invariance par translation dans le temps), est dit viscoélastique quand l'effacement des contraintes est total lors d'une expérience d'effacement (Salençon, 1983). L'expérience d'effacement est reconnue comme cruciale pour la définition de la viscoélasticité (Salençon, 2009). Elle consiste à appliquer un créneau de déformation à un matériau. Le matériau est viscoélastique au cas où la contrainte à l'infini σ_∞ est nulle lorsque la déformation imposée ϵ_0 est remise à zéro. Cette expérience est illustrée sur la Figure 1.36.

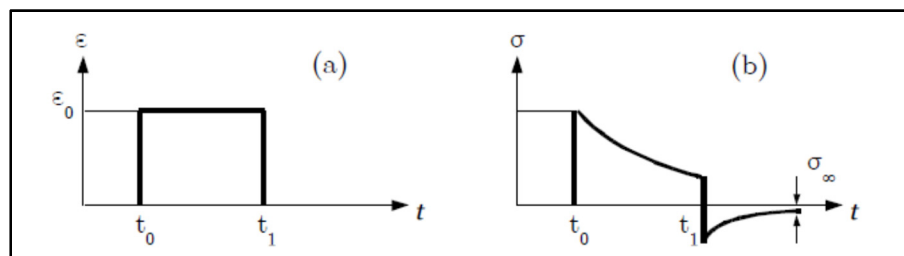


Figure 1.36 Expérience d'effacement : créneau déformation (a) et réponse du matériau en contrainte (b)

De manière générale, la loi de comportement d'un matériau exprime la correspondance fonctionnelle entre l'histoire de déformation et l'histoire de contrainte (Mandel 1978). Dans le cas monodimensionnel, il s'agit de la correspondance entre l'histoire de $\sigma(t)$ et l'histoire de $\epsilon(t)$. Un matériau possède un comportement viscoélastique linéaire si cette correspondance fonctionnelle est linéaire. En d'autres termes, si l'on superpose deux histoires de sollicitations la réponse est la superposition des réponses (Salençon, 1983). C'est le principe de superposition de Boltzmann illustré dans le Tableau 1.1.

Tableau 1.1 Principe de superposition de Boltzmann

Sollicitation	Réponse
$\epsilon_1(t)$	$\sigma_1(t)$
$\epsilon_2(t)$	$\sigma_2(t)$
$A.\epsilon_1(t) + B.\epsilon_2(t)$	$A.\sigma_1(t) + B.\sigma_2(t) \forall (A, B) \in \mathbb{R}^2$

1.6.2.2 Expérience de retard / expérience de recouvrance

L'expérience de retard (ou fluage) caractérise l'accroissement de la déformation d'un matériau au cours du temps lors d'un chargement constant (Salençon, 1983). Ce phénomène est dû à l'existence de déformations différées dans les corps viscoélastiques (voir Figure 1.37).

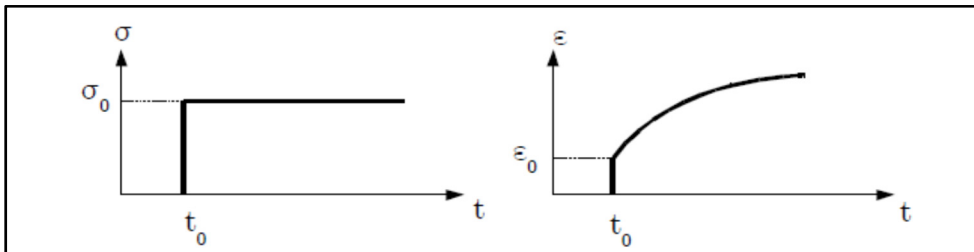


Figure 1.37 Expérience de retard d'un matériau viscoélastique linéaire

La contrainte imposée est notée :

$$\sigma(t) = \sigma_0 Y(t - t_0) \quad (1.5)$$

Avec $Y(X) = 0$ si $X < 0$ et $Y(X) = 1$ si $X \geq 0$, $Y(X)$ est appelée la fonction d'Heaviside.

La réponse en déformation est :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 J(t_0, t). \quad (1.6)$$

Où $J(t_0, t)$ représente la fonction de fluage ou de retard.

L'expérience de recouvrance représente l'expérience de charge-décharge relative à l'expérience de fluage. La Figure 1.34 illustre l'expérience de recouvrance pour un matériau viscoélastique.

Pour $t = T$, il y a retour instantané de la déformation ε_i , correspondant à l'élasticité instantanée, d'amplitude égale au saut pour $t = 0$ si l'élasticité du matériau est invariable (Mandel, 1978).

Pour $t > T$, la déformation continue à diminuer à cause du phénomène de recouvrance. Elle peut être totale (dans le cas où il n'y a pas de déformation permanente dans le matériau) ou partielle.

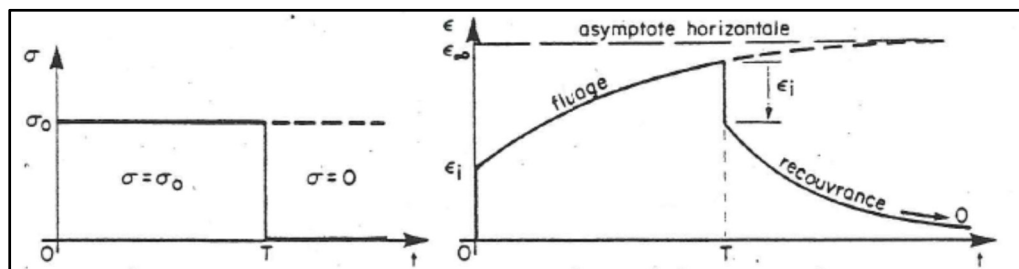


Figure 1.38 Expérience de recouvrance d'un matériau viscoélastique
Tirée de Perraton (2012)

1.6.2.3 Expérience de relaxation / expérience d'effacement

Ce sont les expériences duales des expériences de retard / fluage en imposant à l'instant $t = t_0$ un créneau de déformation d'amplitude ϵ_0 . La relaxation est la réduction des contraintes dans un corps viscoélastique sollicité par une déformation maintenue constante (Mandel, 1978). La Figure 1.39 illustre la diminution de la contrainte suite à une expérience de relaxation.

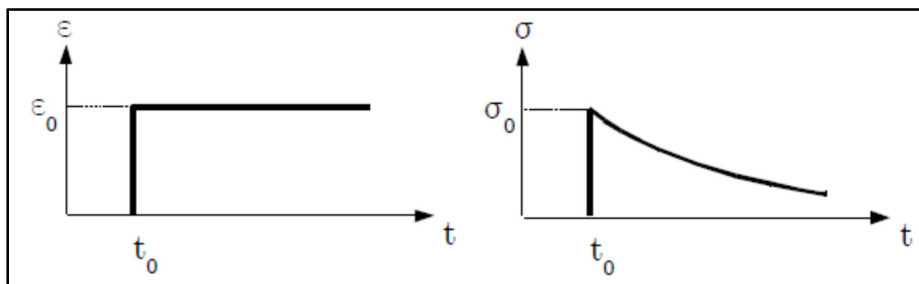


Figure 1.39 Expérience de relaxation d'un corps viscoélastique linéaire

La contrainte imposée est notée :

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 Y(t - t_0) \quad (1.7)$$

Avec $Y(X) = 0$ si $X < 0$ et $Y(X) = 1$ si $X \geq 0$, $Y(X)$ est appelée la fonction d'Heaviside.

La réponse en déformation est :

$$\sigma(t) = \sigma_0 R(t_0, t) \quad (1.8)$$

Où $R(t_0, t)$ représente la fonction de relaxation.

L'expérience d'effacement représente l'expérience de charge-décharge relative à l'expérience de relaxation. La Figure 1.40 illustre l'expérience d'effacement pour un matériau viscoélastique.

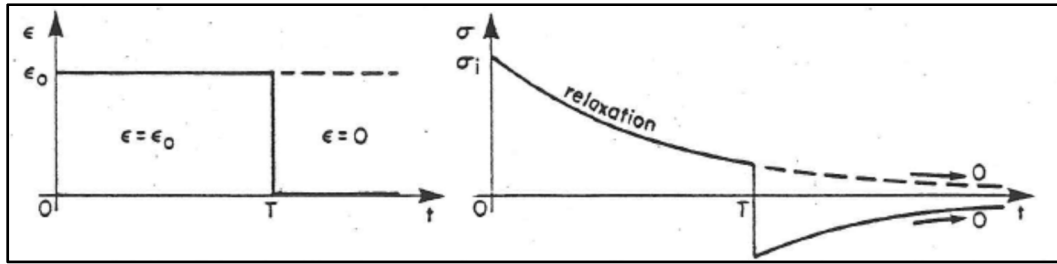


Figure 1.40 Expérience d'effacement d'un matériau viscoélastique linéaire
Tirée de Perraton (2012)

Pour $t = T$, le retour de la déformation à la valeur zéro nécessite d'imposer à la contrainte un saut instantané en sens inverse du saut initial (pour $t = T$), et égal à celui-ci si l'élasticité du matériau n'est pas modifiée : le signe de la contrainte va donc être changé.

Pour $t > T$, la valeur absolue de la contrainte va diminuer progressivement à cause du phénomène d'effacement. Il peut être total ou partiel.

1.6.2.4 Formules de Boltzmann

L'applicabilité du principe de superposition de Boltzmann implique que le matériau viscoélastique (non vieillissant) possède un comportement linéaire. De là, si l'on superpose deux histoires de sollicitations (déformation ou contrainte), la réponse est la superposition des réponses (Salençon, 1983). On peut ainsi connaître la réponse à toute histoire de sollicitation à partir de la connaissance des fonctions de relaxation ou de retard (Mandel, 1978).

Si on considère le cas général d'une histoire de σ , ayant potentiellement des sauts $[\sigma]_i$ aux instants τ_i (voir Figure 1.41), on a directement la réponse ε par l'application du principe de superposition sous la forme :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^t J(\tau, t) d\sigma(\tau) + \sum_i J(\tau_i, t) [\sigma]_i \quad (1.9)$$

Cette équation exprime que l'histoire de σ peut être écrite, à partir de $\sigma = 0$ pour $t = -\infty$, comme l'addition d'échelons infinitésimaux $d\sigma(\tau)Y(t-\tau)$ et d'échelons finis $[\sigma]_i Y(t-\tau_i)$ (Figure 1.37) et que la réponse ε résulte de la superposition des effets de ces échelons.

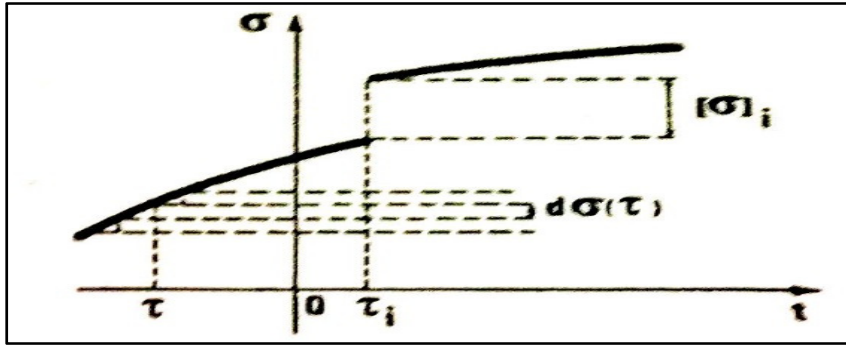


Figure 1.41 Application du principe de superposition de Boltzmann
Tirée de Salençon (1983)

On peut aussi écrire l'équation 1.9 sous forme d'intégrale de Stieltjes :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^t J(\tau, t) d\sigma(\tau) \quad (1.10)$$

Où les sauts de σ se rapportent à des impulsions de Dirac $[\sigma]_i \delta_i$ pour la dérivée $d\sigma$.

Pour une histoire qui commence à un instant t_0 , on a :

$$\varepsilon(t) = \int_{t_0^-}^t J(\tau, t) d\sigma(\tau) = \sigma(t_0) J(t_0, t) + \int_{t_0^+}^t J(\tau, t) d\sigma(\tau) \quad (1.11)$$

En utilisant l'intégration par parties dans l'équation 1.11, il vient alors :

$$\varepsilon(t) = \sigma(t) J(t, t) - \int_{t_0}^t \sigma(\tau) \frac{dJ}{d\tau}(\tau, t) d\tau \quad (1.12)$$

De la même façon, en considérant une histoire de déformation \mathcal{E} , on obtient :

$$\sigma(t) = \varepsilon(t)R(t, t) - \int_{t_0}^t \varepsilon(\tau) \frac{dR}{d\tau}(\tau, t) d\tau \quad (1.13)$$

Pour un matériau non vieillissant, les propriétés sont invariables dans le temps ce qui se traduit par la propriété d'invariance par translation dans le temps. En conséquence, la réponse à un instant t pour une sollicitation à l'instant t_0 ($t_0 < t$), est identique à la réponse à l'instant $(t+\tau)$ pour la même sollicitation à l'instant $(t_0+\tau)$ (Salençon, 1983).

Ceci implique que les fonctions de retard et de relaxation $J(t_0, t)$ et $R(t_0, t)$ ne dépendent en fait que d'une seule variable, on a en effet :

$$J(t_0, t) = J(0, t - t_0) = J(t - t_0) \text{ et } R(t_0, t) = R(0, t - t_0) = R(t - t_0) \quad (1.14)$$

Avec $J(t - t_0) = 0$ et $R(t - t_0) = 0$ si $t < t_0$

En reprenant les équations précédentes 1.13 et 1.14, on obtient les équations de Boltzmann pour \mathcal{E} et σ sous la forme suivante :

- Formule de Boltzmann pour \mathcal{E} :

$$\varepsilon(t) = \sigma(t)J(0) - \int_{t_0}^t \sigma(\tau) \frac{dJ}{d\tau}(t - \tau) d\tau \quad (1.15)$$

- Formule de Boltzmann pour σ :

$$\sigma(t) = \varepsilon(t)R(0) - \int_{t_0}^t \varepsilon(\tau) \frac{dR}{d\tau}(t - \tau) d\tau \quad (1.16)$$

Le premier terme dans la formule 1.16 correspond à la réponse instantanée (réponse élastique) du matériau, le second terme quant à lui représente la réponse différée (réponse visqueuse) du matériau.

Les équations de Boltzmann cité auparavant (équations 1.16 et 1.15) sont difficiles à résoudre dans le domaine temporel. En vue de simplifier ces équations, il est commode d'avoir recours à la transformée de Laplace-Carson définie comme suit :

$$\tilde{L}f(p) = p \int_0^{\infty} e^{-pt} f(t) dt \quad (1.17)$$

Avec $f(t)$: une fonction arbitraire dépendante du temps p : variable équivalente au temps dans le domaine de Laplace

Les équations de Boltzmann deviennent dès lors sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} \tilde{\varepsilon}(p) &= \tilde{J}(p)\tilde{\sigma}(p) \\ \tilde{\sigma}(p) &= \tilde{R}(p)\tilde{\varepsilon}(p) \end{aligned} \quad (1.18)$$

$\tilde{\sigma}$, $\tilde{\varepsilon}$, \tilde{J} et \tilde{R} représentent respectivement les transformées de Laplace-Carson de la contrainte, de la déformation, de la fonction de fluage et de la fonction de relaxation. On constate que l'allure de ces équations est similaire aux équations de l'élasticité. De plus, on remarque aussi que :

$$\tilde{R}(p) \cdot \tilde{J}(p) = 1 \quad (1.19)$$

1.6.3 Le module complexe de Young E^* et le module complexe de cisaillement G^*

Le comportement viscoélastique linéaire d'un matériau peut être décrit expérimentalement en traçant l'évolution de la contrainte (ou la déformation) en fonction de la déformation (ou la contrainte).

Pour ce faire, et dans le cas des matériaux bitumineux, il existe trois principaux types de sollicitations possibles (Lamothe, 2014) :

- sollicitation quasi statique analysée dans le domaine temporel. Elle permet de déterminer, par exemple, le module sécant;
- sollicitation cyclique non sinusoïdal, usuellement en « impulsion » qui nécessite une analyse particulière;
- sollicitation sinusoïdal analysée dans le domaine fréquentiel en introduisant la fréquence de sollicitation f ou la pulsation $\omega = 2\pi f$. Le module complexe E^* est directement calculé à partir de ce type de chargement.

Lorsqu'on applique à un matériau viscoélastique linéaire une contrainte sinusoïdale $\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t)$, la réponse est aussi sinusoïdale sous la forme $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t - \varphi_E)$. Le terme φ_E correspond au retard de phase entre les deux signaux (voir Figure 1.42).

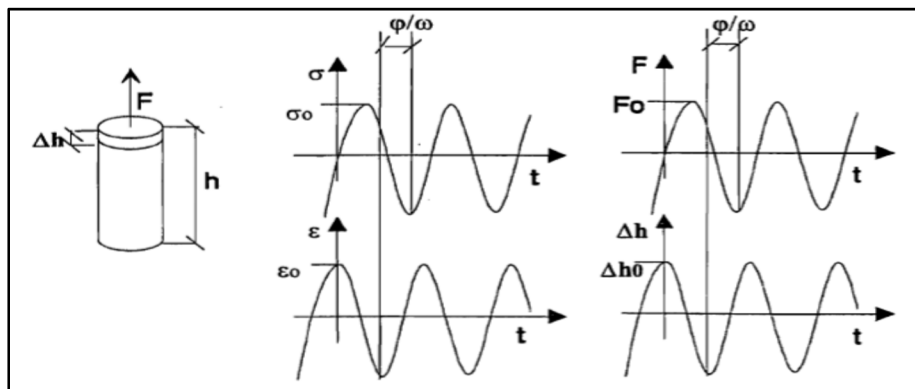


Figure 1.42 Évolution des efforts (contraintes) et des déplacements (déformations) pour un matériau viscoélastique linéaire
Tirée de Di Benedetto (1998)

Physiquement, le module complexe E^* représente en norme $|E^*|$ le rapport entre l'amplitude du signal $\sigma(t)$ appliqué et l'amplitude du signal $\varepsilon(t)$ résultant, et en argument φ_E le déphasage obtenu entre les deux signaux. E^* est ainsi la fonction complexe de relaxation R^* prise au point $p=i\omega$ (Olard, 2003), où i est le nombre complexe qui vérifie $i^2 = -1$. On a ainsi :

$$\sigma^*(t) = \tilde{R}(i\omega)\varepsilon^*(t) \quad (1.20)$$

En adoptant la notation complexe et en posant : $\sigma^*(t) = \sigma_0 e^{i\omega t}$ et $\varepsilon^*(t) = \varepsilon_0 e^{i\omega t - \varphi_E}$, le module complexe s'écrit alors sous la forme :

$$E^*(\omega) = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = \frac{\sigma_0 e^{i\omega t}}{\varepsilon_0 e^{i\omega t - \varphi_E}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi_E} = |E^*| e^{i\varphi_E} \quad (1.21)$$

Ou encore :

$$E^* = E_1 + iE_2 \quad (1.22)$$

E_1 est la partie réelle de E^* appelée aussi module d'élasticité. E_2 est la partie imaginaire de E^* appelée aussi module de perte.

Le module de cisaillement complexe $G^*(\omega)$ est établi de la même manière que $E^*(\omega)$ quand la contrainte est un cisaillement $\tau(t) = \tau_0 \sin(\omega t)$ et la déformation est une distorsion $\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t - \varphi)$ (Delaporte, 2007) :

$$G^*(\omega) = \frac{\tau^*}{\gamma^*} = \frac{\tau_0 e^{i\omega t}}{\gamma_0 e^{i\omega t - \varphi_G}} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} e^{i\varphi_G} = |G^*| e^{i\varphi_G} = G_1 + iG_2 \quad (1.23)$$

Pour un matériau viscoélastique linéaire isotrope, le module de cisaillement complexe G^* est relié au module complexe E^* et au coefficient de poisson complexe ν^* par la relation suivante :

$$G^* = \frac{E^*}{2(1 + \nu^*)} \quad (1.24)$$

Il faut noter que si le coefficient de poisson est réel, les angles de phase mesurés en cisaillement et en traction sont égaux.

Le module complexe (module complexe de cisaillement) est décrit dans le domaine complexe car il dépend de deux variables à savoir la fréquence et la température de sollicitation. Les représentations graphiques qui lui sont habituellement associées sont (Corté, 2004) :

- les courbes isothermes : qui tracent l'évolution de la norme du module complexe $|E^*|$ (i.e. $|G^*|$), usuellement en échelle bilogarithmique, en fonction de la fréquence f_r pour chaque température. De plus, la pente des isothermes fournit une appréciation sur la susceptibilité cinétique du matériau;
- les courbes isochrones : représentent les courbes duales des isothermes en inversant les paramètres fréquence et température. Elles sont toujours exprimées en échelle semi-logarithmique. À l'instar des isothermes, les courbes isochrones permettent d'évaluer la susceptibilité thermique des matériaux bitumineux;
- les courbes dans le plan de Cole-Cole : sont une représentation de la partie réelle G_1 du module complexe (en abscisse) en fonction de la partie imaginaire G_2 (en ordonnée). Le résultat est une courbe, d'allure parabolique, spécifique au matériau utilisé. De plus, dans l'hypothèse du principe d'équivalence temps température (PETT), la courbe obtenue est unique;
- les courbes dans l'espace de Black : consistent à tracer le logarithme de la norme du module en fonction de l'angle phase qui lui correspond. A la ressemblance de la représentation « Cole-Cole », les courbes de black sont uniques quand le matériau bitumineux vérifie le PETT. En pratique, les courbes de Black permettent de visualiser la zone des modules faibles, en particulier la chute de l'angle de phase pour les hautes températures. Cet effet résulte de la présence de granulats dans le mélange.

1.6.4 Le principe d'équivalence temps température PETT

Le principe d'équivalence ou de superposition temps-température PETT ou PSTT signifie une équivalence entre l'augmentation du temps de chargement (diminution de la fréquence) et l'augmentation de la température (Christensen, 2003). Ceci implique que la fonction de relaxation du matériau n'évolue pas en fonction de la température (Christensen, 2003). Le matériau est dit à comportement thermothéologiquement simple (Christensen, 2003).

L'origine physique de cette équivalence est que la structure n'évolue pas avec la température. En conséquence la température affecte seulement la dynamique brownienne des molécules. Ce qui a pour effet de changer seulement la valeur absolue de la fonction de relaxation (Lesueur, 2009).

L'applicabilité de ce principe aux bitumes reste à débattre. En effet, les bitumes asphaltiques et les bitumes paraffinés ne vérifient pas ce principe vu que leurs structures sont très thermosensibles (Lesueur, 1996). Toutefois, la thermosensibilité est limitée pour la plupart des bitumes routiers dans les plages de fréquences étudiées expérimentalement. Elle est aussi négligeable pour les bitumes de distillation directe et les bitumes non cireux (Lesueur, 2009). La non-applicabilité du PETT reste limitée aux hautes températures puisqu'à basse température, la transition vitreuse ralentit les changements de la structure (Lesueur 2009). D'un point de vue de la microstructure, la non-applicabilité du PETT provient probablement de l'évolution de la couche de résine en fonction de la température, ainsi que du niveau d'agréations des asphaltènes (Lesueur, 2009).

Afin de valider la PETT sur un matériau, il faut vérifier que sa fonction de relaxation est indépendante de la température. Graphiquement, ceci est possible par l'observation de l'allure des courbes isothermes (i.e. courbes isochrones) et des courbes dans l'espace de Cole-Cole et dans l'espace de Black. L'allure des courbes isothermes révèle qu'ils existent des couples fréquence-température $(f_1, T_1) \neq (f_2, T_2)$ qui vérifient que $E^*(f_1, T_1) = E^*(f_2, T_2)$. Le module complexe peut donc être représenté par une seule variable réduite $f.g(T)$ (Delaporte, 2007). En utilisant cette propriété, il est possible de construire une courbe unique

($\log|E^*|, \log(f)$) pour une température de référence T_{Ref} donnée. La superposition des courbes est un indicateur de la vérification du PETT. Le moyen le plus sévère pour vérifier le PETT est le diagramme de Black puisqu'il utilise directement les données brutes (Delaporte, 2007).

La superposition des courbes se fait en tradant chaque isotherme, parallèlement à l'axe des abscisses, par rapport à l'isotherme de référence choisie. La Figure 1.43 illustre schématiquement ce procédé. On note a_T le coefficient de translation d'une isotherme T par rapport à l'isotherme de référence T_{Ref} . Il est défini par la formule suivante :

$$E^*(f, T) = E^*(f \cdot a_T, T_{Ref}) \quad (1.25)$$

$$a_T(T = T_{Ref}) = a_{T_{Ref}} = 1 \text{ avec } a_T = \frac{g(T)}{g(T_{Ref})} \quad (1.26)$$

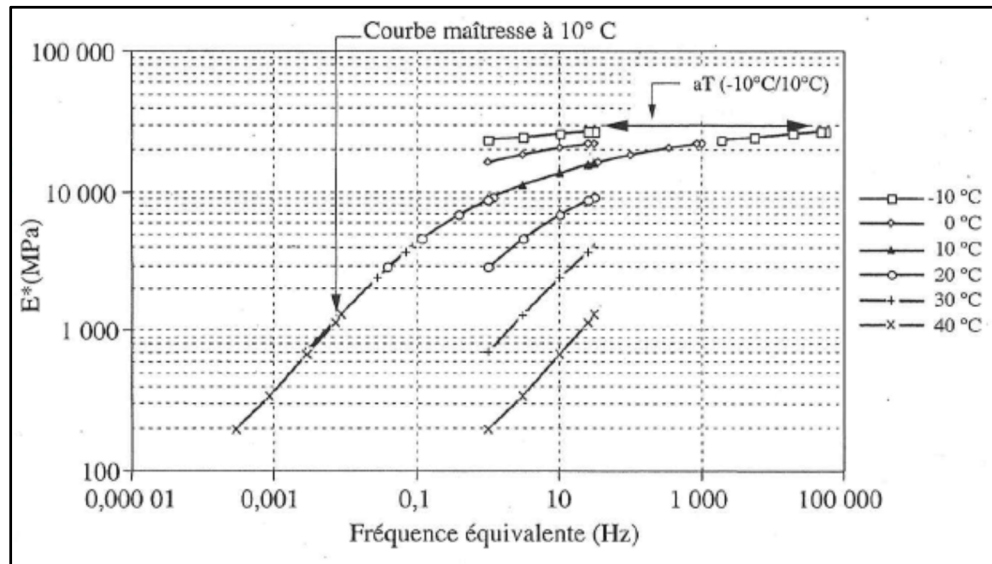


Figure 1.43 Construction de la courbe maîtresse d'un « BBSG » à la température de référence $T_{Ref}=10^{\circ}\text{C}$
Tirée de Corté (2004)

La courbe obtenue par superposition des isothermes est appelée « courbe maîtresse » (Master curve). Elle est caractéristique de chaque matériau bitumineux. Elle permet d'avoir accès à des valeurs du module complexe qui ne peuvent être établies par des essais de laboratoire. Ceci

traduit l'équivalence entre les hautes températures (module faible) et basses fréquences et entre les basses températures (module élevé) et hautes fréquences.

Le facteur de translation a_T est défini selon plusieurs expressions, à savoir :

La formule de William/Landel/Ferry WLF :

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_R)}{(T - T_R) + C_2} \quad (1.27)$$

Où C_1 et C_2 sont deux constantes qui dépendent du matériau

La loi d'Arrhenius :

$$\log(a_T) = \frac{\delta H}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_R} \right) \quad (1.28)$$

Avec δH est l'énergie apparente d'activation du matériau et R la constante des gaz parfaits.

1.7 Modélisation de comportement viscoélastique linéaire (VEL) du mastic bitumineux

Les premiers modèles de simulation du comportement VEL des bitumes étaient basés sur des éléments rhéologiques simples à savoir : un ressort, un amortisseur...etc. Les modèles visent à reproduire les courbes maîtresses, ce qui suppose l'applicabilité du PETT. Pour ce faire, un nombre limité de paramètres, minimum 3, est nécessaire.

Plusieurs auteurs ont proposé des modèles de simulation du comportement VEL du bitume. Chacun tient sa validité selon des conditions bien précises. La modélisation consiste le plus souvent pour les bitumes à décrire l'évolution du module complexe en fonction de la fréquence.

Cependant, certains auteurs préfèrent l'utilisation de la viscosité complexe ou les temps de relaxation. À noter que les liens se font aisément par les lois de comportement des matériaux.

1.7.1 Élément rhéologique simple

1.7.1.1 Élément élastique linéaire : Ressort

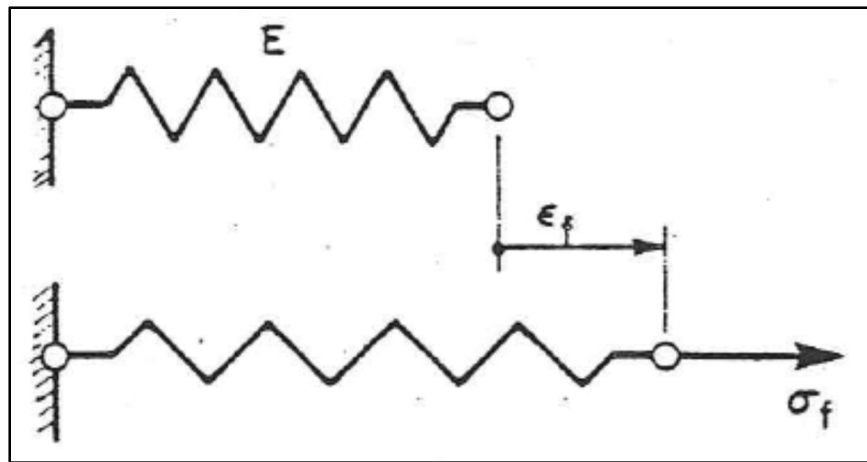


Figure 1.44 Schéma descriptif d'un ressort
Tirée de Perraton (2012)

En rhéologie, la modélisation du comportement élastique d'un matériau se fait par un ressort de raideur E (voir Figure 1.44). La loi de comportement, qui relie la contrainte appliquée à la déformation, est donnée par la relation de Hooke sous la forme suivante :

$$\sigma = E \times \varepsilon \quad (1.29)$$

La fonction de retard est :

$$J(t) = \frac{1}{E} Y(t) \Rightarrow \tilde{J}(p) = \frac{1}{E} \quad (1.30)$$

La fonction de relaxation est

$$R(t) = E Y(t) \Rightarrow \tilde{R}(p) = E \quad (1.31)$$

$Y(t)$ est la fonction d'Heaviside définie précédemment.

1.7.1.2 Élément visqueux linéaire : Amortisseur

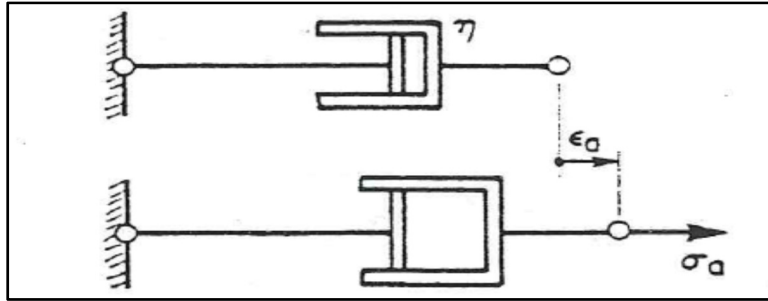


Figure 1.45 Schéma descriptif d'un amortisseur
Tirée de Perraton (2012)

Le comportement visqueux d'un matériau est modélisé en rhéologie par un amortisseur linéaire de viscosité η (voir Figure 1.45). La loi de comportement relie la contrainte appliquée à la dérivée première de la déformation (vitesse de déformation) par la relation de Newton :

$$\sigma = \eta \times \dot{\epsilon} \quad (1.32)$$

La fonction de retard est :

$$J(t) = \frac{t}{\eta} Y(t) \Rightarrow \tilde{J}(p) = \frac{1}{\eta p} \quad (1.33)$$

La fonction de relaxation est :

$$R(t) = \eta \delta(t) \Rightarrow \tilde{R}(p) = \eta p \quad (1.34)$$

Où $\delta(t)$ est une impulsion de Dirac.

1.7.1.3 Élément à fluage parabolique de paramètre h

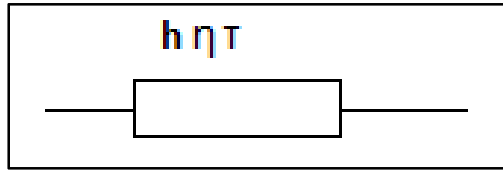


Figure 1.46 Schéma descriptif d'un élément à fluage parabolique
Tirée de Nguyen (2009)

Un élément à fluage parabolique de paramètre h est un modèle analogique possédant une fonction de fluage de type parabolique (voir Figure 1.46). La relation entre la contrainte et la déformation s'écrit selon l'équation suivante :

$$\sigma(t) = \eta \tau^{h-1} \Omega^h \{\varepsilon(t)\} \quad (1.35)$$

L'opérateur Ω^h est un opérateur différentiel spécial d'ordre h ($0 < h < 1$) et τ est une constante du temps.

L'opérateur Ω^h est défini par l'équation suivante :

$$\Omega^h \{\varepsilon(t)\} = \frac{d^h}{dt^h} \varepsilon(t) \quad (1.36)$$

Pour $h=1$ on retrouve le cas de l'amortisseur linéaire $\frac{d}{dt}$

Pour $h=0$ on retrouve l'équation d'un ressort avec $E = \frac{\eta}{\tau}$

L'opérateur Ω^h est défini seulement dans l'espace de Fourier, c'est-à-dire exclusivement pour des sollicitations ayant la forme suivante :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 e^{ct} \quad (1.37)$$

Dans ce cas on a :

$$\begin{aligned} \Omega^h\{\varepsilon(t)\} &= \varepsilon_0 c^h e^{ct} \\ \text{ou} \\ \Omega^h\{i\omega\} &= (i\omega\tau)^{-h} \end{aligned} \quad (1.38)$$

La fonction de fluage général d'un élément parabolique de paramètre h s'écrit selon l'équation suivante :

$$J(t) = At^h \quad (1.39)$$

où A est une constante.

En appliquant la transformée de Laplace-Carson ($p = i\omega$) on obtient

$$\tilde{J}(i\omega) = (i\omega\tau)^{-h} \quad (1.40)$$

Pour une sollicitation $\sigma(t) = \sigma_0 e^{i\omega t}$ on a :

$$\sigma = \eta \tau^{h-1} (i\omega)^h \varepsilon = \eta \frac{1}{\tau} (i\omega\tau)^h \varepsilon = \frac{\eta}{\tau} (\omega\tau)^h e^{+i\frac{\pi}{2}h} \varepsilon \quad (1.41)$$

On peut déduire ainsi :

$$\begin{aligned} \text{Pour } h=0 & \Rightarrow E = \eta/\tau & \text{et} & \varphi = 0 \\ \text{Pour } h=1 & \Rightarrow E = \eta \cdot \omega & \text{et} & \varphi = \frac{\pi}{2} \\ \text{Pour } 0 < h < 1 & \Rightarrow E = (\omega \cdot \tau)^h \eta/\tau & \text{et} & \varphi = h \cdot \frac{\pi}{2} \end{aligned}$$

1.7.2 Le modèle de Huet

Le modèle de Huet (Huet, 1963) est un assemblage de trois éléments rhéologiques simples à savoir : un ressort de raideur $E_0 - E_{00}$ et deux amortisseurs à fluage parabolique de paramètres h et k (voir Figure 1.47). Les paramètres h et k vérifient que $0 < k < h < 1$ pour les matériaux bitumineux. Le paramètre E_0 représente le module instantané du modèle quand la pulsation ω tend vers l'infini (pour les basses températures et/ou hautes fréquences).

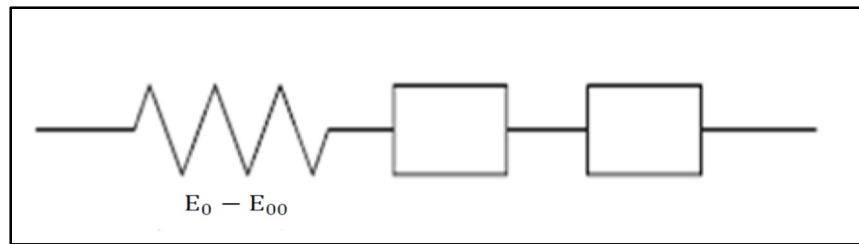


Figure 1.47 Représentation schématique du modèle Huet
Tirée de Huet (1963)

En pratique, pour les assemblages en série, on a recours à la fonction de fluage puisque la fonction de fluage de l'assemblage est la somme des fonctions de fluage des éléments.

La fonction de fluage du système s'écrit de la forme suivante :

$$J(t) = \frac{1}{E_0 - E_{00}} + a \left(\frac{t}{\tau_h} \right)^h + b \left(\frac{t}{\tau_k} \right)^k \quad (1.42)$$

Où τ_h et τ_k sont deux constantes du temps qui dépendent seulement de la température. a et b sont deux constantes.

En appliquant la transformée de Laplace-Carson, on obtient :

$$\tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{E_0 - E_{00}} + a \frac{\Gamma(h+1)}{(i\omega\tau_h)^h} + b \frac{\Gamma(k+1)}{(i\omega\tau_k)^k} \quad (1.43)$$

Il est possible de montrer que le rapport τ_h/τ_k est constant (Olard, 2003). On a alors :

$$\tau_k = \mu \cdot \tau_h = \mu \cdot \tau \quad (1.44)$$

Où μ est une constante, et $\Gamma(h)$ est la fonction d'Euler de deuxième espèce définie sous la forme suivante :

$$\Gamma(x) = \int_0^{\infty} t^{x-1} e^{-t} dt \quad (1.45)$$

Dans le cas où x est un entier naturel, on a :

$$\Gamma(x) = (x - 1)! \quad (1.46)$$

On a ainsi :

$$\tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{E_0 - E_{00}} \left[1 + \frac{a}{E_0 - E_{00}} \frac{\Gamma(h + 1)}{(i\omega\tau_h)^h} + \frac{b \cdot \mu^{-k}}{E_0 - E_{00}} \frac{\Gamma(k + 1)}{(i\omega\tau_k)^k} \right] \quad (1.47)$$

En posant :

$$\begin{aligned} \delta = b \frac{\Gamma(k + 1)}{E_0 - E_{00}} \mu^{-k} &\Rightarrow b = \delta \frac{E_0 - E_{00}}{\Gamma(k + 1)} \mu^k \\ a &= \frac{E_0 - E_{00}}{\Gamma(h + 1)} \end{aligned} \quad (1.48)$$

La fonction de fluage dans le domaine de Laplace prend ainsi la forme suivante :

$$\tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{E_0 - E_{00}} \left(1 + \delta (i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} \right) \quad (1.49)$$

On peut dès lors avoir la valeur de la fonction de relaxation (module complexe) du modèle sous la forme qui suit :

$$\tilde{R}(i\omega) = E^*(i\omega) = \frac{E_0 - E_{00}}{(1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h})} \quad (1.50)$$

1.7.3 Le modèle de Huet-Sayegh

Le modèle de Huet-Sayegh (Sayegh, 1965) consiste à ajouter un ressort de raideur E_{00} faible devant E_0 en parallèle avec l'assemblage du modèle de Huet (voir Figure 1.48). Sayegh a adapté cette modification pour arrimer le modèle au comportement des matériaux bitumineux à haute température (basses fréquences).

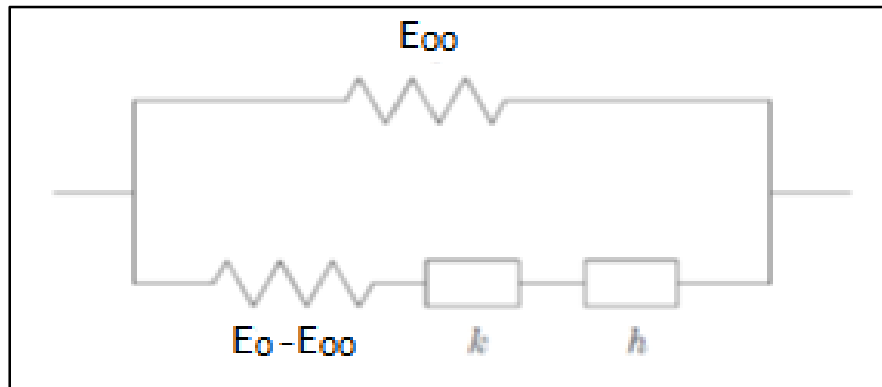


Figure 1.48 Représentation schématique du modèle Huet-Sayegh
Tirée de Sayegh (1965)

En pratique, pour les assemblages en parallèle, on a recours à la fonction de relaxation puisque la fonction de relaxation de l'assemblage est la somme des fonctions de relaxation des éléments. Il faut donc ajouter la fonction de relaxation d'un ressort de raideur E_{00} à la fonction de relaxation du modèle Huet établie précédemment. On obtient ainsi la formule suivante :

$$\tilde{R}(i\omega) = E^*(i\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{(1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h})} \quad (1.51)$$

L'expression analytique de la fonction de fluage dans le domaine temporel du modèle de Huet-Sayegh est inconnue. On peut donc préférer le modèle de Huet au modèle Huet-Sayegh pour

une modélisation dans le domaine temporel. Cette modélisation est acceptable pour les enrobés bitumineux lorsqu'on ne se situe pas dans le domaine des faibles fréquences.

1.7.4 Le modèle 2S2P1D

Le modèle «2S2P1D» (2 Springs, 2 Parabolic, 1 Dashpot) est une généralisation du modèle de Huet-Sayegh (Olard, 2003). Il introduit un amortisseur linéaire de viscosité η en série avec les éléments paraboliques pour arrimer le modèle au comportement purement visqueux des bitumes purs à basse fréquence. Le modèle 2S2P1D peut en conséquence décrire le comportement de la majorité des matériaux bitumineux, du liant à l'enrobé bitumineux. La Figure 1.49 est une représentation schématique du modèle 2S2P1D. À l'instar du modèle Huet-Sayegh, le modèle 2S2P1D ne possède pas d'expression analytique de la fonction de fluage dans le domaine temporel.

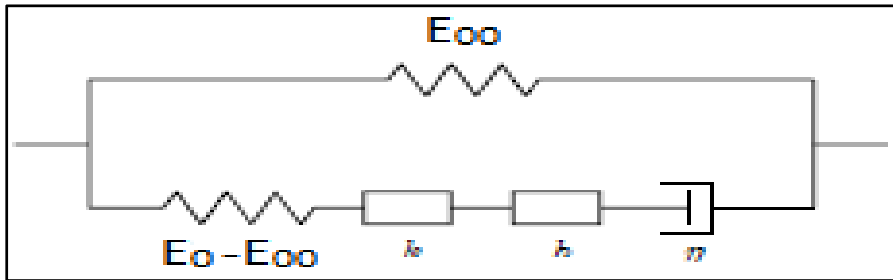


Figure 1.49 Représentation schématique du modèle 2S2P1D
Tiré de Olard (2003)

Pour calculer la fonction de relaxation du modèle, on doit ajouter la fonction de fluage d'un amortisseur linéaire à la fonction de fluage du système de Huet. On obtient ainsi l'expression suivante :

$$\tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{E_0 - E_{00}} \left[1 + \frac{a}{E_0 - E_{00}} \frac{\Gamma(h+1)}{(i\omega\tau_h)^h} + \frac{b\mu^{-k}}{E_0 - E_{00}} \frac{\Gamma(k+1)}{(i\omega\tau_k)^k} + \frac{1}{\eta(E_0 - E_{00})} \frac{1}{(i\omega\tau)} \right] \quad (1.52)$$

En posant :

$$\beta = \eta(E_0 - E_{00}) \quad (1.53)$$

L'expression du module complexe s'écrit de la forme suivante :

$$\tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{E_0 - E_{00}} (1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}) \quad (1.54)$$

En ajoutant le ressort E_{00} au système on obtient :

$$\tilde{R}(i\omega) = E^*(i\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{(1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1})} \quad (1.55)$$

Pour une température donnée, le modèle nécessite la détermination de 7 constantes pour décrire totalement le comportement viscoélastique linéaire du matériau bitumineux. En ce qui concerne les liants, le module statique E_{00} est très proche de zéro. Dès lors, le nombre de constantes du modèle peut être réduit à six (Olard, 2003). En outre, si le principe d'équivalence temps-température est valide, le paramètre τ est le seul qui dépend de la température. Il est décrit par la loi WLF (Ferry 1980, Olard 2003) dans la gamme des températures possibles au laboratoire. Dans ce cas, deux constantes supplémentaires C_1 et C_2 (déterminées par la loi WLF à une température de référence choisie arbitrairement) s'ajoutent aux paramètres du modèle. Le nombre de constantes s'élève ainsi à 9 (8 pour les liants).

1.7.5 Du liant vers l'enrobé

Les essais de détermination du module complexe des enrobés bitumineux sont très onéreux et prennent plus de temps que ceux des liants bitumineux. C'est pour cela que plusieurs chercheurs se sont concentrés sur le développement de méthodes et de modèles de prédiction du comportement viscoélastique linéaire des enrobés bitumineux à partir de celui du liant qui les forment. Cependant, la plupart de ces modèles sont valides seulement sur des domaines de fréquences et de températures réduits, ou pour des conditions d'enrobage bien déterminées.

La méthode de transformation géométrique de Di Benedetto et al. (Di Benedetto et al. 2004) permet de pallier ces lacunes. Le module complexe du mélange bitumineux est prédit à partir du module complexe du liant qui le constitue par l'équation 1.56:

$$E_{\text{enrobé}}^*(\omega, T) = E_{00\text{enrobé}} + [E_{\text{liant}}^*(10^\alpha \omega, T) - E_{00\text{liant}}] \frac{E_{0\text{enrobé}} - E_{00\text{enrobé}}}{E_{0\text{liant}} - E_{00\text{liant}}} \quad (1.56)$$

En connaissant la valeur du module complexe d'un liant à une température T et à une pulsation ω , il est possible de calculer la valeur du module complexe de l'enrobé à la même température T et à une pulsation $10^{-\alpha} \omega$ en déterminant 3 paramètres seulement : $E_{0\text{enrobé}}$, $E_{00\text{enrobé}}$ et α . Le processus consiste à effectuer trois transformations géométriques successives dans le plan de Cole-Cole (Figure 1.50) (Delaporte, 2007) :

- une translation négative de valeur $E_{00\text{liant}}$ selon l'axe des abscisses. Cette valeur est quasi nulle pour la plupart des liants;
- une homothétie de rapport $E_{00\text{enrobé}} - E_{0\text{enrobé}} / E_{00\text{liant}} - E_{0\text{liant}}$ à partir de l'origine;
- une translation positive de valeur $E_{00\text{enrobé}}$ suivant l'axe des réels.

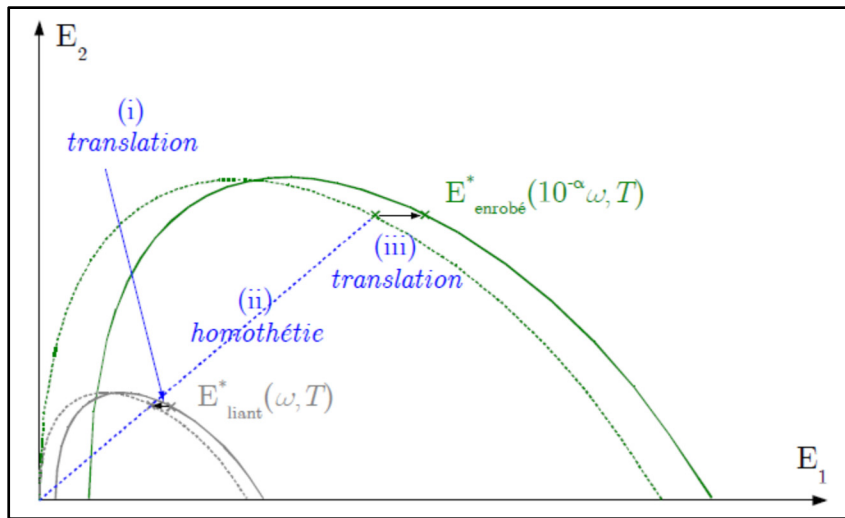


Figure 1.50 Transformation géométrique de
Tirée de Di Benedetto (2004)

CHAPITRE 2

PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les objectifs visés par cette campagne expérimentale ainsi que les stratégies et les méthodes de travail utilisées. L'objectif principal de cette recherche est d'étudier la rhéologie des mastics bitumineux incorporant des fillers de verre post-consommation. Il s'agit donc d'évaluer les facteurs principaux qui influent sur les propriétés d'ingénierie des mastics bitumineux à savoir :

- la taille des fillers;
- la nature des fillers;
- l'étalement de la courbe granulométrique;
- le type de bitume pour un filler donné.

Au cours de la durée de vie d'une route, sous l'action du trafic poids lourd, les mastics bitumineux sont sollicités en cisaillement dans le revêtement. Il est donc question d'étudier la résistance au cisaillement des mastics incorporant des fillers de verre. Dans cette optique, le rhéomètre à cisaillement annulaire a été choisi pour cette étude afin de faire des essais de cisaillement sur bitume et mastics. Ce rhéomètre offre des avantages relatifs à la grandeur des échantillons utilisés et aux conditions de quasi-homogénéité de l'essai. Il permet aussi de couvrir une grande gamme de températures et de fréquences de sollicitation. On peut ainsi reproduire les conditions réelles d'exploitation.

2.2 Programme de recherche et plan de travail

Le projet est divisé en deux parties. Après avoir caractérisé certaines propriétés physiques des matériaux utilisés, la partie 1 est consacrée à l'étude de la résistance au cisaillement des mastics bitumineux par le biais d'essais au rhéomètre à cisaillement annulaire (RCA). À la suite des

résultats obtenus, une formulation de mastics bitumineux avec filler de verre recyclé est proposée. La partie 2 vise à effectuer des essais de module complexe sur des enrobés bitumineux en utilisant la formulation de mastic proposée dans la partie 1.

2.2.1 Caractérisation des propriétés des matériaux utilisés

Le choix des propriétés mesurées pour les matériaux étudiés est fondé sur ce qui a été mis en avant lors de la revue de la littérature. Ainsi, on s'intéresse essentiellement à la taille maximale du filler, à sa granulométrie ainsi qu'à sa surface spécifique pour caractériser son état de surface.

L'étude de la granulométrie est réalisée à la fois par des essais de sédimentométrie et des essais au granulomètre laser afin de permettre de comparer les différents résultats. L'étude de la surface spécifique des fillers est effectuée à l'aide de l'essai d'adsorption au bleu de méthylène.

La caractérisation des matériaux inclut quatre types de fillers : le filler de calcaire (matériau de référence), le filler de verre (filler en provenance des centres de tri), le filler de verre micronisé (Verrox®) et le filler de chaux hydratée (dope d'adhésivité). La taille des grains varie de 0 μm à 160 μm . Ces grains vont être classés en trois classes granulaires : 0-38 μm pour les ultras fins, 38-80 μm pour les fillers fins, 80-160 μm pour les fillers moyens (Tableau 2.1). La séparation des différentes classes est réalisée mécaniquement à l'aide de tamis de tailles 160 μm , 80 μm et 38 μm .

Tableau 2.1 : Classes granulaires des fillers

Filler Ultrafin	Filler Fin	Filler Moyen
0-38 μm	38-80 μm	80-160 μm

Le tableau 2.2 donne la synthèse des différents essais de caractérisation des propriétés physiques et de surface des fillers à tester dans le cadre de ce projet.

Tableau 2.2 Synthèse des essais de caractérisation des propriétés des fillers étudiés

TYPE DE FILLER		SÉDIMENTOMETRIE	GRANULOMÈTRE LASER	BLEU DE MÉTHYLÈNE
Calcaire (C)	0-80	X	X	X
Chaux (Ch)	0-38			
Verre recyclé (V)	80-160		X	
	38-80	X	X	X
	0-38	X	X	X
	0-160		X	
Verre micronisé (Verrox) (Vx)	0-80		X	
	0-38	X	X	X

2.2.2 Partie 1 : Essais au rhéomètre à cisaillement annulaire (RCA)

La partie 1 est consacrée aux essais de cisaillement annulaire. Au total, 17 matériaux (bitumes et mastics) ont été testés sur le rhéomètre à cisaillement annulaire durant cette campagne expérimentale. Les matériaux bitumineux sont sollicités sur une plage de température variant de -35 °C à +45 °C et une plage de fréquences variant de 0,03 Hz à 10 Hz. L'objectif est d'évaluer d'une part l'influence de la taille des fillers et celle de la courbe granulométrique. Dans cette perspective, un seul bitume est utilisé (bitume PG 70-28). D'autre part, l'influence de la nature des fines et de la compatibilité bitume-filler a également été étudiée en utilisant deux types de bitumes, soit : PG 58-28 (bitume pur) et PG 70-28 (bitume avec polymère). Ces bitumes ont été mélangés avec plusieurs variétés de fines de même classe granulaire (filler de verre, filler de verre micronisé et filler de calcaire). Enfin l'ajout d'additif comme la chaux hydratée est abordé dans le cadre de la partie 1. L'objectif est alors d'évaluer l'influence du dopage en super fine que représente le filler de chaux sur la rhéologie des mastics bitumineux avec verre recyclé. La Figure 2.1 présente la séquence des différentes étapes et essais réalisés dans le cadre de la partie 1. Les étapes de cette partie sont traitées en détail ultérieurement dans le chapitre 3 et 4.

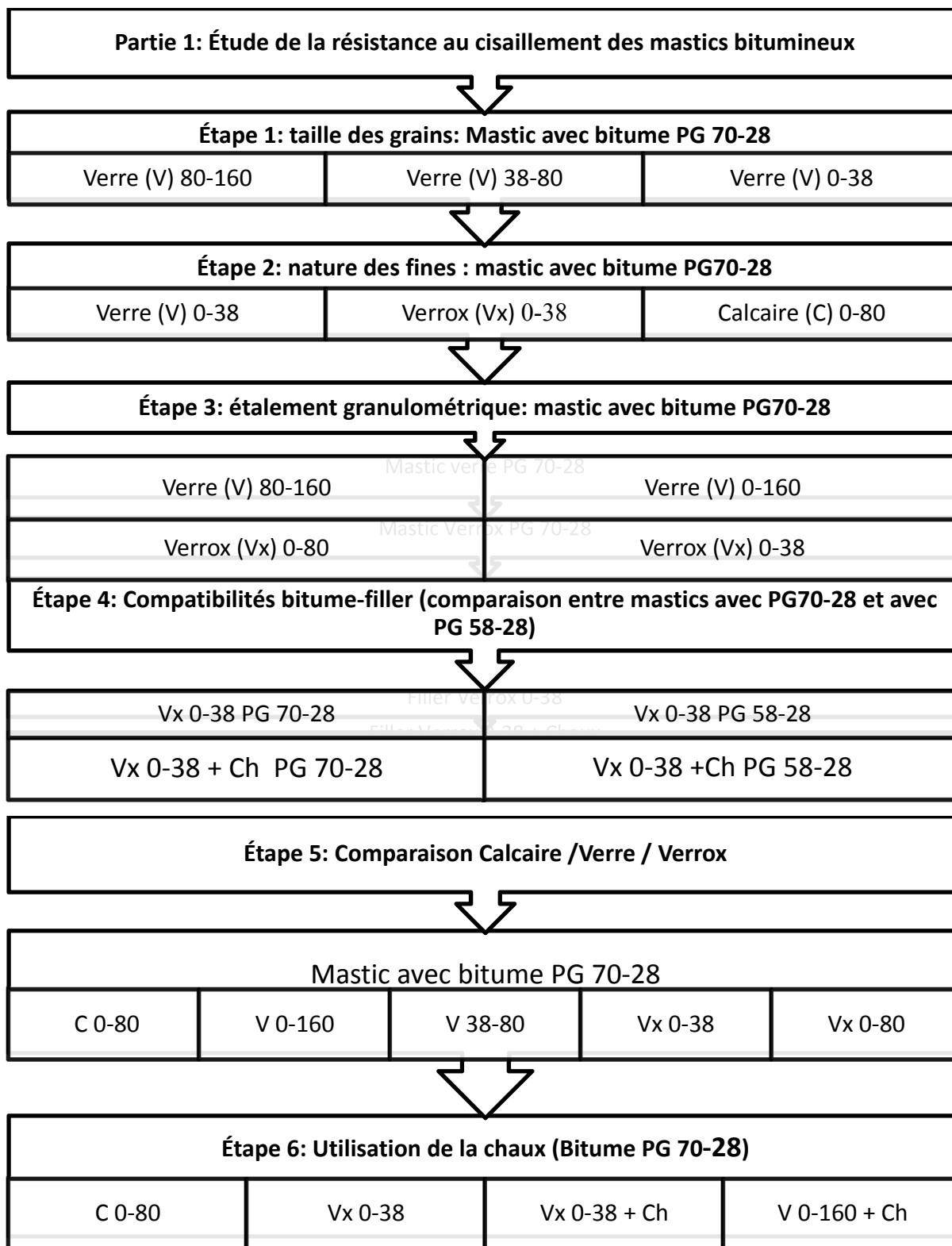


Figure 2.1 Programme expérimental de la partie 1

2.2.3 Partie 2 : Essais de module complexe (MC) sur enrobés bitumineux

À l'issue des résultats de la partie 1, une formulation pour mastic bitumineux avec verre recyclé est proposée et sert à confectionner des éprouvettes d'enrobé bitumineux. Ces éprouvettes ont été testées à l'aide de l'essai de module complexe afin de mettre en perspective l'influence du mastic de verre sur le module de l'enrobé bitumineux ESG-10. Les formulations d'enrobé utilisées seront celles d'un enrobé conventionnel fabriqué avec bitume PG70-28. La Figure 2.2 présente les séquences de la partie 2. La description de la procédure expérimentale et des caractéristiques des matériaux est donnée dans le chapitre 3 et 4.

Enrobé bitumineux (PG 70-28)		
ESG-10 avec Calcaire	ESG-10 avec Verrox	ESG-10 avec filler de verre

Figure 2.2 Programme expérimental de la partie 2

2.3 Résumé des plans et stratégies de travail

La Figure 2.3 présente une synthèse du programme de recherche adopté au cours de ce projet.

Caractérisation des propriétés des matériaux utilisés				
Sédimentométrie	Ganulomètre laser		Essai au bleu de méthylène	
Variable : Diamètre maximal des particules d_{max} output : Coefficient d'uniformité C_u			Variable : d_{max} output : surface spécifique S_s	
Partie 1 : Essais au rhéomètre à cisaillement annulaire (RCA)				
Influence de la taille des grains	Influence de la nature des fines	Influence de la courbe granulométrique	Compatibilité bitume filler	Utilisation de la chaux
Variable: d_{max} Output: G^* , R_M^*	Variable: minéralogie filler Output: G^* , R_M^*	Variable: C_U Output: G^* , R_M^*	Variable: Grade performance PG Output: G^* , R_M^*	Variable: Filler chaux Output: G^* , R_M^*
Partie 2 : Essais de module complexe (MC) sur enrobés bitumineux				
Enrobé ESG 10 (PG 70-28)				
Variable: Fraction filler (calcaire, verre, verrox, chaux) Output: E^*				

Figure 2.3 Résumé du plan de travail et de la méthodologie de la recherche

Où :

 G^* Module complexe de cisaillement; R_M^* Coefficient complexe de renforcement (défini dans le chapitre 5) ; E^* Module complexe des enrobés bitumineux.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE DE RECHERCHE

Dans ce chapitre, il s'agit de décrire en détail la procédure expérimentale, adoptée dans ce projet, pour effectuer des essais de cisaillement au rhéomètre à cisaillement annulaire RCA.

Le chapitre inclut aussi les aspects de métrologie du RCA, le déroulement d'un essai RCA et la méthodologie d'analyse des résultats.

3.1 Le rhéomètre à cisaillement annulaire RCA

Le Rhéomètre à Cisaillement Annulaire (RCA) ou Annular Shear Rheometer (ASR) est un outil d'investigation expérimental développé, à l'École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE) en France en 2002, dans le but d'évaluer la résistance au cisaillement des bitumes et mastics bitumineux. Il permet de solliciter des échantillons de taille supérieure à celle des autres essais connus (DSR, BBR ...) sur une large gamme de températures et de fréquences de sollicitation (Delaporte 2007).

Son principe consiste à appliquer un cisaillement sinusoïdal axial sur un cylindre creux de bitume ou de mastic à différents couples de températures et de fréquences. Le cylindre creux a une épaisseur de 5 mm, un diamètre moyen de 105 mm et une hauteur de 40mm (voir Figure 3.1). L'essai peut donc être considéré quasi homogène comme première approximation. Les sollicitations axiales subies par l'échantillon annulaire étant de nature sinusoïdale, ceci impose l'écriture du module de cisaillement dans l'espace fréquentiel (module complexe de cisaillement $G^*(f,T)$). Le schéma de la Figure 3.1 décrit le dispositif d'appareillage du RCA :

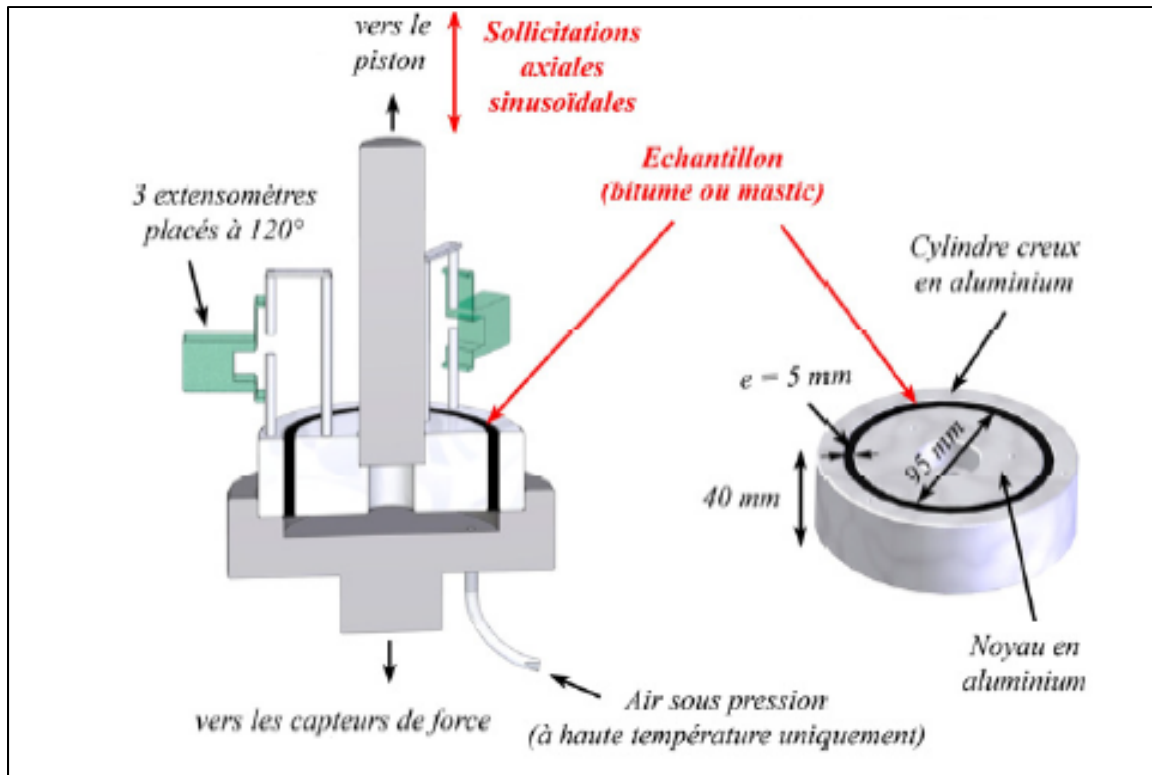


Figure 3.1 Description schématique des composants du rhéomètre à cisaillement annulaire
Adaptée de Delaporte (2007)

3.1.1 Principe de fonctionnement

L'éprouvette annulaire du matériau bitumineux subit une sollicitation sinusoïdale, par le biais d'une presse hydraulique MTS, en contrainte ou en déformation selon l'axe vertical de la presse (voir Figure 3.3). La distorsion de l'éprouvette est fournie par 3 capteurs de déformations (extensomètres) placés à 120° autour de l'éprouvette. Ils mesurent le déplacement entre le noyau interne et le cylindre externe du RCA. L'amplitude de déformation varie de 1µm à 250µm en distorsion (Delaporte 2007).

Le module de cisaillement complexe $G^*(f,T)$ est calculé à partir de la distorsion et de la contrainte de cisaillement selon la formule suivante :

$$\tau^* = G^* \gamma^* \quad (3.1)$$

Avec :

$$\tau^* = \tau_0 e^{i\omega t} \text{ et } \gamma^* = \gamma_0 e^{i\omega t - \varphi}$$

L'expression du module complexe de cisaillement G^* est alors la suivante :

$$G^* = \frac{\tau^*}{\gamma^*} = |G^*| e^{i\varphi} = G_1 + iG_2 \quad (3.2)$$

Où :

$|G^*| = \frac{\tau_0}{\gamma_0}$ est la norme de G^* et φ est son angle de phase.

G_1 et G_2 représentent respectivement le module élastique et le module de perte.

$|G^*|$ est le ratio entre l'amplitude de la distorsion γ_0 et l'amplitude de la contrainte de cisaillement τ_0 .

φ est la différence entre l'angle de phase de $\gamma(t)$ et celui de $\tau(t)$. Il caractérise le décalage temporel entre la contrainte et la distorsion en raison des propriétés viscoélastiques des matériaux bitumineux (voir Figure 3.2).

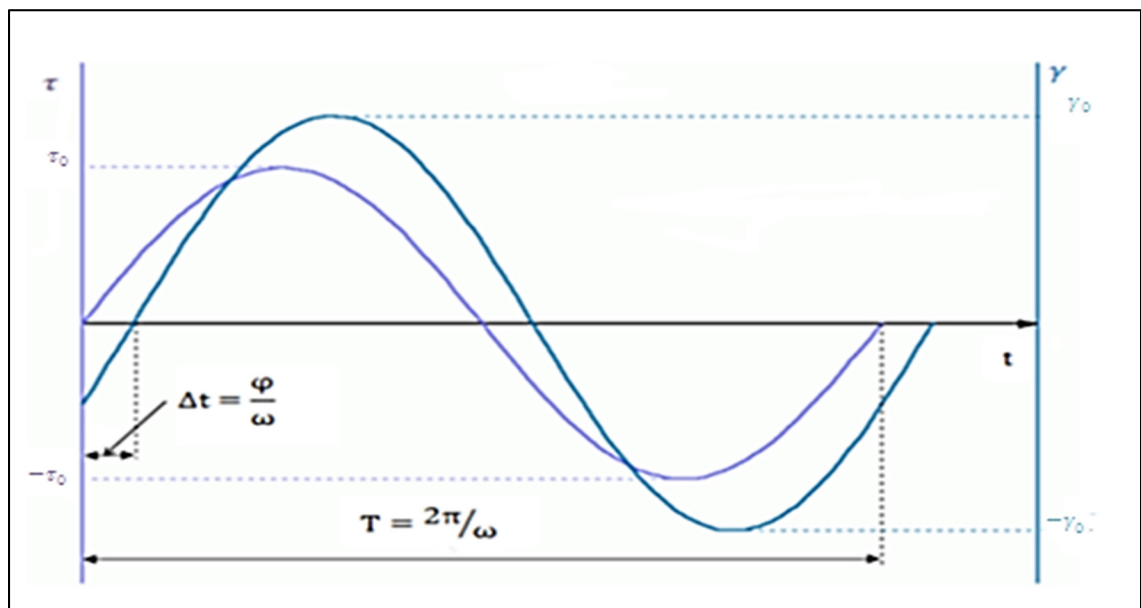


Figure 3.2 Déphasage temporel entre le signal de distorsion et le signal de la contrainte

À haute température (entre 30 et 80°C), et pour éviter que le matériau flue sous l'effet de la gravité, un dispositif de mise en pression du rhéomètre permet d'appliquer une pression d'air pour reprendre le poids de l'échantillon. La pression d'air utilisée est égale à 200 Pa. Elle est équivalente à la pression obtenue par la différence de niveau d'eau (égale à la hauteur de l'échantillon c-à-d 40mm) dans un tube en U. La valeur de cette pression est soustraite lors du calcul des valeurs de la norme G^* .

Les recherches menées par Delaporte (2007), ont montré que la rigidité des extensomètres devient non négligeable par rapport à celle du mastic quand la rigidité du matériau est faible à haute température ($|G^*| \leq 10 \text{ kPa}$ et $T > 35^\circ\text{C}$). Dans cette perspective, un essai à vide a été fait pour déterminer la rigidité des extensomètres (paragraphe 5.2.2). Cette valeur a été évaluée à 150 Pa et elle est soustraite directement lors des calculs. La répétabilité du RCA est bonne et l'erreur mesurée pour différents échantillons de mêmes caractéristiques est inférieure à 6%, quelle que soit la fréquence (Delaporte 2007).



Figure 3.3 Essai de cisaillement annulaire mis en place sur la presse MTS

La mesure des efforts se fait grâce à deux cellules de charge de 5KN et de 100 KN interchangeables, placées sur l'axe central du rhéomètre. Ceci permet d'avoir une mesure plus précise des efforts sur toute la gamme de fréquences de chargement.

Lors d'un essai de cisaillement annulaire, l'éprouvette est conditionnée à neuf températures variant de +45 °C à -35 °C avec un pas de 10 °C. Pour chaque température, l'éprouvette est sollicitée à une séquence de 6 fréquences : 0,03 Hz, 0,1 Hz, 0,3 Hz, 1 Hz, 3 Hz et 10 Hz. Entre chaque fréquence de sollicitation, un temps de repos égal à trois fois le temps de sollicitation est respecté. Ceci permet à l'échantillon de récupérer ses conditions initiales (Position de départ ou force zéro). Enfin, deux fréquences sont reprises à la fin de chaque séquence de chargement, nommée 1Hz retour et 0,1 Hz retour, dans le but de vérifier la variation du module de cisaillement après la séquence de sollicitation et ainsi vérifier l'endommagement de l'éprouvette (voir Figure 3.4).

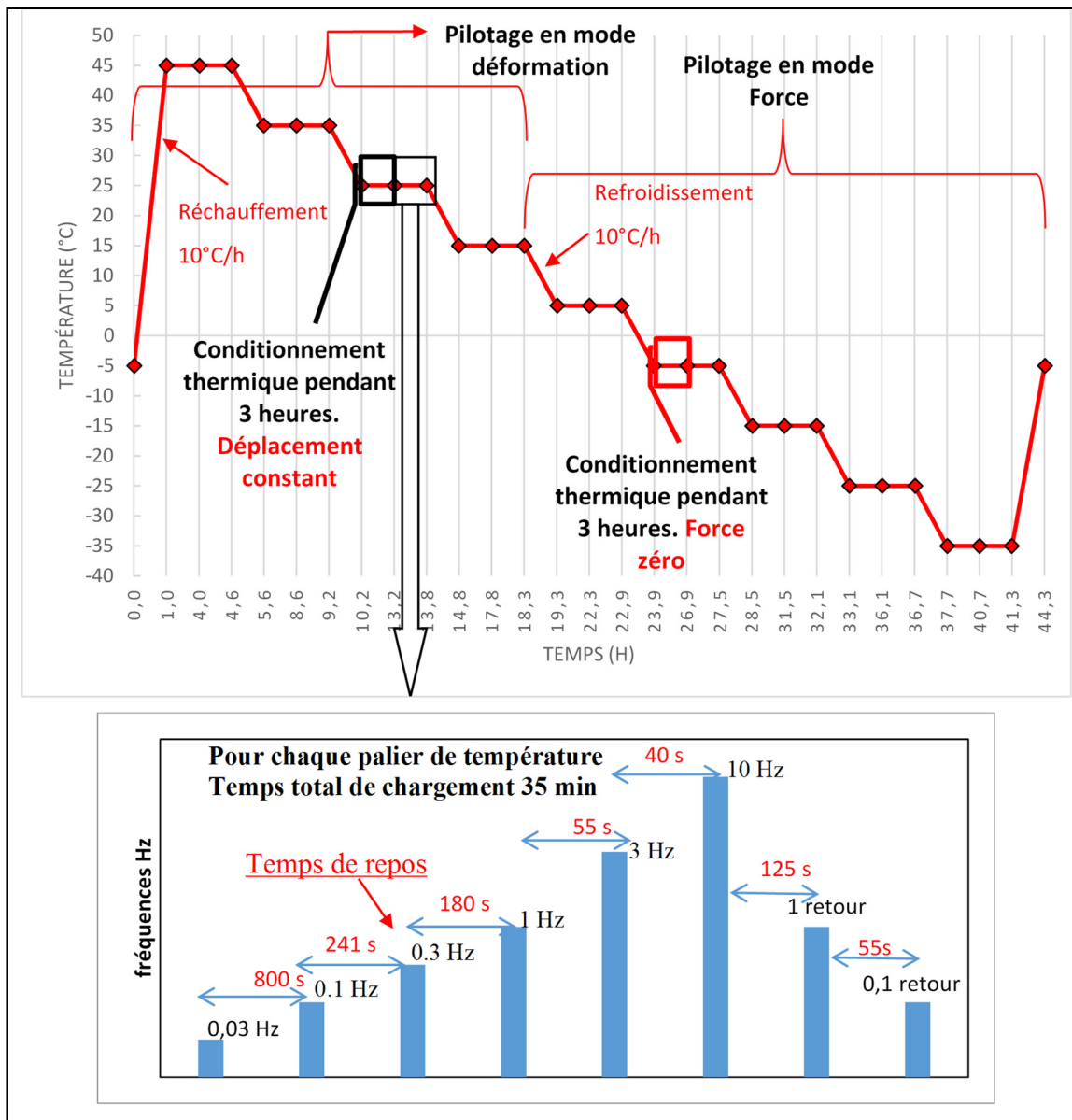


Figure 3.4 Déroulement d'un essai de module complexe de cisaillement

L'essai de cisaillement annulaire se déroule en deux phases, la première phase inclue les températures chaudes : +45 °C, +35 °C, +25 °C, +15 °C, +5 °C. La deuxième phase comprend les basses températures à savoir : -5 °C, -15 °C, -25 °C, -35 °C. La séparation de l'essai en deux phases permet de changer la cellule de charge au cours de l'essai afin d'obtenir plus de précision lorsque l'échantillon est sollicité en hautes températures. L'essai dure ainsi 3 jours en tenant compte du changement de la cellule de charge.

3.1.2 Distribution des contraintes et des déformations

En considérant l'éprouvette annulaire représentée dans la Figure 3.5, l'état de contrainte et de déformation au sein de l'échantillon, dû au déplacement axial du cylindre intérieur, est représenté par les tenseurs de déformations ε et des contraintes σ , dans les coordonnées polaires (e_r, e_θ, e_z) , de la manière suivante :

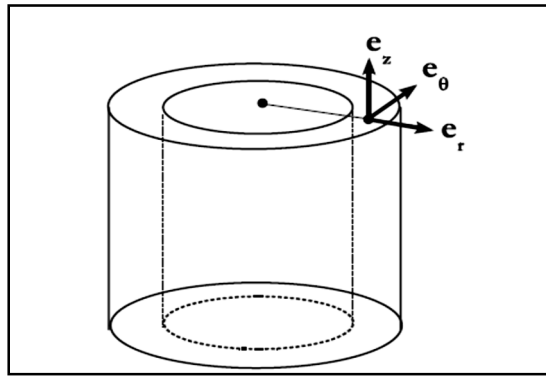


Figure 3.5 Représentation d'un cylindre annulaire en coordonnées polaires

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{rr} & \sigma_{r\theta} & \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} & \sigma_{\theta\theta} & \sigma_{\theta z} \\ \sigma_{rz} & \sigma_{\theta z} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{rr} & 0 & \tau \\ 0 & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ \tau & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{rr} & \varepsilon_{r\theta} & \varepsilon_{rz} \\ \varepsilon_{r\theta} & \varepsilon_{\theta\theta} & \varepsilon_{\theta z} \\ \varepsilon_{rz} & \varepsilon_{\theta z} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \frac{\gamma}{2} \\ 0 & 0 & 0 \\ \frac{\gamma}{2} & 0 & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (3.3)$$

Avec :

γ la distorsion en rad

τ la contrainte de cisaillement en Pa

3.1.3 Homogénéité de l'essai

La géométrie de l'éprouvette du RCA assure en première approximation l'hypothèse de la quasi-homogénéité (épaisseur faible par rapport au rayon moyen de l'échantillon). Ceci revient à dire que la contrainte de cisaillement est indépendante du rayon r .

En considérant la section diamétrale de l'échantillon annulaire de la Figure 3.6, le module de cisaillement G s'écrit alors de la forme suivante :

$$G = \frac{\tau}{\gamma} = \frac{e \cdot F}{2\pi r_{\text{moy}} \Delta l L} \quad (3.4)$$

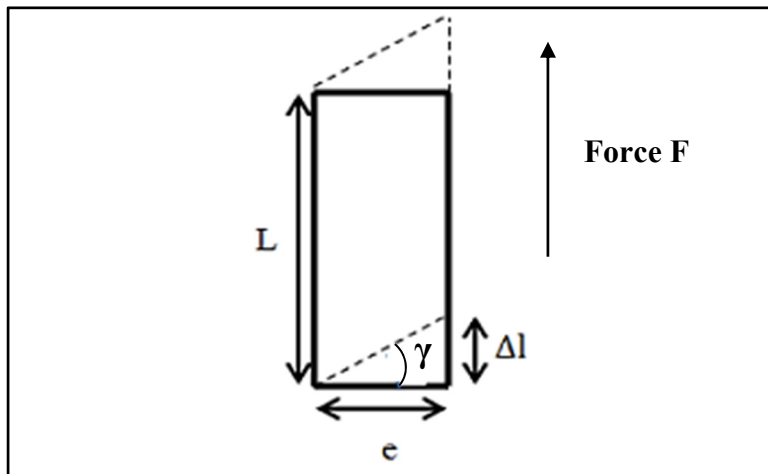


Figure 3.6 Section diamétrale de l'échantillon annulaire au repos et sous contrainte de cisaillement

Avec :

- G Le module de cisaillement
- e L'épaisseur de l'échantillon annulaire
- L La hauteur de l'échantillon annulaire
- Δl le déplacement entre le cylindre interne et le cylindre externe
- r_{moy} le rayon moyen du cylindre creux
- F la force appliquée

Dans le cas réel, Sueiras Bardou (2002) a montré par la méthode des éléments finis que la contrainte de cisaillement, en tout point d'un corps de géométrie annulaire, est une fonction du rayon r et de la cote z du point considéré. Toutefois, les déformations étant faibles dans notre cas, on peut considérer que la contrainte dépend seulement du rayon r . L'expression du module de cisaillement est donc :

$$G(r) = \frac{\tau(r)}{\gamma} = \frac{e \cdot F}{2\pi r \Delta l L} \quad (3.5)$$

Pour vérifier l'uniformité de la contrainte τ dans l'ensemble de l'éprouvette, une étude d'homogénéité a été proposée par Van Rompu (2006). Elle consiste à vérifier l'évolution de la contrainte en fonction du rayon r de l'échantillon. Ceci revient à évaluer l'erreur relative entre la valeur du module de cisaillement $G(r)$ et celle du module G (cas où r est considéré constant et égal au rayon moyen du cylindre creux r_{moy}) : $\frac{\Delta G}{G(r)} = \frac{G(r)-G}{G(r)}$

La distorsion γ est reliée par la loi de comportement du matériau viscoélastique linéaire isotrope à la contrainte τ par la relation : $\tau = G\gamma$. L'hypothèse d'homogénéité assure que la distorsion γ est identique dans tous les points de l'éprouvette. La déformation du cylindre creux dans le plan diamétral est ainsi linéaire et l'expression de la contrainte de cisaillement τ s'écrit :

$$\tau = \frac{F}{2\pi r_{moy} L} \quad (3.6)$$

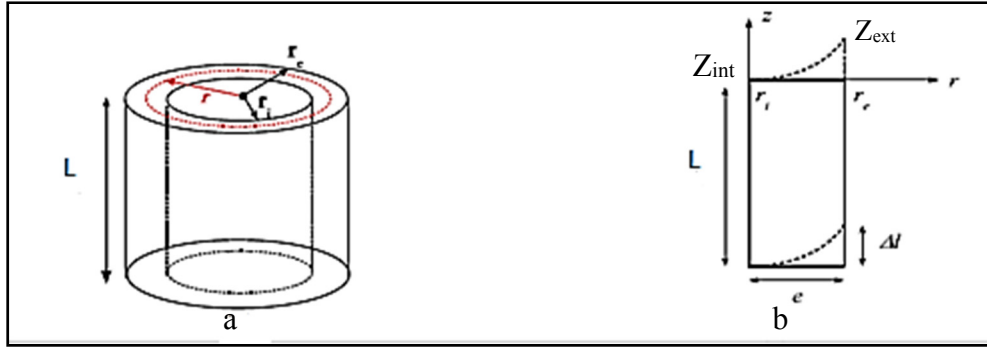


Figure 3.7 Représentation schématique d'un cylindre annulaire en coordonnées polaires section diamétrale d'un cylindre annulaire :
a) au repos b) sous contrainte de cisaillement

Cependant, si l'hypothèse d'homogénéité est exclue, la distorsion γ va dépendre de r (puisque la contrainte dépend de r) et sera non linéaire dans ce cas (Figure 3.7b). On aura alors la relation suivante :

$$\gamma = \frac{dz}{dr} = \frac{\tau}{G} = \frac{F}{2\pi G r l} \Rightarrow dz = \frac{F}{2\pi G l} \frac{dr}{r} \quad (3.7)$$

En intégrant l'équation 3.7, on obtient :

$$Z_{\text{ext}} - Z_{\text{int}} = \frac{F}{2\pi G l} \int_{r_{\text{int}}}^{r_{\text{ext}}} \frac{dr}{r} = \frac{F}{2\pi G l} \ln\left(\frac{r_{\text{ext}}}{r_{\text{int}}}\right) \quad (3.8)$$

Avec : r_{ext} et r_{int} représentent respectivement le rayon externe et le rayon interne du cylindre creux. Puisque : $Z_{\text{ext}} = \Delta l$ et $Z_{\text{int}} = 0$, on a finalement :

$$\Delta l = \frac{F}{2\pi G l} \ln\left(\frac{r_{\text{ext}}}{r_{\text{int}}}\right) \Rightarrow G(r) = \frac{F}{2\pi l \Delta l} \ln\left(\frac{r_{\text{ext}}}{r_{\text{int}}}\right) \quad (3.9)$$

On connaît à présent l'expression du module de cisaillement selon les deux cas de figures étudiés. On peut maintenant calculer l'écart relatif entre les deux valeurs afin d'apprécier

l'erreur que l'on commet lorsqu'on suppose l'homogénéité de l'essai. La variation relative de la valeur du module G s'écrit comme suit :

$$\frac{\Delta G}{G(r)} = \frac{G(r) - G}{G(r)} = 1 - \frac{F \cdot e}{2\pi l r_{\text{moy}} \Delta l} \frac{2\pi l \Delta l}{F \ln\left(\frac{r_{\text{ext}}}{r_{\text{int}}}\right)} = 1 - \frac{e}{r_{\text{moy}}} \left[\ln\left(\frac{r_{\text{ext}}}{r_{\text{int}}}\right) \right]^{-1} \quad (3.10)$$

Le calcul numérique donne une valeur : $\frac{\Delta G}{G} \approx 0.000834 = 0.08\%$. D'après Delaporte (2007), puisque l'écart relatif de la valeur du module G est inférieur à 0.1%, on peut ainsi valider l'hypothèse de l'homogénéité de l'essai.

3.2 Instrumentation du RCA

3.2.1 Le rhéomètre à cisaillement annulaire

Le rhéomètre à cisaillement annulaire est un montage en aluminium pouvant contenir un matériau de géométrie annulaire. Il est composé de deux cylindres : un cylindre interne plein et un cylindre externe creux. Ils sont reliés par une plaque de fixation qui assure l'axialité des cylindres (voir Figure 3.8 et 3.9). D'un côté, le cylindre creux externe est fixé sur une embase en aluminium qui peut être reliée à la cellule de charge. De l'autre côté, le cylindre interne plein est relié au piston de la presse par le moyen d'un axe de transmission en aluminium. Le matériau à tester peut ainsi être sollicité en cisaillement en imposant un déplacement axial entre les deux cylindres. Pour calculer ce déplacement, trois extensomètres sont placés sur des tiges de fixation installées sur les deux cylindres.

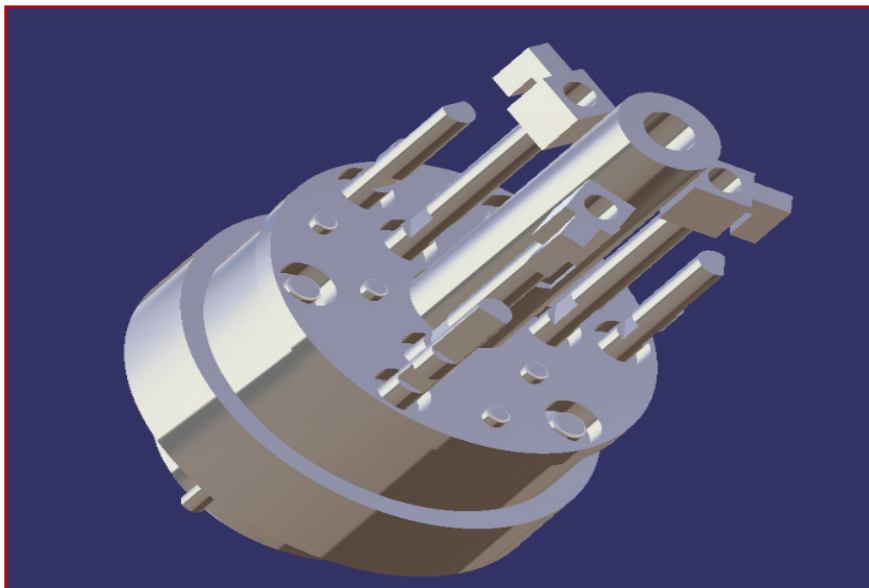


Figure 3.8 Rhéomètre à cisaillement annulaire

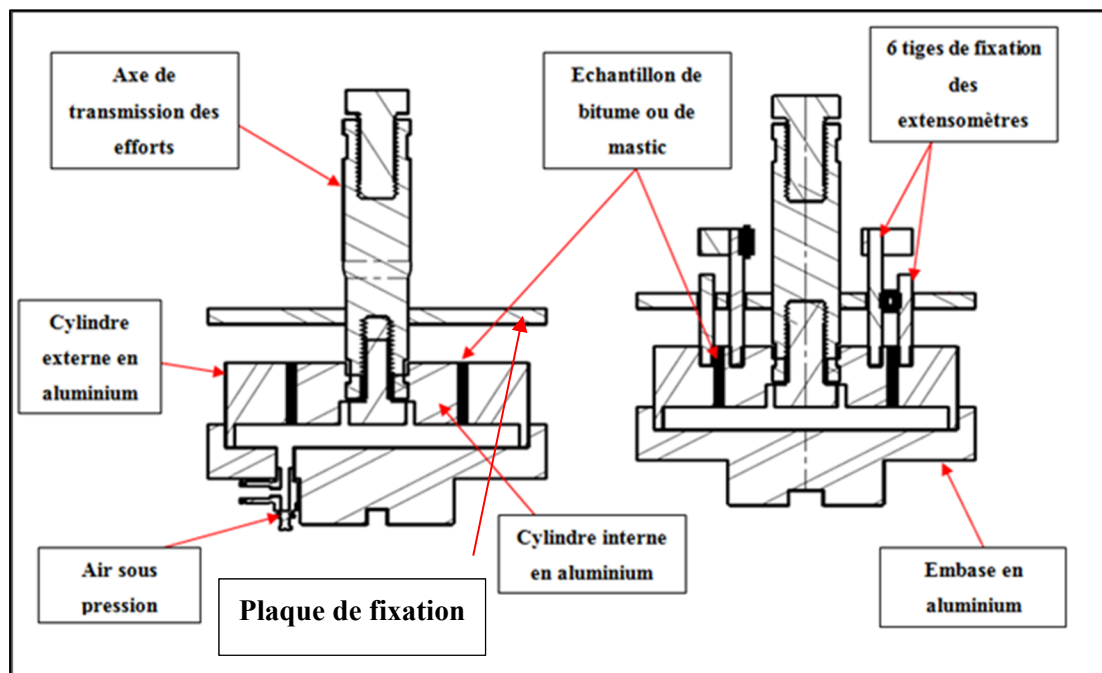


Figure 3.9 Représentation schématiques des composants du rhéomètre à cisaillement annulaire

Tirée de EL Mansouri (2016)

L'embase du rhéomètre contient une valve afin d'installer une pression d'air pour éviter que le matériau flue sous l'effet de la gravité aux hautes températures. Enfin, la plaque de fixation

assure la protection de l'échantillon pendant le montage du rhéomètre dans la presse. Dans ce cas de figure, elle est située en position basse et permet le lien mécanique entre le cylindre externe et le cylindre interne. Cependant, avant de lancer l'essai, elle est soulevée par des cales en aluminium puis solidarisées sur le cylindre plein interne tout au long de l'essai pour permettre le déplacement entre les deux cylindres.

3.2.2 Presse hydraulique

L'essai de cisaillement annulaire nécessite l'application de sollicitations mécaniques (déformation, déplacement ou force) par le biais d'une presse hydraulique (voir Figure 3.10). La déformation appliquée est contrôlée par les extensomètres, le déplacement par le vérin hydraulique et la force par la cellule de force (cellule de charge).

Deux presses hydrauliques de types MTS (MTS 810 et MTS 370 Landmark), installées dans les laboratoires LCMB du département de génie de la construction à l'ÉTS, ont été utilisées lors de ce projet dans le but d'évaluer la résistance au cisaillement des mastics bitumineux. Ces presses sont commandées à l'aide du logiciel TestWare ®. Elles peuvent appliquer des forces jusqu'à 100 KN. Elles sont aussi alimentées par une pompe hydraulique et elles sont équipées de servovalve afin d'obtenir des signaux adéquats pour la fréquence et l'amplitude de sollicitation (Lamothe 2014).

Les presses peuvent être asservies selon trois modes de pilotages :

- en force depuis de la cellule de charge (capteur de force 100KN ou 25KN) (T entre -5°C et -34°C);
- en déplacement depuis le capteur LVDT lié au piston (au début de l'essai);
- en déformation depuis un extensomètre ou par la moyenne des extensomètres (T entre 5°C et 45°C).

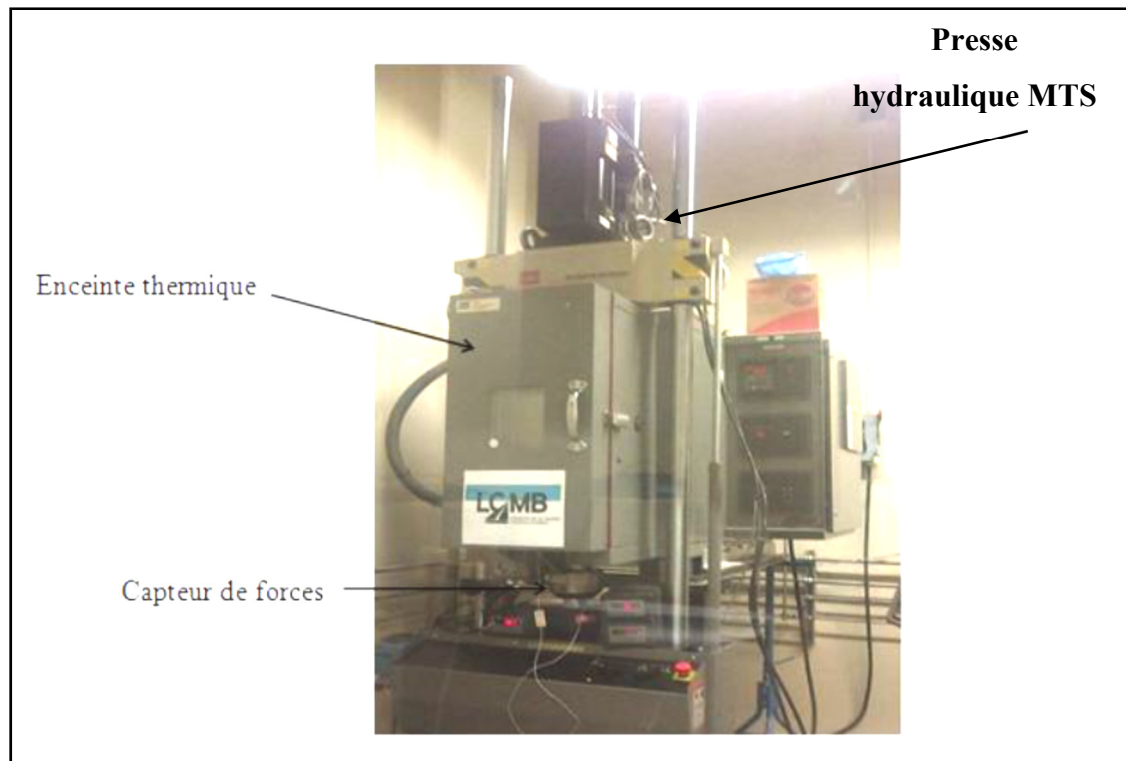


Figure 3.10 Presse MTS 810 installée au laboratoire LCMB à l'ÉTS

Lors de l'essai de cisaillement annulaire, la presse est asservie en mode force (par le moyen de la cellule de charge) dans le domaine des basses températures lorsque le matériau est très rigide (T entre 5°C et -35°C). Quand la température augmente ($T > 5^{\circ}\text{C}$), les déformations engendrées deviennent plus importantes. La presse est alors asservie en mode déformation sur la moyenne des trois extensomètres. Enfin, l'asservissement en mode déplacement (pilotage par le vérin) est utilisé au début de l'essai pendant la mise en place du rhéomètre annulaire dans la presse. La position de départ du vérin est notée puisqu'elle permet à l'échantillon de retrouver les conditions géométriques initiales après une séquence de chargement.

3.2.3 Extensomètre

Pour mesurer le déplacement du cylindre interne par rapport au cylindre externe, trois extensomètres sont installés de façon uniforme autour de l'éprouvette (à 120 degrés). Ils sont fixés au RCA à l'aide de ressorts pouvant se coller aux tiges d'aluminium liées aux deux

cylindres du RCA (voir Figure 3.11). Les extensomètres mesurent ainsi le déplacement entre le bord intérieur et le bord extérieur de l'échantillon. La déformation moyenne des extensomètres est donnée par la formule suivante :

$$\varepsilon_{\text{ext moy}} = \sum_1^3 \varepsilon_{\text{ext } i} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (3.11)$$

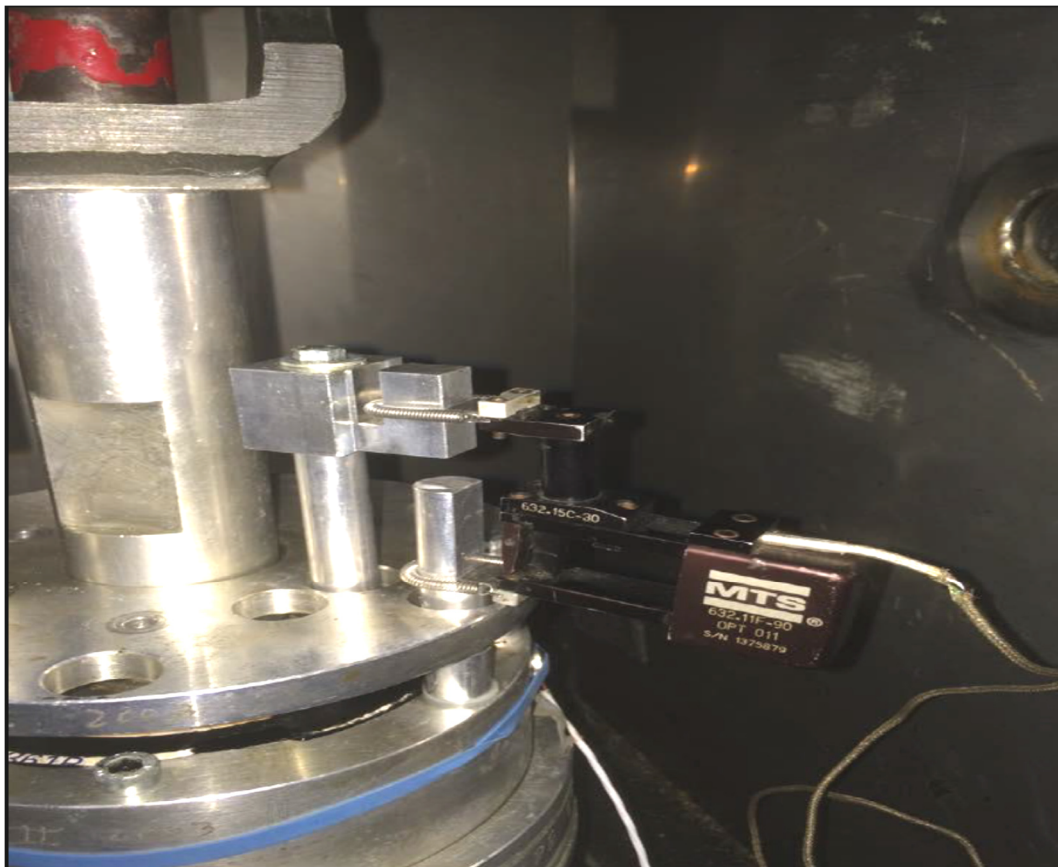


Figure 3.11 Extensomètre fixé sur les tiges du RCA

Les extensomètres ont les caractéristiques suivantes :

- une longueur initiale $l_0 = 50\text{mm}$;
- une précision de mesure de déplacement de $\pm 0.5\mu\text{m}$;
- une plage de mesure de $-2000\mu\text{m}$ à $+2000\mu\text{m}$.

La déformation des extensomètres ε_{ext} est relié à la distorsion γ du RCA par la formule suivante :

$$\gamma = \frac{\Delta l}{e} = \frac{\varepsilon_{ext} \cdot l_0}{e} = 10\varepsilon_{ext} \quad (3.12)$$

On considère généralement que l'amplitude minimale de déplacement que l'on peut mesurer avec un capteur de déformation est égale à 10 fois sa précision (Delaporte, 2003). Les extensomètres permettent ainsi de mesurer au mieux des déplacements d'amplitude 5 μm , ce qui correspond à une distorsion γ sur l'échantillon de 0.1%.

3.2.4 Enceinte thermique

L'essai de cisaillement annulaire est réalisé selon des conditionnements thermiques variés, en conditions contrôlées. Il est possible ainsi de représenter le climat que subit la chaussée durant toutes les saisons. Dans ce sens, l'éprouvette du RCA est mise dans une enceinte thermique capable de réguler la température sur une plage de -57°C à 94°C . Un ventilateur, fixé sur la face arrière dans la partie supérieure de l'enceinte (voir Figure 3.12), permet d'homogénéiser la température de l'enceinte. Le conditionnement thermique se fait par le logiciel Labview® et la température est contrôlée et est enregistrée à l'aide d'une sonde, placée dans l'enceinte et reliée à un ordinateur.

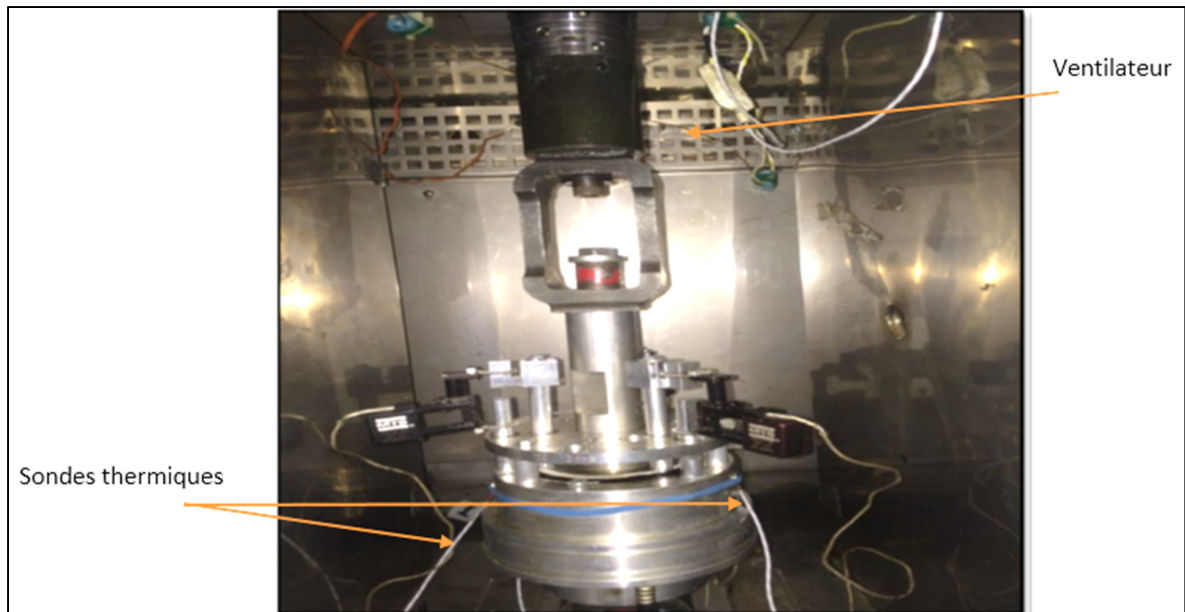


Figure 3.12 RCA mis dans l'enceinte thermique de la presse MTS 810

3.2.5 Pilotage, acquisition et traitement des données

Le pilotage est commandé par le logiciel TestWare® à partir d'un ordinateur connecté à la presse MTS. Il permet de générer des signaux qui permettent d'envoyer plusieurs types de fonctions à la presse (sinus, carré, triangle), en spécifiant l'amplitude et la fréquence du signal. Selon la température de l'échantillon, le pilotage de la presse peut être soit en mode force, en mode déplacement ou bien en mode déformation.

L'acquisition est effectuée par le logiciel qui enregistre, à chaque pas de temps défini par l'opérateur, plusieurs données sous formes numériques telles que : la force, les déformations des extensomètres ou encore la température dans les capteurs de températures. À chaque couple (T, f) , le logiciel est programmé à enregistrer 100 points par cycle. Ces données sont appelées « Données brutes ». Elles sont regroupées, dans un fichier Excel, en 8 colonnes incluant : le temps, la force enregistrée par le capteur de force, les déplacements des extensomètres, la température moyenne et le nombre de cycles de sollicitations (voir Figure 3.13).

	A	B	C	D	E	F	G	H
419	Time	Force 100 kN	Capteur1	Capteur2	Capteur3	SRTD(C) moy	Force 5 kN	Axial Segment
420	Sec	N	micron	micron	micron	deg_C	N	cycles
421	1629,4454	5,5626631	-374,33447	-366,80258	-382,92093	24,138632	207,03398	35,5
422	1629,4553	8,1483126	-373,78293	-365,90625	-382,02444	24,148092	195,31253	35,5
423	1629,4652	17,629028	-373,23135	-365,07886	-381,40381	24,144037	171,86963	35,5
424	1629,4756	12,457728	-372,5419	-363,83777	-380,23151	24,125565	166,18127	35,5
425	1629,4855	23,662209	-371,71451	-362,73462	-379,33502	24,141809	176,17899	35,5
426	1629,4954	32,281071	-370,88718	-361,63141	-378,09378	24,130976	205,31023	35,5
427	1629,5052	38,314255	-369,92194	-359,90771	-376,78357	24,144297	213,75656	35,5
428	1629,5155	48,656853	-369,02563	-358,45978	-375,33542	24,145605	164,80228	35,5
429	1629,5255	39,176136	-367,85358	-356,73605	-373,74933	24,133461	165,14703	35,5
430	1629,5354	48,656853	-366,54358	-355,15024	-372,23224	24,148275	165,66417	35,5
431	1629,5453	46,933086	-365,23361	-353,35757	-370,50827	24,137512	179,79884	35,5
432	1629,5555	42,623669	-363,7168	-351,35803	-368,64636	24,142929	163,94041	35,5
433	1629,5654	52,966267	-362,26895	-349,63434	-366,71552	24,145605	164,28517	35,5
434	1629,5753	46,071201	-360,6832	-347,49692	-364,85361	24,138695	164,45755	35,5
435	1629,5852	50,380619	-359,02847	-345,63531	-363,06067	24,149588	164,80228	35,5
436	1629,5956	51,2425	-357,37375	-343,56686	-360,92291	24,13875	171,00777	35,5
437	1629,6055	48,656853	-355,65012	-341,56732	-358,9231	24,14168	143,60025	35,5
438	1629,6154	53,828152	-353,92645	-339,77466	-356,99225	24,140238	163,59567	35,5
439	1629,6252	52,966267	-352,34073	-337,43039	-354,92346	24,126745	164,45755	35,5
440	1629,6356	55,551945	-350,41022	-335,43088	-352,64783	24,148214	203,24173	35,5

Figure 3.13 Fichier de données brutes

Le fichier de données brutes est analysé au moyen de macros Excel programmées en VBA (Visual Basic for Applications). Les macros fonctionnent par calcul itératif en utilisant la méthode des moindres carrés sur des sections de 2 cycles consécutives, soit 400 points. L'objectif est d'avoir une fonction sinusoïdale approchée parfaitement arrimée aux points mesurés expérimentalement (Figure 3.14) selon la relation type suivante :

$$X(t) = X_0 + X_A \sin(\omega t + \varphi) \quad (3.13)$$

Avec

X Signal de contrainte de cisaillement, de distorsion, de déformation ou de force

X₀ Moyenne du signal X

X_A Amplitude du signal X

ω Pulsation en rad. s⁻¹

φ retard temporel ou angle de phase

Pour chaque 200 point, un critère de qualité, noté IQ_x , permet d'évaluer l'écart relatif entre les points expérimentaux de la grandeur X (déformation ou contrainte de cisaillement) et la sinusoïde des moindres carrés. L'expression de IQ_x (en pourcent) est donnée par l'équation (3.14). X_i^m désigne la grandeur mesurée au point d'acquisition i ($i \in [0 ; 200]$), X_i^c désigne la grandeur calculée (moindres carrés) et A_i^c désigne l'amplitude de la grandeur sur les 200 points.

$$IQ_x = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{200} \frac{|X_i^m - X_i^c|}{A_i^c} \quad (3.14)$$

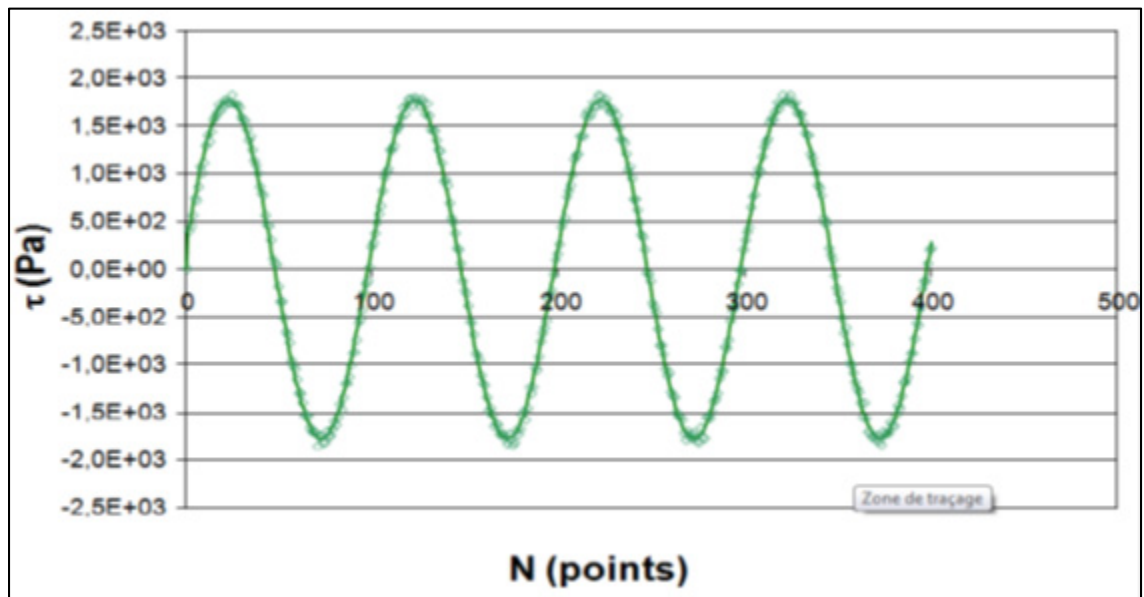


Figure 3.14 Exemple de signal de contrainte de cisaillement approché par la méthode des moindres carrés

3.2.6 Procédure expérimentale

3.2.6.1 Préparation de l'échantillon

Chauffage

Le matériau bitumineux est chauffé au préalable à l'étuve pendant 3 h, à la température préconisée par le fabricant des corps d'épreuve (150 °C pour le PG 58-28 et 170 °C pour le PG70-28), afin de le ramollir, et par conséquent, le rendre apte au malaxage et au coulage. Il est important de chauffer tout le matériel utilisé pour confectionner le corps d'épreuve (le moule RCA, les fillers, les béciers...). De cette façon, il est possible d'éviter les chocs thermiques lors de la préparation de l'éprouvette.

Pour les mastics, le mélange bitume-filler se fait sur une plaque chauffante capable de maintenir le mélange à une température minimale de 160 °C. Le malaxage peut se faire manuellement à l'aide d'une tige en verre ou mécaniquement par le biais d'un malaxeur à hélice. L'objectif du malaxage est de produire l'énergie mécanique nécessaire pour cisailer l'ensemble des particules que l'on souhaite introduire dans le mastic et le rendre ainsi homogène. Après le malaxage, le mélange est replacé dans l'étuve (le mélange est couvert pour empêcher les risques de vieillissement) pendant 20 minutes afin d'évacuer les bulles d'air créées lors du malaxage.

Coulage

L'échantillon du RCA est coulé à chaud immédiatement après l'avoir sorti de l'étuve. Le coulage doit être progressif et continu pour obtenir un échantillon continu et homogène. Un disque en papier est placé à la base du moule, entre la plaque de fixation et les cylindres, pour éviter que le matériau bitumineux adhère à cette plaque.

Lors du coulage, il faut s'assurer que le mélange bitumineux déborde des deux côtés des cylindres afin que l'échantillon ait les dimensions demandées (hauteur 40mm). Le moule est

replacé encore dans l'étuve pour permettre à l'échantillon de bien se mettre en place. On peut aussi ajouter des séquences de vibrations après coulage pour évacuer l'air retenu dans l'échantillon.

Refroidissement

L'éprouvette est refroidie à température ambiante pendant 6h. Ensuite, à l'aide d'une spatule chauffée avec une torche au propane, il faut araser le bitume débordant aux bords des cylindres du RCA afin d'obtenir un échantillon bien net aux extrémités et par conséquent réduire les effets de bords. L'éprouvette est mise par la suite dans un réfrigérateur à -5°C , afin de conserver les propriétés rhéologiques de l'échantillon.

3.2.6.2 Montage du RCA sur la presse

Pour réaliser le montage de la cellule du RCA dans la presse, il s'agit d'abord de fixer les extensomètres aux tiges du RCA tout en gardant les goupilles de sécurités branchées. Ensuite, il faut impérativement s'assurer de garder l'échantillon intact pendant tout le processus d'installation. Pour ce faire, la plaque de fixation (voir Figure 3.9) qui solidarise le cylindre plein au cylindre creux est mise en position basse. Dans ces conditions, les charges sont reprises totalement par le squelette du RCA et ce dernier peut être manipulé ainsi sans crainte d'endommager le corps d'épreuve.

Par la suite, le montage du RCA consiste à placer la cellule dans l'enceinte thermique et la solidariser au vérin de la presse afin de solliciter l'échantillon. Dans cette optique, la presse est pilotée en mode déplacement. Le montage commence par fixer la base du RCA à l'embase de la presse. La cellule de charge va alors afficher le poids de l'éprouvette. Il faut donc remettre à zéro la cellule de charge pour ne pas prendre en considération le poids de l'éprouvette lors des sollicitations qui seront appliquées pour les essais. Ensuite il faut approcher le vérin le plus possible de l'axe de transmission du cylindre interne, sans le toucher, afin de vérifier l'alignement de l'axe de révolution du RCA à celui du vérin de la presse de sorte que le

boulonnage entre le vérin et l'axe du RCA puisse se faire aisément. Un problème d'alignement entre le vérin et le RCA peut engendrer une déformation de la géométrie de l'échantillon ou la création de moments parasites. Le cas échéant, les hypothèses de calcul ne seront plus valables dans ces conditions. Par la suite, et pour éviter les risques de mauvaises manipulations, la presse est pilotée en mode CLC Pod (Control limited chanel). Le mode CLC Pod permet de contrôler le vérin de la presse sans soumettre de force excessive au RCA dans le cas d'une mauvaise exécution. Dans ces conditions, le raccord entre le cylindre plein et le vérin peut se faire sans crainte de créer des tensions dans le montage.

Après avoir fixé la cellule de RCA dans la presse, celle-ci doit être pilotée maintenant en mode « déplacement imposé » afin de maintenir fixe la position du vérin. De cette manière, il est possible de mettre la plaque de fixation en position haute à l'aide de cale en aluminium. Ainsi, les deux cylindres du RCA sont ainsi désolidarisés et l'éprouvette de bitume ou mastic peut alors être sollicitée.

Le reste du processus de montage consiste à brancher les extensomètres et les capteurs de températures au système TestWare. Après coup, les goupilles de protection des extensomètres sont enlevées et la valeur mesurée est remise à zéro. Finalement, il faut brancher le système de mise en pression d'air pour empêcher le fluage du matériau à haute température sous l'effet de son poids propre. L'échantillon est ainsi prêt pour l'essai de cisaillement annulaire.

3.2.6.3 Mise en température de l'éprouvette

L'essai de cisaillement annulaire se déroule sur neuf températures différentes. L'éprouvette doit être conditionnée pour un temps suffisant. On peut ainsi avoir une température homogène au sein de l'échantillon. Les essais réalisés par Delaporte (2007) (Figure 3.15), dans le but de calculer le temps nécessaire pour la stabilisation du module de cisaillement lorsque l'échantillon est conditionné à une température donnée, ont montré que le module se stabilise après 180 minutes de la mise en température de l'enceinte thermique. Il faut donc prévoir un

délai de 4h environ (1h pour atteindre une température plus 3h pour la stabilisation de celle-ci dans le RCA) entre chaque séquence de sollicitation du RCA.

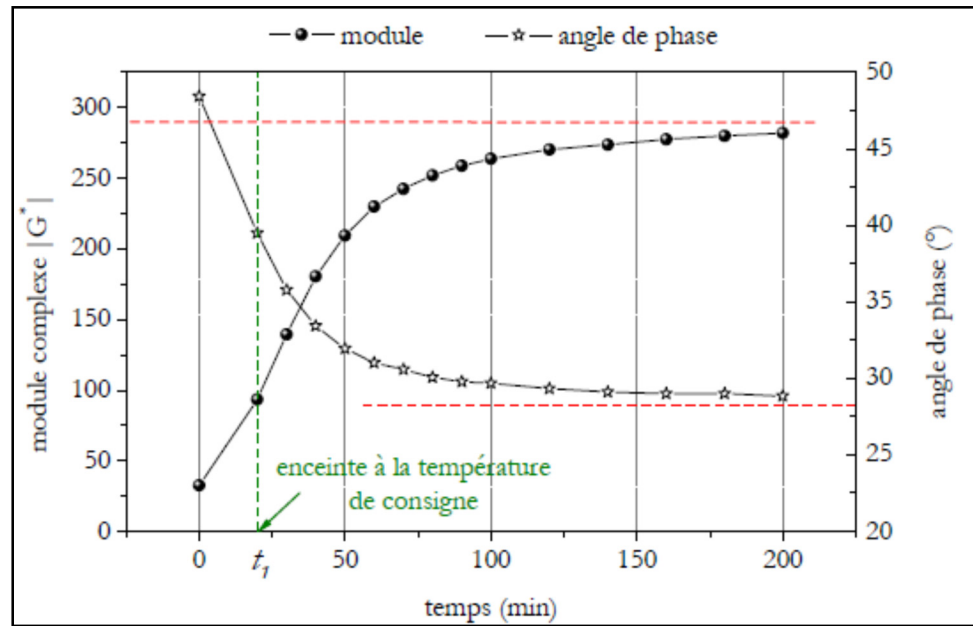


Figure 3.15 Évolution du module complexe (norme et angle de phase) en fonction du temps à la suite d'un échelon de température $T = -15^\circ\text{C}$
Tirée de Delaporte (2003)

CHAPITRE 4

GÉNÉRALITÉ ET DESCRIPTION DES MATÉRIAUX

4.1 Généralités et définitions

Dans ce chapitre, il est question de décrire les caractéristiques des matériaux utilisés lors de ce projet ainsi que la nomenclature et la liste des essais réalisés.

4.1.1 Concentration volumique des fillers C_f

La concentration volumique des fines caractérise le pourcentage volumique des fillers dans un mastic bitumineux. Elle est définie par la formule suivante :

$$C_f = \frac{V_{\text{filler}}}{V_{\text{mastic}}} = \frac{V_{\text{filler}}}{V_{\text{bitume}} + V_{\text{filler}}} \quad (4.1)$$

L'effet de la concentration des fillers n'est pas étudié dans cette recherche. Les études trouvées dans la littérature (Delaporte 2007, Alberola et Mele 1996) suggèrent que l'effet des fines sur le mastic est négligeable quand la teneur en filler est inférieure à 25%. La concentration de filler retenue pour cette campagne expérimentale est invariable pour tous les essais. Elle correspond à la concentration de fillers usuellement utilisée dans les enrobés conventionnels à savoir le ESG 10. Cette concentration a été calculée en se basant sur les formulations usuelles d'un ESG 10 et elle est estimée à 40% volumique.

4.1.2 Coefficient d'uniformité C_u

Le coefficient d'uniformité C_u est défini pour caractériser l'allure des courbes granulométriques des fillers utilisés dans ce projet (Delaporte 2007), il est représenté par l'équation suivante :

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad (4.2)$$

Où d_{60} et d_{10} représentent respectivement le diamètre des particules correspondant à 60 % et à 10% passant en poids. La granulométrie est dite étalée si le C_u est supérieur à 3, dans le cas contraire elle est dite serrée (Delaporte 2007).

4.1.3 Nomenclature des essais

La nomenclature adoptée dans ce projet est réalisée de façon à faciliter la connaissance des matériaux utilisés dans un essai ainsi que les caractéristiques relatives à cet essai. La dénomination présentée ci-dessous a été utilisée. Le nom d'un essai se compose d'un ensemble de caractère qui révèle :

- la nature de l'essai;
- le type de bitume utilisé;
- la nature du filler utilisé;
- l'allure de la courbe granulométrique et la classe granulaire;
- la concentration volumique des fillers.

Cette campagne expérimentale inclut deux types d'essais : l'essai de cisaillement annulaire noté **RCA** et l'essai de module complexe noté **MC**. Les types de bitumes utilisés sont notés selon le grade de performance PG : PG70-28 et PG 58-28. Les fillers utilisés sont notés de la façon suivante :

Tableau 4.1 Symbole des fillers utilisés pour la nomenclature des essais de cisaillement annulaire

Nature du filler	Symbole
Calcaire	C
Verre post-consommation	V
Verre micronisé Verrox	Vx
Chaux hydratée	Ch
Verre composé	Vc

L'allure de la courbe granulométrique : **E** pour une granulométrie étalée et **S** pour une granulométrie serrée. La classe granulaire représente le diamètre maximal et le diamètre minimal (en micron μm) des fillers utilisés par exemple : V 38/80. La concentration des fillers est constante et est égale à 40%

L'exemple suivant montre la notation adoptée pour notre projet : il s'agit d'un essai effectué par le RCA sur un mastic fabriqué à partir d'un bitume PG 70-28 et d'un filler de verre de classe granulaire 38/80 μm . La granulométrie du filler est serrée et sa concentration volumique est de 40%. Le nom de l'essai s'écrit alors de la façon suivante :

RCA-PG 70 28-V-38/80-S-40

Les essais réalisés dans ce projet sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.2 Liste des essais

	Bitume	Filler	Taille filler	Étalement	Nom de l'essai	Presse
1	PG 70-28	--	--	--	RCA-PG 70-28	MTS
2	PG 70-28	C	0-80	Étalé	RCA-PG 70-28-C-0/80-E-40	MTS
3	PG 70-28	V	80-160	Serré	RCA-PG 70 28-V-80/160-S-40	MTS
4	PG 70-28	V	38-80	Serré	RCA-PG 70 28-V-38/80-S-40	MTS
5	PG 70-28	V	0-38	Serré	RCA-PG 70 28-V-0/38-S-40	MTS
6	PG 70-28	V	0-160	Étalé	RCA-PG 70 28-V-0/160-E-40	MTS
7	PG 70-28	Vx	0-38	Serré	RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40	LDK
8	PG 70-28	Vx	0-38	Serré	RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40	MTS
9	PG 70-28	Vx	0-38	Serré	RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40	MTS
10	PG 70-28	Vx	0-80	Étalé	RCA-PG 70 28-Vx-0/80-S-40	MTS/L DK
11	PG 70-28	Vx+Ch	0-38	Serré	RCA-PG 70 28-Vx + Ch-0/38-S-40	MTS
12	PG 70-28	Vc	--	Serré	RCA-PG 70 28-Vc-S-40	MTS
13	PG 70-28	Vc+Ch	--	Serré	RCA-PG 70 28-Vc+ Ch-S-40	MTS
14	PG 58-28	--	--	--	RCA-PG 58-28	LDK
15	PG 58-28	C	0-80	Étalé	RCA-PG 58 28-C-0/80-E-40	LDK
16	PG 58-28	Vx	0-80	Étalé	RCA-PG 58 28-Vx-0/80-E-40	LDK
17	PG 58-28	Vx	0-38	Serré	RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40	LDK
18	PG 58-28	Vx+ch	0-38	Serré	RCA-PG 58 28-Vx + Ch-0/38-S-40	MTS
19	PG 70-28	C+Ch	0-80	Étalé	MC-ESG 10-PG 70 28-C+Ch-0/80-40	MTS
20	PG 70-28	Vx	0-38	Serré	MC-ESG 10-PG 70 28-Vx -0/38-40	MTS
21	PG 70-28	V+Ch	38-80	Serré	MC-ESG 10-PG 70 28-V+Ch-38/80-40	MTS

4.2 Les bitumes

Deux liants ont été choisis lors de ce projet pour réaliser les essais de cisaillement annulaire. Ils sont fournis par la société Bitumar de Montréal. Le choix du grade de performance du bitume est basé sur les recommandations du MTMDET en ce qui concerne la zone climatique 1 incluant la région de Montréal, Laval et de la Montérégie.

Le premier est un bitume de grade PG 58-28. Il est issu de la distillation directe du pétrole sans ajout de polymère. Le deuxième est un bitume de grade PG 70-28. C'est un liant modifié par l'ajout de polymères de types élastomères introduits pendant la fabrication. L'ajout de polymère change les propriétés rhéologiques du bitume à haute température et réduit sa susceptibilité cinétique et thermique. Cependant, à basse température ou hautes fréquences, le comportement est semblable à celui du PG 58-28. Les caractéristiques techniques des bitumes sont données dans le Tableau 4.3.

Tableau 4.3 Caractéristiques techniques des bitumes

Classe de bitume		PG 70-28	PG 58-28
Polymère		SBS	S.O
Fournisseur		Bitumar	Bitumar
Lieu de fabrication		Montréal	Montréal
Essais de caractérisation	Normes	Résultats	
Masse volumique (g/cm ³) à 25°C	AASHTO T228	1,021	1,021
Viscosité Brookfield (Pa.s) à 135°C	AASHTO T316	0,908	0,339
Viscosité Brookfield (Pa.s) à 165°C		0,251	0,122
TBA moyenne (°C)	ASTM D36	57,0	43,0
Température élevée de caractérisation T _e (°C)	AASHTO T315	73,5	62,2
Température basse de caractérisation T _b (°C)	AASHTO T313	-32,9	-31,8
Module de rigidité S _c (60) MPa	Recommandations du fournisseur	58	76
Température d'entreposage (°C)		133-175	110-175
Température de malaxage (°C)		156-170	147-161

Les certificats et attestations de conformités, fournis par les fabricants, sont donnés en annexe I.

4.3 Le filler de calcaire (C)

Le filler de calcaire provient de la carrière Saint-Philippe et est fourni par la société DJL®, les propriétés physico-chimiques de ce filler sont présentées dans le Tableau 4.4. Le filler est tamisé au tamis 80 μm . La courbe granulométrique est obtenue par sédimentométrie et par un granulomètre laser.

Tableau 4.4 Propriétés physico-chimiques du filler de calcaire DJL

Propriétés physico-chimiques	
Résistance à la compression	65/81 MPa
Densité	2,7
Absorption	0,15%
Humidité résiduelle sur fraction sèche	<0,4%
Porosité	0,642%

Les courbes granulométriques du filler de calcaire, réalisées par sédimentométrie et au granulomètre laser, sont présentées dans la Figure 4.1.

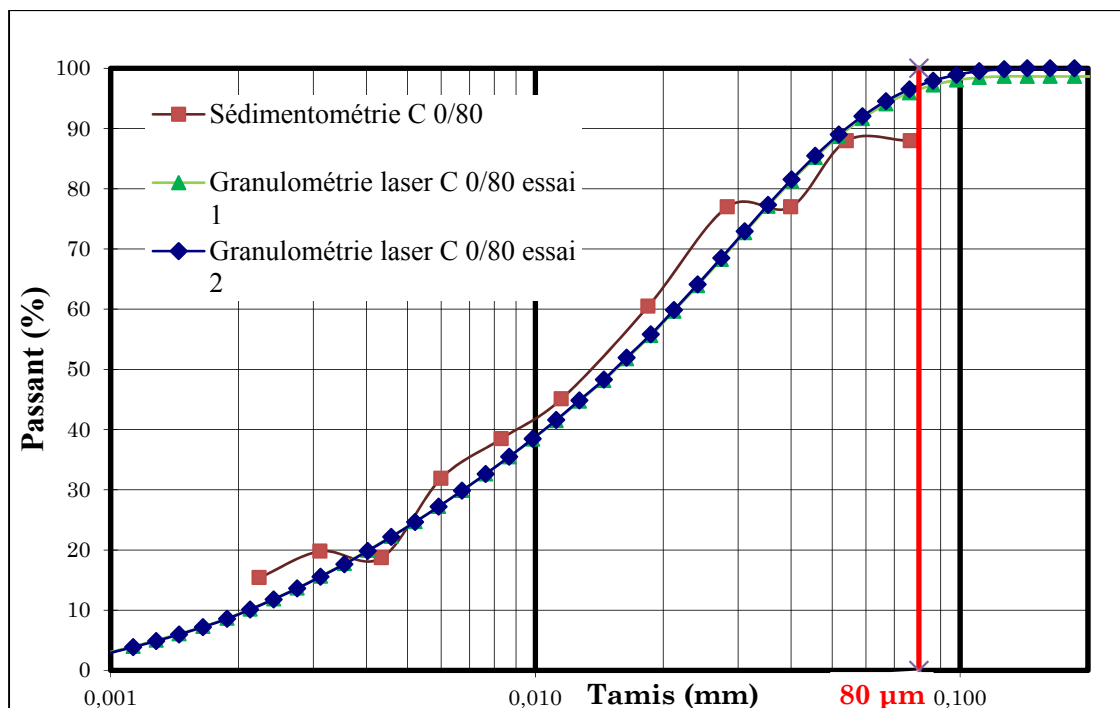


Figure 4.1 Résultats des essais de granulométrie du filler de calcaire

Le filler de calcaire a été tamisé au tamis 80 μm avant d'effectuer les essais de granulométrie. Le diamètre maximal est donc inférieur à 80 microns. Les coefficients d'uniformité des courbes varient de 10 à 14. Les granulométries obtenues sont ainsi de nature étalée (E).

Il est possible de voir à la Figure 4.1 une légère différence entre la courbe obtenue par sédimentométrie et celles obtenues par granulométrie au laser. La fraction fine dans la courbe de l'essai de sédimentométrie est légèrement plus importante que celle de l'essai au granulomètre laser. Cette différence peut être due aux conditions particulières de chaque essai. En effet, la technique de dispersion des fillers lors des essais est différente. L'essai de sédimentométrie utilise une solution dispersante à base d'hexamétophosphate de sodium ($\text{Na}_6(\text{PO}_3)_6$) tandis que l'essai au granulomètre laser fonctionne par ultrasons sonores. Il semble a priori que l'hexamétophosphate présente un meilleur potentiel de dispersion des fillers de calcaire que la technique par les ultrasons.

On constate aussi que la répétabilité de l'essai au granulomètre est très bonne et que 97% des fines sont inférieures à 80 μm . L'existence de particules supérieures à 80 μm malgré le

tamissage mécanique au tamis 80 μm est anormale. Ceci peut dériver d'une défaillance du tamis ou encore d'une agglomération de filler susceptible de se produire lors de cet essai.

Enfin le filler de calcaire est pris comme filler de référence dans cette étude. La granulométrie 0/80 μm est basée sur l'état usuel des fillers utilisés dans les enrobés conventionnels au Québec (ESG 10).

4.4 Le filler de verre post-consommation (V)

Le filler de verre post-consommation est fourni par le centre de tri TRICENTRIS®. Il provient du broyage de contenant de verre collecté partout au Québec. Le diamètre maximal des grains est environ 200 μm . Ce filler est tamisé mécaniquement en plusieurs classes granulaires à savoir : 0/38 μm , 38/80 μm et 80/160 μm .

Les courbes granulométriques du filler de verre post-consommation, réalisées par sédimentométrie et au granulomètre laser, sont présentées à la Figure 4.2.

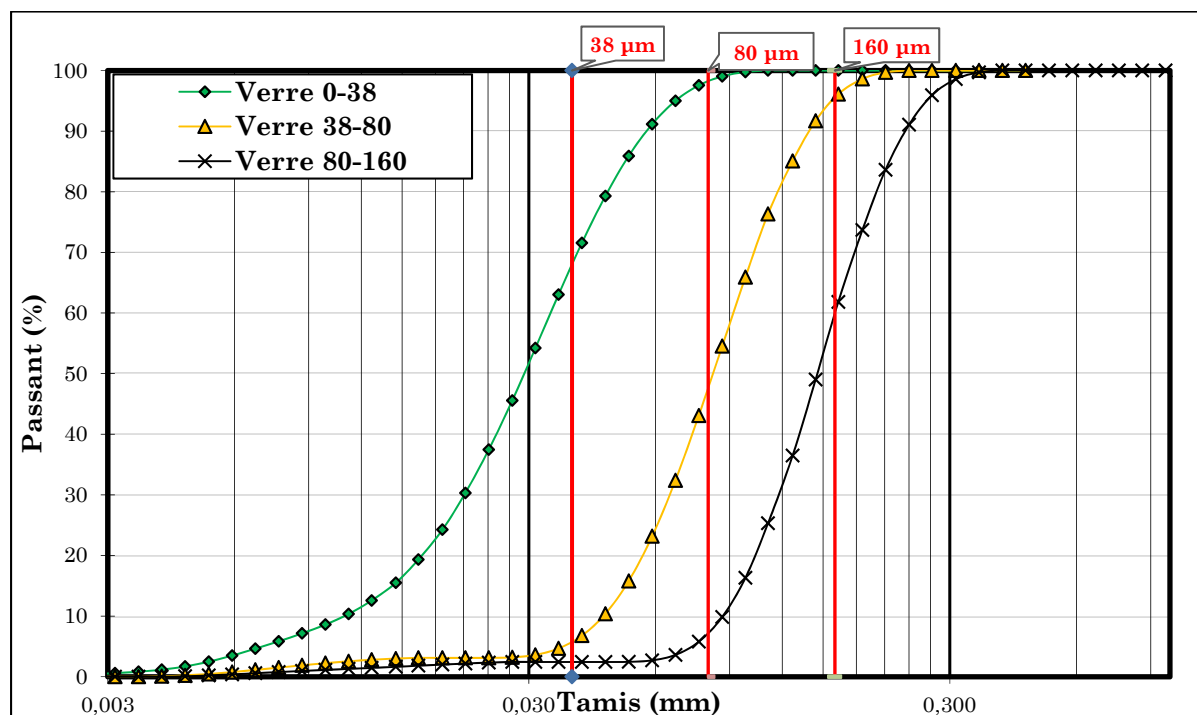


Figure 4.2 Résultats des essais de granulométrie laser du filler de verre post-consommation

Le filler de verre post-consommation a été tamisé, à des tamis dont la maille varie de 38 μm à 160 μm , avant d'effectuer les essais de granulométrie. Ceci nous permet de construire des courbes de nature serrée ou étalée avec un diamètre maximal allant de 38 μm à 160 μm . Les coefficients d'uniformité des courbes varient de 2,8 à 2,95.

À partir de ce filler de verre recyclé, quatre granulométries supplémentaires sont construites :

- une courbe granulométrique avec des particules très fines, obtenue par tamisage du filler de verre recyclé au tamis 38 μm . Seuls les fillers passant ce tamis sont pris pour le filler de verre 0/38. La courbe construite ainsi est de nature serrée avec un coefficient d'uniformité $C_u = 2,36$. Le diamètre maximal est proche de 38 μm ;
- un filler verre 38/80 qui possède une courbe granulométrique de nature serrée, caractérisée par un coefficient d'uniformité $C_u = 2,15$. le filler est obtenu par tamisage du filler de verre recyclé au tamis 80 μm et au tamis 38 μm . Seule la fraction granulaire retenue entre ces deux tamis est conservée. Le diamètre maximal est ainsi proche de 80 μm ;
- une courbe granulométrique de nature serrée avec des particules plus grossières. Elle est construite à partir des fillers de verre recyclé passants le tamis 160 μm et retenus au tamis 80 μm . Le coefficient d'uniformité $C_u = 1,88$. Le filler produit est le verre 80/160 ayant un diamètre maximal proche de 160 μm ;
- une courbe granulométrique étalée construit à partir des fillers de verre passant au tamis 160 μm . Le coefficient d'uniformité $C_u = 6,3$.

Il est important de signaler aussi que malgré le tamisage mécanique on trouve des particules de diamètre supérieur à celui de la maille du tamis. Par exemple, pour le verre 38/80, on constate d'après la Figure 4.2 que 50% des fillers ont un diamètre supérieur à 80 μm . La raison de cette anomalie peut provenir de deux causes : 1) une défaillance mécanique du tamis et ainsi certaines mailles peuvent devenir l à force d'usage. 2) l'existence de particules de verre de forme plate ou allongée. Ces particules possèdent une dimension très supérieure aux autres comme une « banane » et peuvent ainsi passer à travers le tamis 80 μm . Pour vérifier cette hypothèse, le filler de verre 38/80 a été scanné au microspore. L'image prise est présentée sur la Figure 4.3. On peut effectivement voir d'après la Figure 4.3 que le filler de verre présente

des formes de types plates ou allongées. Lors du tamisage, il est possible que ces particules passent à travers un tamis inférieur à leur dimension la plus grande. Cependant, pendant l'essai au granulomètre laser, ces mêmes particules vont être considérées selon leur dimension la plus grande. D'où la présence de l'anomalie dans les courbes de granulométrie des fillers de verre.

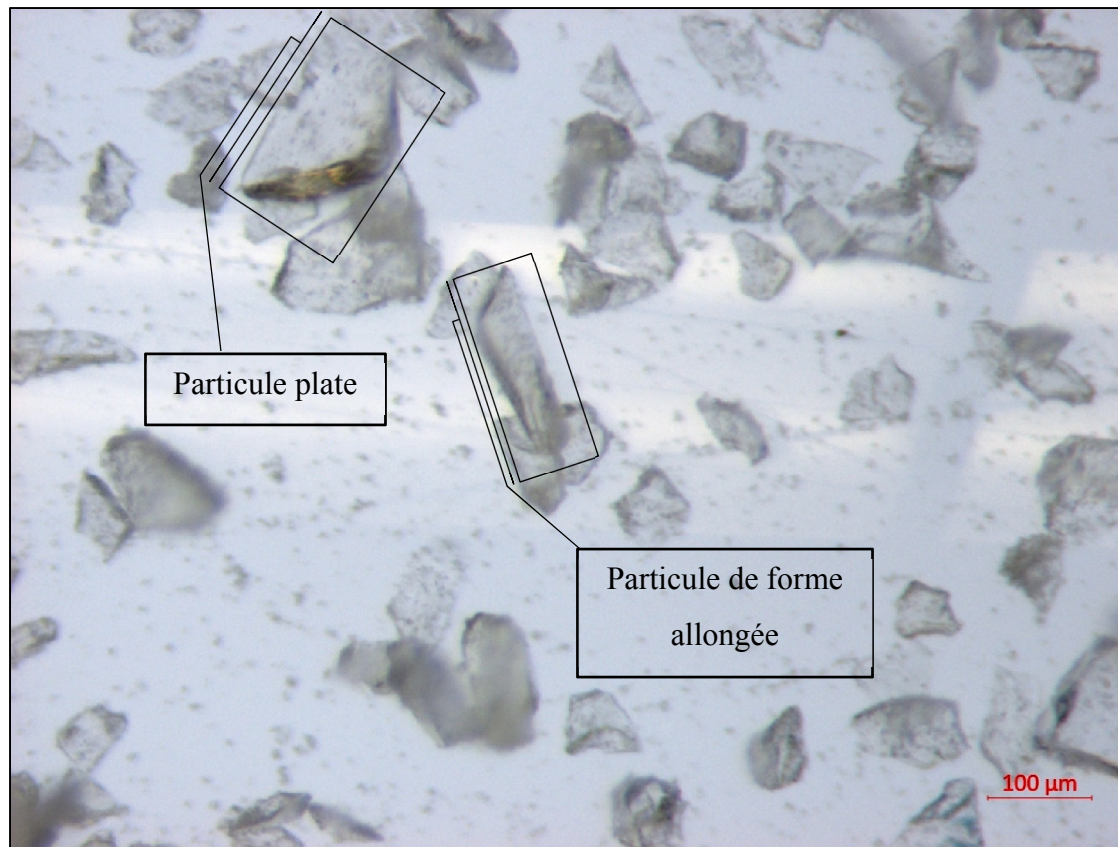


Figure 4.3 Image au microscope du filler de verre 38-80

Le filler de verre post-consommation est récupéré directement des centres de tri sans processus industriel supplémentaire. La fabrication de ces fillers est effectuée par tamisage du verre broyé au tamis 256 μm . C'est en effet le moyen le plus facile pour obtenir des fillers de verre post-consommation. Ce filler de verre est pris dans cette étude pour sa facilité d'usage et d'obtention.

4.5 Le filler de verre micronisé Verrox (Vx)

Le Verrox® est un filler conçu par la société Tricentris dans son usine de micronisation du verre recyclé. « VERROX est un ajout cimentaire qui se distingue par ses propriétés pouzzolaniques qu'il tire de sa haute teneur en bioxyde de silicium amorphe (SiO_2) » [Verrox.ca consulté 25/09/2017]. Ces fillers possèdent une grande surface spécifique ainsi qu'une grande énergie de surface. Le diamètre maximal des particules est environ 80 μm . Ce filler est tamisé mécaniquement en plusieurs classes granulaires à savoir : 0/38 μm et 38/80 μm . Les courbes granulométriques du filler de verre micronisé (Verrox), réalisées par sédimentométrie et au granulomètre laser, sont présentées à la Figure 4.4.

Les courbes construites sont de nature serrée ou étalée avec un diamètre maximal allant de 38 μm à 80 μm . Les coefficients d'uniformité des courbes varient de 2,8 à 5,96.

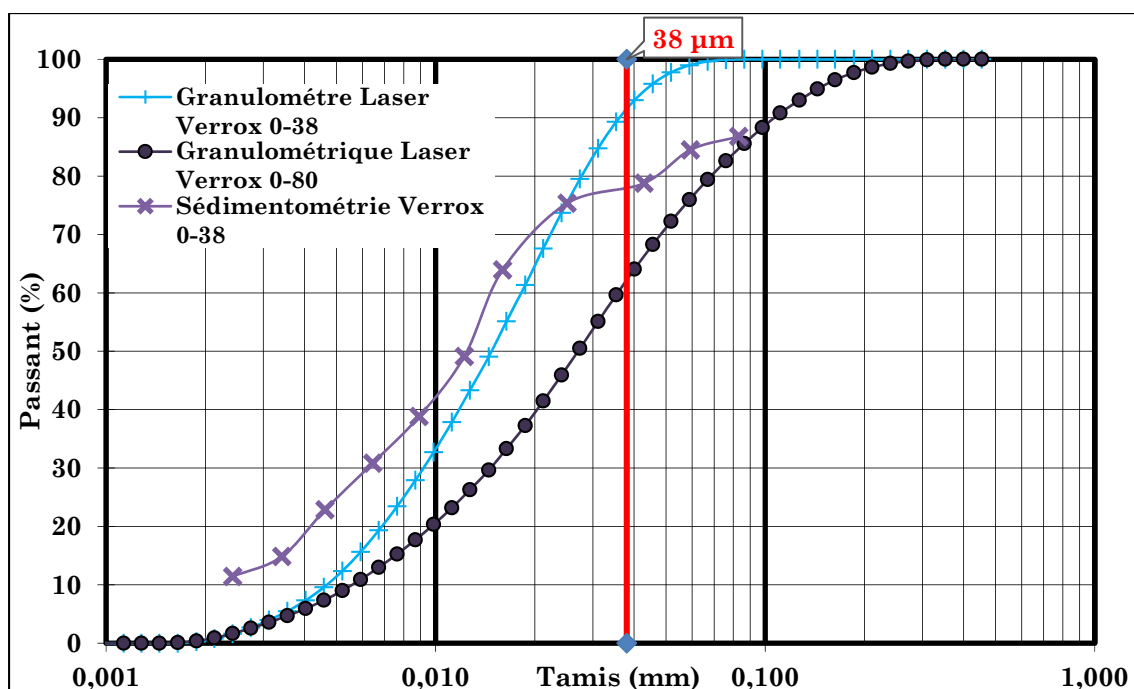


Figure 4.4 Résultats des essais de granulométrie du filler de verre micronisé Verrox

Le filler de verre micronisé a permis de construire deux granulométries :

- une courbe granulométrique avec des fillers très fins, obtenue par tamisage du filler de verre micronisé au tamis 38 μm . Seuls les fillers passant ce tamis sont pris pour le filler verrox 0-38. La courbe construite ainsi est de nature serrée avec un coefficient d'uniformité $C_u = 2,96$;
- une courbe granulométrique étalée construite à partir des fillers de verre micronisé passant le tamis 80 μm . Le coefficient d'uniformité $C_u = 5,96$;

4.6 Caractéristiques des granulats de l'enrobé ESG 10

Les granulats qui ont servi pour la confection de l'enrobé ESG 10 sont fournis par la société DJL et proviennent de la carrière de Saint-Philippe. Les caractéristiques techniques comme la granulométrie, l'absorption ou encore la densité ont été déterminées dans les laboratoires de l'ÉTS lors du projet de maîtrise d'Alexandre Bachand (Bachand, 2018). Les caractéristiques intrinsèques quant à eux ont été fournies dans la fiche technique du fabricant (Annexe I). Une synthèse des propriétés physiques des granulats de calcaire est présentée dans le Tableau 4.5.

CHAPITRE 5

PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats expérimentaux de cette étude. En premier lieu, il est question de caractériser les fillers utilisés dans le projet par des essais de granulométrie et des essais au bleu de méthylène. En deuxième lieu, il s'agit de présenter et d'analyser les résultats de l'essai RCA. En dernier lieu, il s'agit de présenter et d'analyser les résultats de l'essai de module complexe sur enrobé bitumineux.

5.1 Caractérisation des matériaux utilisés

5.1.1 Les essais de granulométrie

La Figure 5.1 présente les courbes granulométriques, réalisées par granulométrie laser, des fillers de cette étude.

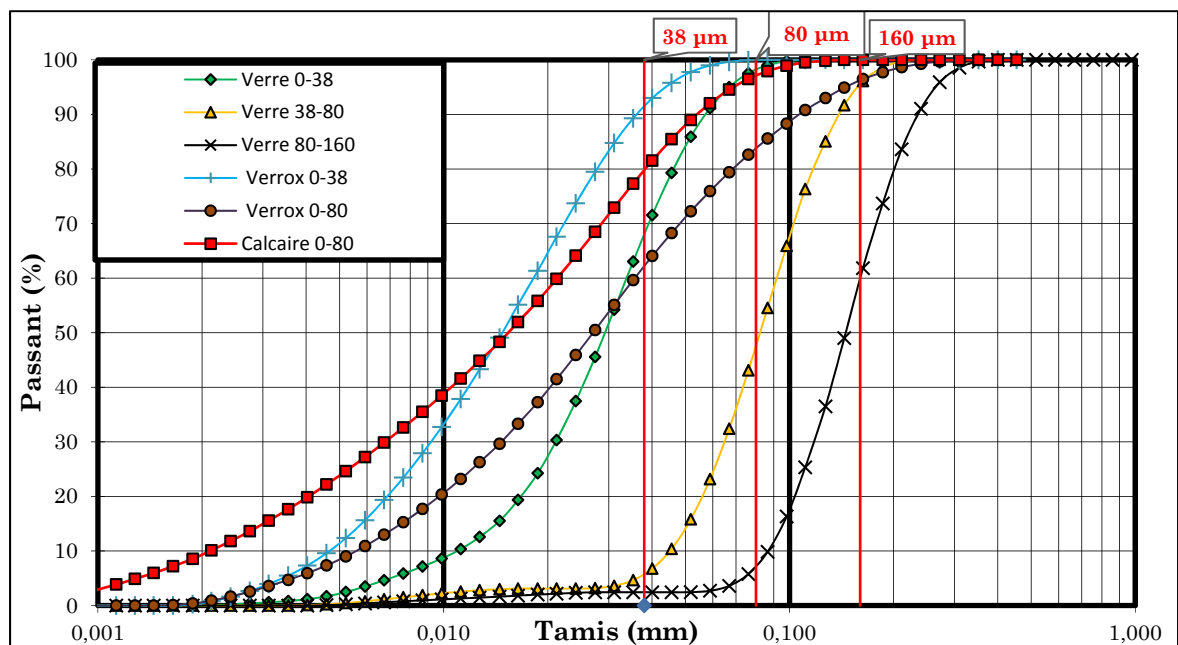


Figure 5.1 Synthèse des résultats de granulométrie laser des fillers utilisés dans le projet

On remarque que le filler de calcaire et le filler de verre micronisé présentent des courbes assez semblables. Cependant le filler de calcaire présente une plus grande fraction de super fine (diamètre < 1 µm) que les fillers de verre post-consommation ou micronisé.

On constate aussi que le filler de verre micronisé possède plus de fractions fines que le filler de verre post-consommation. Ceci est dû au processus de fabrication de ces fillers. D'un côté, le filler de verre post-consommation a été récupéré par tamisage du filler de verre, issu du broyage du verre post-consommation, au tamis 38 µm. Les fines sont le résultat du broyage du verre grossier. D'un autre côté, le filler de verre micronisé est produit de façon à maximiser la quantité de fine (diamètre < 20µm) dans le produit final.

5.1.2 Essai de bleu de méthylène

L'essai de bleu de méthylène est réalisé sur trois fillers : le filler de calcaire (C), le filler de verre post-consommation (V) et le filler de verre micronisé (Vx). L'essai est normalisé selon la norme LC-21-255 « Détermination de la valeur au bleu de méthylène des sols et des granulats ». L'essai a été effectué sur différentes tailles de particules de verre et de calcaire. Les diamètres varient de 0,1 à 38 µm, de 38 à 80 µm et de 80 à 160 µm. L'objectif est d'évaluer la variation de la surface spécifique des fillers selon la nature des fillers et leurs tailles des particules. Ceci permet de comparer les propriétés de la surface des fillers de cette étude et d'avoir une idée sur la différence entre les fillers de verre et les fillers de calcaire.

La surface spécifique est calculée, d'après les données de l'essai au bleu de méthylène, par l'équation suivante :

$$S_s = V_B \times F_C \quad (5.1)$$

$$S_s = \left[\frac{V_{BM}}{M_{filler}} \right] \left[M_{BM} \frac{A_v}{373,91} A_{BM} \right] (m^2/g) \quad (5.2)$$

Où :

V_B	représente la valeur au bleu de méthylène du filler exprimée en fonction de V_{BM} et M_{filler}
V_{BM}	est la quantité de bleu de méthylène adsorbé (ml)
M_{filler}	masse sèche du filler (g)
F_C	est un facteur de conversion exprimé en fonction de M_{BM} , A_v , A_{BM} et le poids moléculaire du bleu de méthylène
M_{BM}	la teneur en bleu de la solution de titrage (g/ml)
A_v	est le nombre d'Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ atomes/mol)
A_{BM}	l'aire couverte par une molécule de bleu de méthylène (130 \AA^2)
373,91	représente le poids moléculaire du bleu de méthylène (mol/g).

Les essais ont été réalisés en utilisant deux dosages de M_{BM} différents. En effet, plus la valeur de M_{BM} est petite plus la précision de la lecture de la valeur au bleu augmente. L'utilisation de deux valeurs de M_{BM} est un moyen de comparer et de vérifier la précision et la répétabilité des résultats.

Le Tableau 5.1 synthétise les résultats obtenus pour les différents essais de bleu de méthylène effectués sur les fillers étudiés. Les résultats montrent que la valeur de la surface spécifique augmente avec la diminution de la taille des particules. Le verre 0/38 possède la plus grande surface spécifique $1,98 \text{ m}^2/\text{g}$ alors que le verre 80/160 a la plus faible surface spécifique $0,26 \text{ m}^2/\text{g}$. Cependant, en réduisant la valeur de M_{BM} , le calcaire 0/38 possède dès lors la plus grande surface spécifique. Par ailleurs, les différences entre la surface spécifique des fillers de verre et celle du filler de calcaire sont faibles.

Le filler de calcaire possède une plus grande fraction de super fine que les autres fillers de verre. Les super fines sont connues pour avoir une très grande surface spécifique. Les résultats du second essai le démontrent (Tableau 5.1).

Tableau 5.1 Résultats des essais de bleu de méthylène pour les fillers utilisés

Filler	M_{filler} (g)	V_{BM} (ml)	M_{BM} (g/l)	S_s (m²/g)
Verre 80/160	15,6	0,2	0,01	0,26
Verre 0/38	14,8	1,4	0,01	1,98
Verrox 38/80	15	1,1	0,01	1,54
Verrox 0/38	14,8	1,2	0,01	1,70
Calcaire 38/80	14,5	1	0,01	1,45
Calcaire 0/38	14,8	1,3	0,01	1,84
Verre 38/80	17,11	2,5	0,002	0,61
Verre 0/38	16,2	5,8	0,002	1,70
Verrox 38/80	16,43	3	0,002	0,77
Verrox 0/38	16,71	4,5	0,002	1,63
Calcaire 38/80	16,6	5,4	0,002	1,36
Calcaire 0/38	16,71	7	0,002	1,76

Les résultats de l'essai montrent aussi que la surface spécifique diminue avec l'augmentation de la taille des particules (filler de verre et filler de calcaire), ce résultat était attendu et concorde avec les résultats prélevés dans la littérature (Taylor 2007, Delaporte 2007, Olard 2003). Dès lors, on peut s'attendre à ce que les fillers de petite taille fixent plus de bitume dans le mélange bitumineux. Delaporte a mis en évidence l'influence de la taille des fillers sur le renforcement des mastics à haute température. Il a accordé cet effet aux caractéristiques de surface des fillers et leurs aptitudes à former des inclusions plus grandes dans la matrice du bitume (Delaporte, 2007).

La différence entre les valeurs de bleu de méthylène des fillers de verre et celles des fillers de calcaires peut être due à la texture de surface de ces fillers. En effet, le verre est formé de strates lisses et peu poreuses. Ceci se traduit aussi sur l'indice de porosité très faible des fillers de verre. Le calcaire quant à lui présente plus de porosité et de cavité à la surface et est susceptible de fait de développer une plus grande surface spécifique que les strates lisses.

5.2 Représentation graphique des résultats des essais de module complexe

5.2.1 Déroulement de l'essai

L'essai de module complexe de cisaillement se déroule sur une large gamme de fréquences et de températures. À chaque couple fréquence-température, la norme et l'angle de phase du module de cisaillement sont calculés à la suite d'une série de cycles d'acquisitions. Le nombre des cycles d'acquisition varie selon la fréquence de sollicitation : aux basses fréquences, le nombre de cycles est faible afin de raccourcir le temps de l'essai. À haute fréquence, on peut augmenter le nombre des cycles et ainsi sélectionner plusieurs points.

Le Tableau 5.2 présente le nombre de cycles d'acquisition pour chaque fréquence de sollicitation. Entre chaque série d'acquisitions de cycles (entre chaque fréquence), un temps de repos égal à trois fois le temps de sollicitation ($t_{\text{repos}} = 3 \times \frac{1}{\text{fréquence}} \times \text{nombre de cycle}$) est accordé au matériau pour lui permettre de récupérer ses conditions initiales (Position de départ ou force zéro).

Tableau 5.2 Nombre de cycles d'acquisition en fonction de la fréquence de sollicitation

Fréquence (Hz)	Nombre de cycles d'acquisition
0,03	8
0,1	8
0,3	18
1	18
3	39
10	39

Enfin, le nombre de cycles d'acquisition doit être assez faible pour que les phénomènes liés à la fatigue soient négligeables. Pour vérifier ceci, nous avons tracé l'évolution de la norme du module complexe et son angle de phase en fonction du nombre de cycles d'acquisition. Les Figures 5.2 et 5.3 montrent l'évolution du module complexe de cisaillement, en norme et en

angle de phase ($|G^*|$ et ϕ), par rapport au nombre de cycles d'acquisition pour l'essai RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40 à la température $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$.

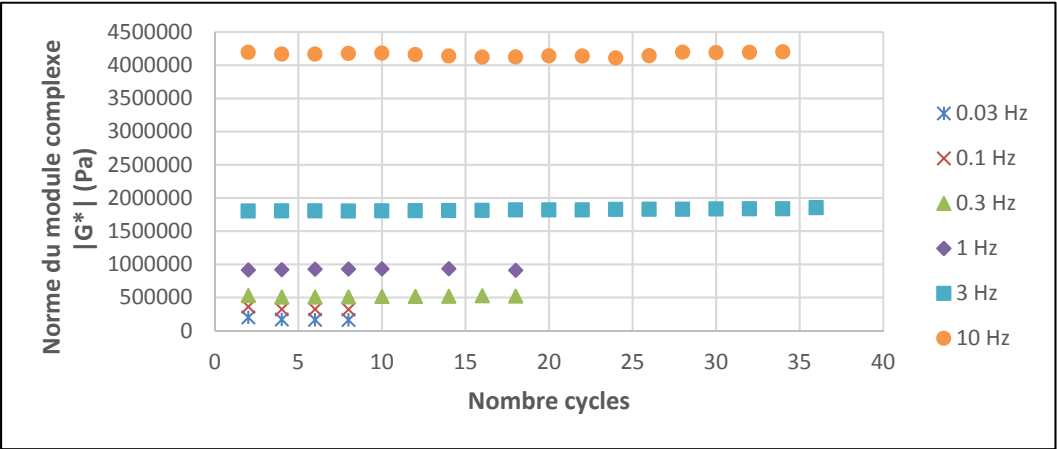


Figure 5.2 Évolution de la norme du module complexe de cisaillement en fonction du nombre de cycles d'acquisition pour l'essai RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40 à $T=30\text{ }^{\circ}\text{C}$

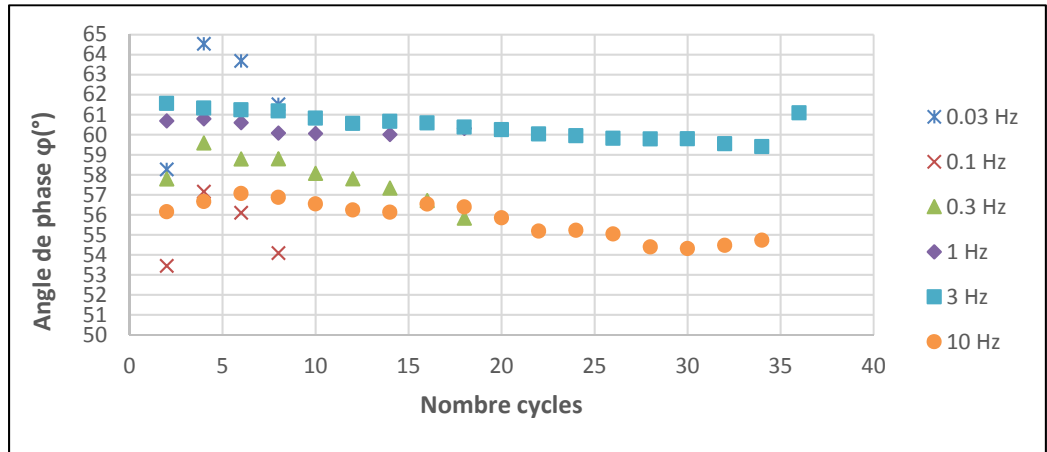


Figure 5.3 Évolution de l'angle de phase du module complexe de cisaillement en fonction du nombre de cycles d'acquisition pour l'essai RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40 à $T=30\text{ }^{\circ}\text{C}$

Les courbes de la Figure 5.2 montrent que la variation des valeurs de la norme du module de cisaillement en fonction du nombre de cycles est négligeable pour toutes les fréquences de sollicitation. En outre, l'écart entre les valeurs du module au premier et dernier cycle est

inférieur à 5%. Par conséquent, le nombre de cycles choisi pour chaque fréquence permet de solliciter le matériau dans le domaine viscoélastique linéaire.

5.2.2 Essai à vide

L'essai à vide (sans échantillon) est réalisé dans le but d'évaluer les forces parasites ou tout autre bruit de signal qui peuvent avoir lieu lors d'un essai au rhéomètre à cisaillement annulaire. Ces anomalies sont plus marquées à haute température quand la rigidité de l'échantillon est faible. L'origine du bruitage durant l'essai au RCA peut provenir de la rigidité des extensomètres, du système de mise en pression de l'embase ou encore d'une défaillance mécanique dans le montage. Dans le cadre de ce projet, seules la rigidité des extensomètres et les défaillances mécaniques du montage expérimental ont été vérifiées.

L'essai à vide consiste à appliquer un test standard avec une sollicitation en déplacement (ou en déformation) et à calculer la force enregistrée. Le module calculé représente de fait l'erreur de module qui se produit pendant un essai normal. Cet essai est réalisé à une température de 25 °C en appliquant une déformation constante $\gamma = 10\%$ pour toutes les fréquences. La cellule de charge utilisée est de 25 KN. Les résultats sont donnés dans le Tableau 5.3.

Tableau 5.3 Résultats de l'essai à vide en utilisant la cellule de 25 KN

Température (°C)	$f(\text{Hz})$	$ G^* \text{ (Pa)}$	Phi (°)
24,8	0,03	283	239
24,7	0,1	191	109
24,7	0,3	184	64
24,7	1	164	219
24,7	3	217	154
24,7	10	448	283

On constate que la valeur du module de rigidité des extensomètres varie selon la fréquence de sollicitation. La valeur maximale est de 448 Pa quand la fréquence est égale à 10 Hz. La valeur minimale est de l'ordre de 164 Pa, obtenue pour une fréquence de 1 Hz.

Les résultats obtenus sont inattendus vu que les extensomètres sont le plus souvent considérés dans la littérature comme des ressorts à rigidité constante (Delaporte 2007, Olard 2003). L'instabilité des résultats peut être due aux faibles forces enregistrées au cours de l'essai. Ces forces sont plus faibles que la précision de la cellule de charge de 25 kN utilisée. Le signal traité est ainsi bruité et conduit à des résultats imprécis. Pour pallier ce problème, l'essai à vide est répété en utilisant la cellule de charge de 5 kN. Cette cellule possède une précision de ± 1 N et peut ainsi enregistrer (avec plus de précision) des efforts de faibles amplitudes. Les résultats de l'essai sont donnés dans le Tableau 5.4.

Tableau 5.4 Résultats de l'essai à vide
en utilisant la cellule de 5 KN

Température (°C)	f (Hz)	$ G^* $ (Pa)	Phi (°)
24,7	0,03	147	2,3
24,7	0,1	148	1,6
24,7	0,3	161	2,6
24,7	1	153	1
24,7	3	149	1,5
24,7	10	150	0,8

Dans le Tableau 5.4, la valeur de la rigidité des extensomètres semble plus uniforme est indépendante de la fréquence de sollicitation. Une valeur moyenne de cette rigidité est de 151 Pa. L'angle de phase calculé lors de l'essai est très faible et est inférieur à 3° . Il est possible de fait d'assimiler la rigidité des extensomètres à celle d'un ressort en parallèle avec le matériau (Delaporte 2007). En outre, dans le but d'éviter le bruitage relatif aux extensomètres, il faut tester le matériau à des déformations suffisantes. Cette partie va être traitée ultérieurement dans le paragraphe 5.2.5.

5.2.3 Équivalence température-fréquence

Les courbes isothermes (norme et angle de phase) sont utilisées pour représenter les données du module de cisaillement. La Figure 5.4 présente les courbes isothermes d'un matériau testé dans notre projet. L'étude de ces courbes révèle l'existence de couples fréquence-température (f_1, T_1) et (f_2, T_2) qui vérifient que $G^*(f_1, T_1) = G^*(f_2, T_2)$ tandis que $(f_1, T_1) \neq (f_2, T_2)$. On peut ainsi supposer l'applicabilité du principe d'équivalence temps température (PETT). De Plus, l'unicité de la courbe obtenue dans les représentations de Black et de Cole-Cole montre que le principe d'équivalence temps température (PETT) est vérifié.

La courbe maitresse du module complexe est dessinée en se servant de la méthode de translation des isothermes (coefficient de translation a_T). La norme et l'angle de phase de G^* sont tracés à une seule température, appelée la température de référence, en fonction de la fréquence réduite f_e (fréquence équivalente) définie par l'équation 5.3. Toutes les courbes sont tracées à une température de référence égale à **15°C**.

$$f_e = a_T(T, T_{ref})f_r \quad (5.3)$$

Où :

a_T est le coefficient de translation

T_{ref} est la température de référence

f_r est la fréquence de sollicitation à la température T

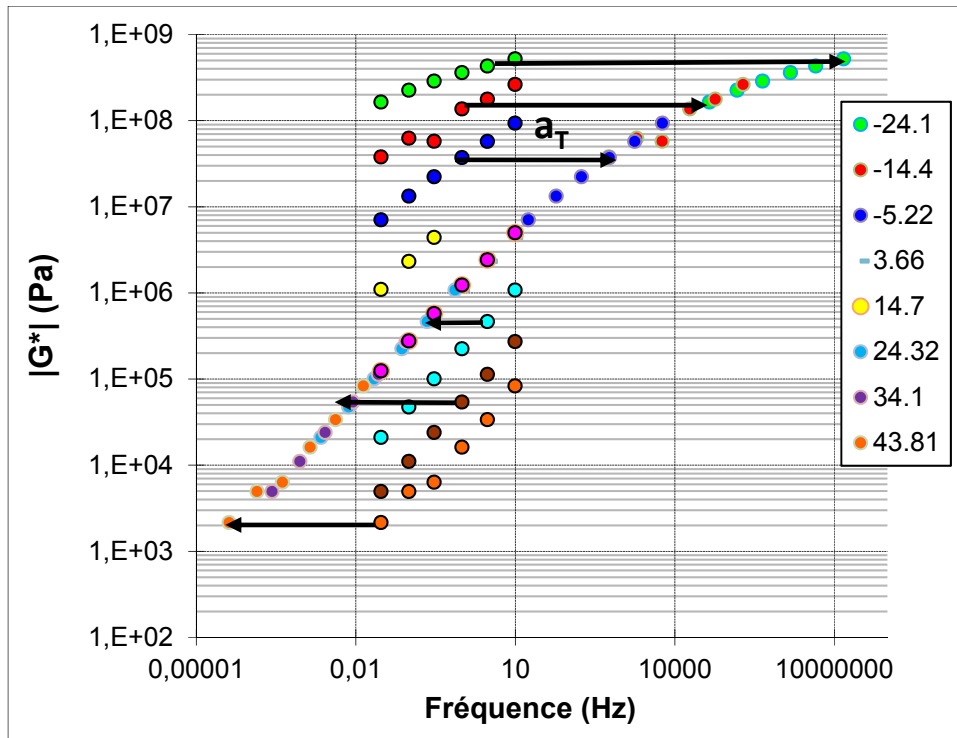


Figure 5.4 Construction de la courbe maitresse ($|G^*|$) de l'essai RCA-PG 70-28 tracée à $T_{Ref}=15^\circ\text{C}$

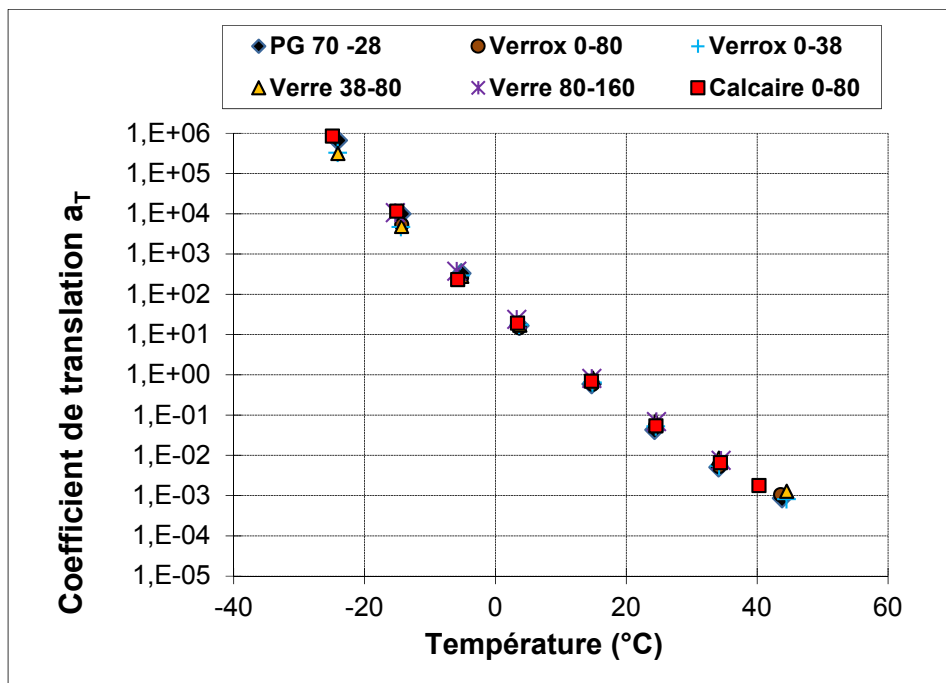


Figure 5.5 Coefficients de translation des matériaux fabriqués avec le bitume PG 70-28

La Figure 5.5 présente les coefficients de translation des matériaux bitumineux constitués avec le bitume PG 70-28. On constate que tous les coefficients de translation sont très proches dans la gamme de température de l'essai. On peut de fait stipuler en première approximation que le liant définit complètement l'évolution du coefficient a_T en fonction de la température. Ce résultat est en accord avec les travaux réalisés par Di Benedetto (Di Benedetto et Corté, 2004) qui suggère que le coefficient de translation d'un enrobé est proche de celui du bitume qui le constitue. Le mélange bitumineux hérite ainsi du comportement thermothéologiquement simple du liant avec lequel il est confectionné. On peut dès lors postuler que la connaissance du a_T du bitume est suffisante pour la détermination de celui du mélange qui en découle.

Enfin, la Loi WLF permet une bonne approche des coefficients de translation. Les valeurs des paramètres C_1 et C_2 de la loi WLF pour l'essai RCA-PG 70-28 sont : $C_1=18,11$ et $C_2= 160,69$ à $T=15^\circ\text{C}$.

5.2.4 Répétabilité de l'essai

Dans le but d'étudier la répétabilité des données d'un essai de cisaillement annulaire, l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 est répété trois fois à $T= 25^\circ\text{C}$. Les deux premiers essais ($i=1$ et 2) sont réalisés avec le même échantillon sur les presses MTS 810 et 310 Landmark (MTS1 et LDK). Le troisième ($i=3$) essai a été réalisé sur la presse MTS 810 (MTS2).

On note G_i^* le module de cisaillement mesuré pour l'essai i ($i \in [1,3]$). Pour évaluer la répétabilité du RCA, nous allons calculer l'écart relatif entre le module complexe (en norme $|G_i^*|$) de l'essai i et la moyenne des normes de modules $|G_m^*|$ (équation 5.4). Nous allons aussi déterminer l'écart relatif entre l'angle de phase et la moyenne des angles de phases des essais (équation 5.5).

$$\frac{\Delta G_i}{G} = \frac{|G_i^*| - |G_m^*|}{|G_m^*|} \quad (5.4)$$

$$\Delta\varphi = \varphi_i - \varphi_m \quad (5.5)$$

Les écarts obtenus pour les trois essais sont représentés sur la Figure 5.6 et la Figure 5.7.

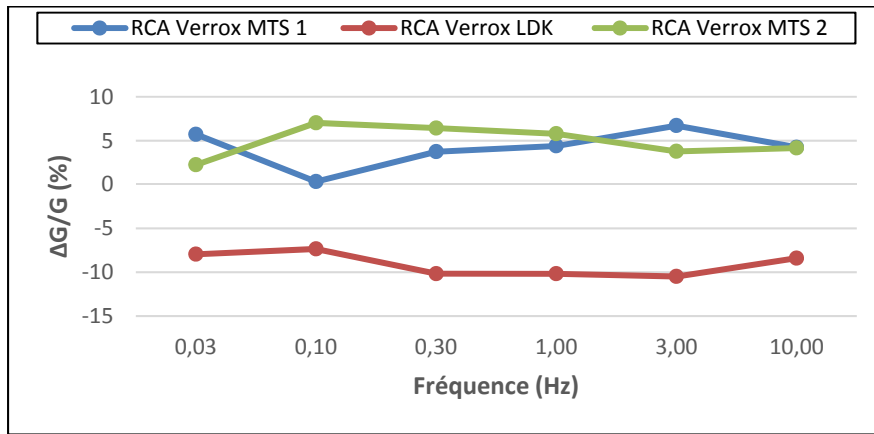


Figure 5.6 Évolution de l'écart relatif entre les valeurs de $|G_i^*|$ pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 à $T=25^\circ\text{C}$

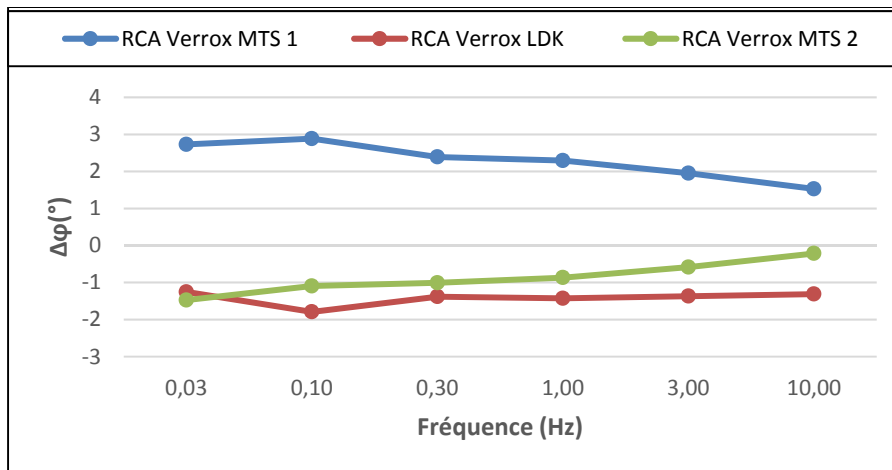


Figure 5.7 Évolution de l'écart relatif entre les valeurs de φ_i pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 à $T=25^\circ\text{C}$

La valeur de l'erreur relative à la répétabilité de l'essai reste inférieure, en valeur absolue, à 10% pour le module lors des trois essais et varie sensiblement en fonction de la fréquence. On constate qu'elle est positive pour les essais réalisés à la presse MTS 810 et est négative pour l'essai effectué à la presse Landmark 310. Les écarts calculés sur le module et l'angle de phase sont négligeables cependant ils comprennent l'incertitude sur la cellule de force et sur la valeur de la température pendant les essais. On peut dire ainsi que la répétabilité du RCA est bonne.

5.2.5 Critère de qualité des signaux

5.2.5.1 Distorsion

Les signaux de déformations, appliqués par le RCA aux matériaux bitumineux de l'étude, permettent d'étudier la rhéologie dans le domaine viscoélastique linéaire. L'indice de qualité de déformations IQ_Y , défini dans le chapitre 3 au paragraphe 3.2.5, est introduit dans cette étude pour vérifier l'écart (à chaque point de mesure) entre la déformation visée et la déformation réelle dans le matériau. L'écart maximal autorisé est de $\pm 15\%$. Dans le cas contraire, le matériau est sous-sollicité ou encore le matériau risque d'être sollicité dans le domaine non linéaire. Le point est ainsi rejeté.

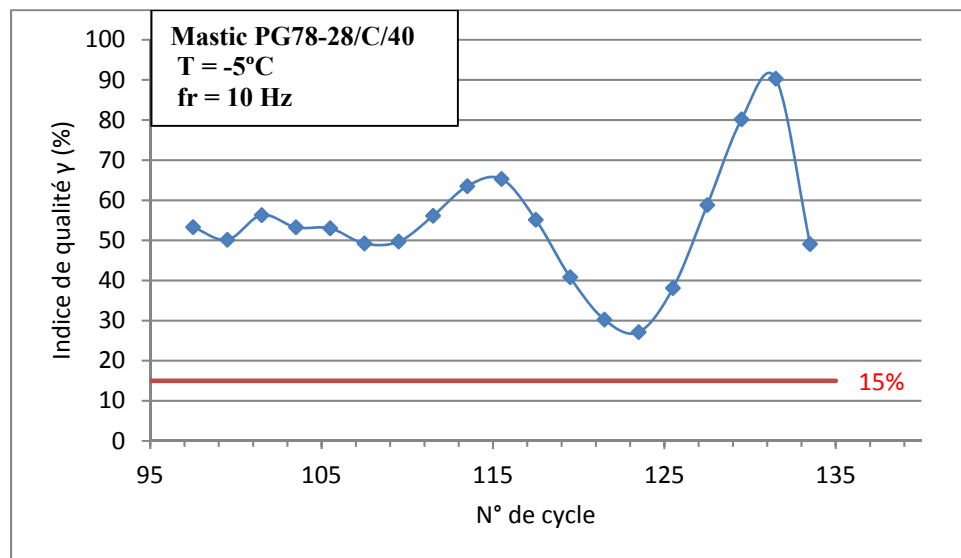


Figure 5.8 Évolution de l'indice de qualité du signal de distorsion en fonction des cycles de sollicitation pour un essai RCA-PG 70-28-C-0/80-E-40

Lors de la campagne expérimentale, on a constaté que le RCA est incapable de solliciter l'échantillon à la distorsion imposée lorsque la température est inférieure à $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ et que la fréquence est supérieure à 3 Hz. La Figure 5.8 montre l'évolution de l'indice de qualité du signal de distorsion en fonction des cycles de sollicitation pour l'essai RCA-PG 70-28-C-0/80-E-40.

Pour les basses températures (inférieure à -5°C) et hautes fréquences ($>3\text{ Hz}$), les mastics deviennent très rigides. On remarque d'après la Figure 5.8 que la valeur de l'indice IQ_r est toujours supérieure à 15%. Le RCA est alors incapable d'aller au déplacement demandé dans le temps prescrit par l'opérateur ($t = \frac{1}{10} = 0.1\text{ s}$). Dans le but de pallier ce problème, il faut augmenter les facteurs PIDF (définis dans le chapitre 3) de la presse hydraulique pour augmenter sa sensibilité à la fréquence de sollicitation. Toutefois, vu que ce problème se produit à basses températures et hautes fréquences, les mastics sont généralement fragiles et l'augmentation des facteurs PIDF peut conduire à la rupture de l'échantillon et en conséquence l'arrêt de l'essai.

Les facteurs PIDF sont évalués lors des essais de linéarité et sont supposés constants pour tous les mastics (ils dépendent seulement de la presse hydraulique utilisée). On note aussi que l'étude menée dans ce projet traite les mastics bitumineux dans le domaine linéaire. Sous cette hypothèse, la valeur du module de cisaillement est indépendante de la déformation imposée (dans la limite de la linéarité du matériau). De fait, l'incapacité du RCA à solliciter les matériaux bitumineux aux déformations imposées lors des basses températures (hautes fréquences) ne nuit pas à l'étude de la rhéologie de ces matériaux à condition que ces déformations imposées soient assez importantes pour éviter le bruitage du montage.

5.2.5.2 Contrainte de cisaillement

L'indice de qualité IQ_c , défini dans le chapitre 3, est utilisé comme critère de qualité des signaux de contraintes. Il correspond à l'écart relatif entre les points expérimentaux et la sinusoïdale du signal traité par la méthode des moindres carrées. Outre le bruit du signal enregistré, l'indice de qualité augmente si l'évolution du signal de contrainte est non sinusoïdale. Dans tout le projet, seuls les points expérimentaux qui possèdent un IQ_c inférieur à 15% sont exploités.

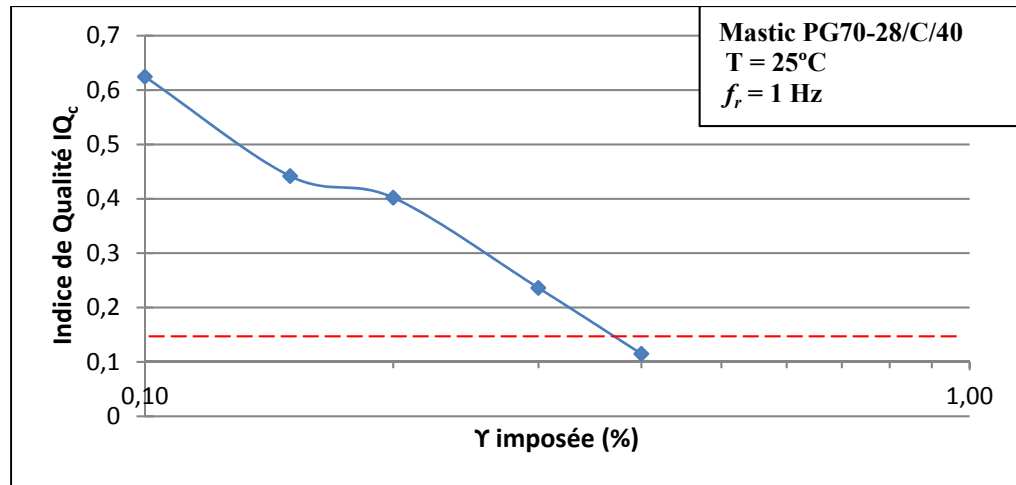


Figure 5.9 Évolution de l'indice de qualité IQ_c en fonction de la déformation imposée pour l'essai RCA-PG 70-28 à $T = 25^\circ\text{C}$ et $f_r = 1\text{ Hz}$

Au cours des essais de linéarité réalisés sur les matériaux bitumineux de cette étude, on a remarqué que l'indice de qualité IQ_c dépend de la valeur de la déformation imposée. Plus la déformation imposée est faible, plus le signal est bruité et plus la valeur de IQ_c augmente. Un exemple est présenté sur la Figure 5.9 pour l'essai RCA-PG 70-28. Lors de cet essai, à la température $T = 25^\circ\text{C}$, l'indice de qualité IQ_c devient supérieur à 0,15 (15%) quand la déformation imposée est inférieure à 0,36% c-à-d pour un déplacement imposé supérieur à $36\text{ }\mu\text{m}$. En dessous de ce seuil, les données collectées sont non exploitables. Par conséquent, une attention particulière a été portée aux déformations minimums que doit subir le matériau pour que les résultats du RCA soient utiles.

L'indice de qualité IQ_c permet aussi de vérifier l'état du montage du RCA. Comme indiqué ci-dessus, la valeur de IQ_c augmente lors d'une évolution non sinusoïdale du signal de contrainte. Cette évolution peut dériver d'une défaillance du montage. Un exemple d'une évolution non sinusoïdale du signal de contrainte est fourni à la Figure 5.10 pour l'essai RCA-PG 70-28.

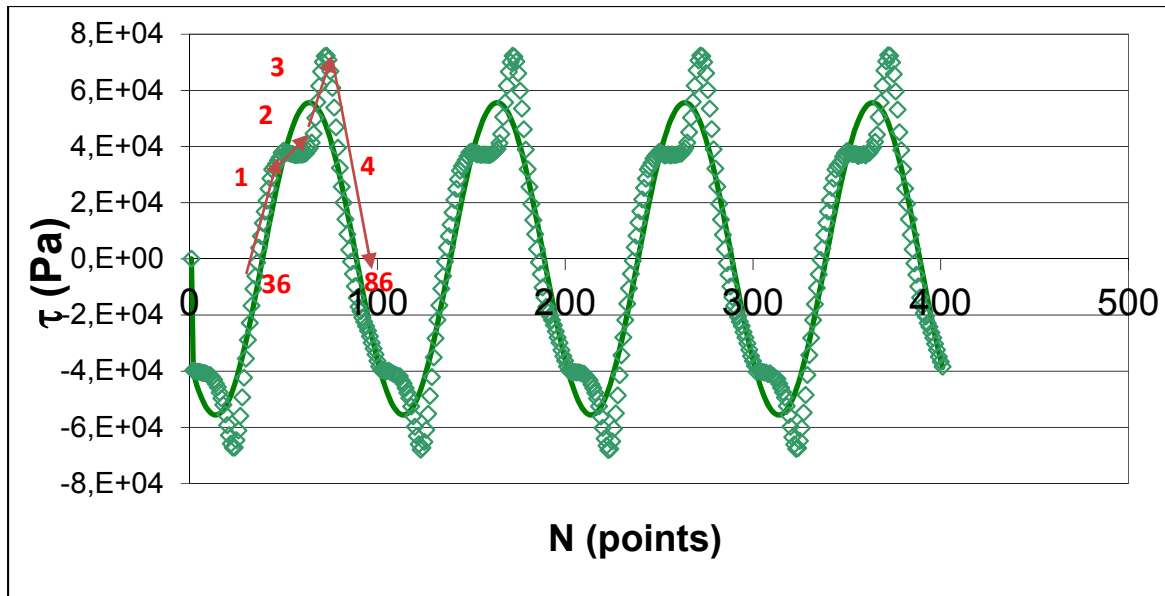


Figure 5.10 Signal de contrainte lors de l'essai RCA-PG 70-28 à $T = -5^\circ\text{C}$ et pour une déformation de 2 %

On remarque sur la Figure ci-dessus des pics anormaux dans le signal expérimental de la contrainte (sinusoïdal discret). Par exemple, entre le point 36 et le point 86 comme indiqués sur la Figure, on observe 4 phases distinctes dans l'allure du pic du signal :

- en premier lieu, le signal expérimental suit la sinusoïdale calculée par la méthode des moindres carrées (sinusoïdal continue) jusqu'à ce que la contrainte τ atteigne la valeur de 4×10^4 Pa (partie 1);
- en deuxième lieu, la valeur de τ se fixe à une valeur constante égale à $4 \cdot 10^4$ Pa (partie 2).
- en troisième lieu, le signal reprend une allure croissante jusqu'à une valeur maximale de $7 \cdot 10^4$ Pa (partie 3);
- en dernier lieu, le signal prend une allure décroissante et épouse la forme du signal de moindre carrée entre le point 72 et le point 86 (partie 4).

Ces anomalies correspondent à un IQ_c supérieur à 30%. Elles sont apparues même si le matériau est sollicité en deçà des déformations minimales requises. Une étude détaillée de la procédure expérimentale laisse à suggérer un problème mécanique au sein du montage du RCA.

En effet, tel que décrit dans le chapitre 3, le RCA est un montage en aluminium composé de plusieurs pièces. Ces pièces sont liées entre elles par plusieurs vises répartis uniformément dans le RCA afin de permettre le transfert des charges appliquées par la presse hydraulique au sein de l'échantillon. Le transfert des charges se fait par le moyen des vis centrales qui relient la base et l'axe de transmission du RCA à la presse hydraulique, ainsi que par le biais des trois vis qui fixent le cylindre externe du RCA à sa base. Vu que le RCA est en aluminium, les filets sont aussi faits en aluminium. En revanche, les vis utilisées sont en acier. Par conséquent, l'utilisation répétitive du RCA conduit à l'usure des filets d'aluminium et à leurs arrachements par la suite. La liaison vis-filet devient de fait un point fragile dans le RCA et l'effort n'est plus transmis à 100% au matériau testé. Les pics anormaux dans la sinusoïdale peuvent ainsi être expliqués, en reprenant l'exemple de la Figure 5.10 ci-dessus, tel que suit :

- dans la partie 1, le matériau est sollicité à la déformation imposée et la résistance de la liaison vis-filet (pour les trois vises qui relient le cylindre externe du RCA à sa base) est suffisante pour transmettre la force appliquée par la presse au corps d'épreuve. L'effort est transmis de sorte que le matériau subisse la totalité de la charge;
- dans la partie 2, la résistance du matériau est supérieure à celle de la liaison vis-filet et l'effort appliqué est ainsi repris par ces derniers. Dans ces conditions, il y a rupture de liaison entre la vis et le filet ce qui engendre une translation du cylindre externe du RCA. La contrainte devient constante du fait que la translation du cylindre du RCA ne requiert pas une grande force;
- dans la partie 3, les vis s'accrochent de nouveau aux filets encore fonctionnels et la liaison vis-filet est restaurée entre le cylindre externe et la base du RCA. L'effort est par la suite transmis à l'échantillon. La contrainte reprend une allure croissante puisque l'échantillon se déforme;
- dans la partie 4, la déformation dans le matériau continue jusqu'à la rupture de la liaison vis-filet et ainsi de suite on observe l'apparition des pics dans le signal.

Dans le but de pallier ce problème, les filets en aluminium ont été refaits et remplacés par des filets en acier. Ce remplacement a ciblé tous les filets défectueux et par mesure préventive

l'ensemble des filets du RCA. En conséquence, le RCA est devenu en mesure d'assurer une bonne transmission des charges à l'échantillon sollicité.

5.2.6 Coefficient de renforcement complexe

Le coefficient complexe de renforcement R_M^* est utilisé dans le cadre de ce projet afin d'évaluer le pouvoir rigidifiant des fillers sur les bitumes. Il permet de quantifier l'effet des fines sur le module complexe de cisaillement sur toute la plage de températures T et de fréquences f . Il est défini comme le rapport du module de cisaillement du mastic sur celui du bitume pour chaque couple (T, f) . L'équivalence temps-température est importante pour le calcul du R_M^* . Il est défini à la fréquence équivalente f_e lorsque le PETT (total ou partiel) est vérifié. Le coefficient de renforcement est calculé par l'équation suivante :

$$R_M^* = \frac{G_{\text{mastic}}^*(f_{em})}{G_{\text{bitume}}^*(f_{eb})} = |R_M^*|e^{i\varphi_R} \quad (5.6)$$

R_M^* représente le renforcement du bitume par le filler. C'est un nombre complexe sans unité possédant une norme $|R_M^*|$ et un angle de phase φ_R . Le calcul de R_M^* se fait à la même fréquence équivalente pour le mastic et le bitume ($f_{em} = f_{eb} = f_e$). La norme de R_M^* est définie comme le ratio des normes des modules et l'angle de phase φ_R comme la différence des angles de phase du mastic et du bitume selon les équations suivantes :

$$|R_M^*| = \frac{|G_{\text{mastic}}^*|}{|G_{\text{bitume}}^*|} \quad (5.7)$$

$$\varphi_R = \varphi_{G_{\text{mastic}}^*} - \varphi_{G_{\text{bitume}}^*}$$

Le calcul de R_M^* nécessite de connaître les valeurs du module complexe du mastic et celui du bitume à la même fréquence équivalente f_e . Pour ce faire, la méthodologie adoptée est la suivante (Delaporte 2007) :

- on fixe des fréquences équivalentes préalablement établies f_{ei} qui varient dans l'intervalle $[10^{-4}, 10^5]$ à raison de 10 fréquences par décade. Chaque décade est équivalente à une température de l'essai;
- pour un matériau donné à une température donnée, il est possible de déterminer, à partir du coefficient de translation a_T et de la fréquence équivalente f_{ei} , la fréquence réelle f_r à laquelle le matériau est sollicité par la formule suivante :

$$f_r = \frac{f_{ei}}{a_T} \quad (5.8)$$

- on calcule ainsi la valeur du module G^* correspondante à la fréquence réelle f_r par interpolation non linéaire avec un bon coefficient de corrélation, comme illustré dans la Figure 5.11.

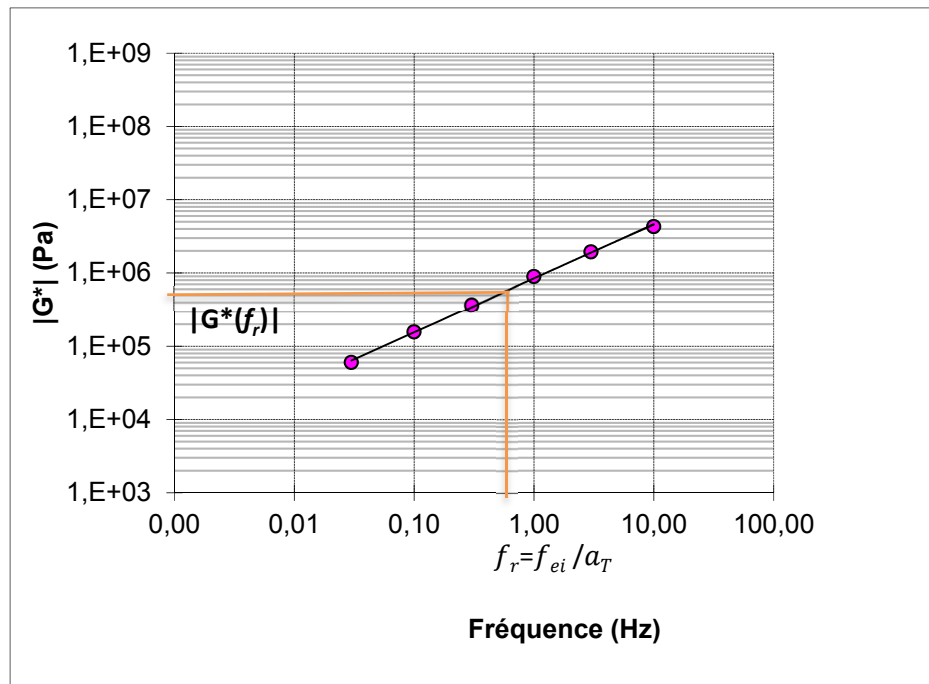


Figure 5.11 Interpolation puissance d'une isotherme de module complexe de cisaillement.

Cette méthode permet de calculer le coefficient de renforcement complexe pour toutes les fréquences f_{ei} et tracer ainsi l'évolution de l'effet rigidifiant des fillers sur les bitumes en fonction de la fréquence de sollicitation.

Le R_M^* utilise l'équivalence temps-température (totale ou partielle), il est calculé en fixant une température de référence et un intervalle de fréquences équivalentes f_{ei} . Le R_M^* exploite aussi l'interpolation entre les points expérimentaux, il est donc important d'avoir un bon coefficient de corrélation. L'interpolation non linéaire des données expérimentales a été réalisée par le logiciel JMP. L'équation de modélisation est de la forme $y = a_1 + a_2 * x^{a_3}$ où : a_1, a_2, a_3 sont des constantes déterminées pour chaque isotherme.

Les équations de modélisation des essais réalisés sont valides dans la plage de fréquence $[3.10^{-2}, 10]$. Il faut donc choisir les fréquences équivalentes f_{ei} de façon que la fréquence réelle f_r appartienne à cet intervalle. Dans le cas contraire, le calcul de R_M^* risque d'être imprécis. Le Tableau 5.5 présente les équations de modélisation du module de l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40.

Tableau 5.5 Les équations de modélisation du module de l'essai
RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40

Température	Équation de modélisation de la norme du module	R ²
-25	$ G^* = -581136152.95 + 2571306434.30 * (f_r)^{0.161}$	0.9998
-15	$ G^* = -183778833.10 + 843791385.13 * (f_r)^{0.226}$	0.9994
-5	$ G^* = -35656258.00 + 211804045.20 * (f_r)^{0.321}$	0.9998
5	$ G^* = 113920.77 + 52843991.35 * (f_r)^{0.526}$	1.0000
15	$ G^* = 302467.33 + 7726435.45 * (f_r)^{0.638}$	0.9998
25	$ G^* = 50255.10 + 1650804.61 * (f_r)^{0.676}$	0.9999
35	$ G^* = 20344.61 + 362617.31 * (f_r)^{0.718}$	0.9999
45	$ G^* = 12616.14 + 227979.041 * (f_r)^{0.643}$	0.9980

La Figure 5.12 présente une comparaison des données expérimentales et les courbes de modélisation pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40.

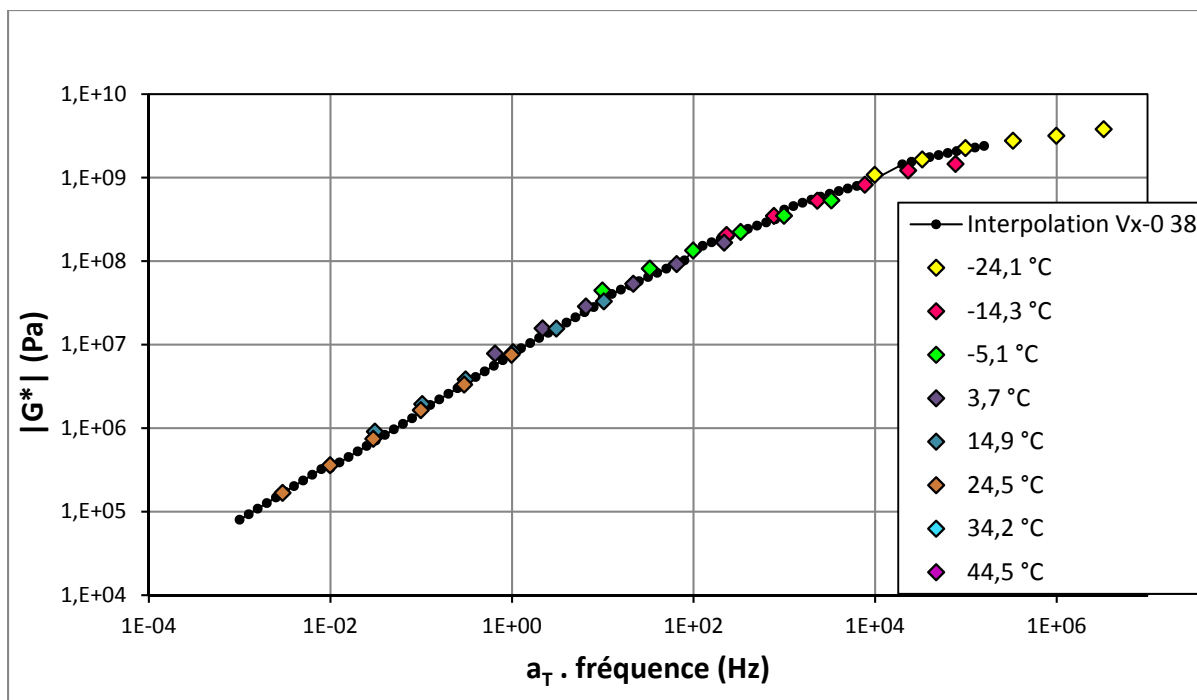


Figure 5.12 Comparaison entre les données expérimentales et les courbes d'interpolation pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 à $T = 15^\circ\text{C}$

L'hypothèse d'un renforcement constant indépendant de la température et de la fréquence est énoncée par plusieurs auteurs dans la littérature (Mogawer et Stuart 1996). D'autres auteurs proposent que le renforcement évolue en fonction de la fréquence et/ou la température (Delaporte 2007).

Le R_M^* est le moyen de comparaison utilisé dans cette recherche pour évaluer les performances mécaniques des mastics. On se propose dans ce qui suit d'évaluer la sensibilité cinétique et thermique du coefficient R_M^* en norme pour l'essai RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40.

5.2.6.1 Sensibilité thermique du R_M^*

Le coefficient de renforcement R_M^* est calculé par définition à une température de référence choisie. Cette température est similaire à tous les matériaux testés. Il est question dans cette partie d'évaluer l'influence de la température de référence sur la courbe du R_M^* .

En considérant le bitume PG 70-28 comme matériau de référence, le R_M^* de l'essai RCA-PG 70 28-V-38 80-S-40 a été calculé pour les températures suivantes : -25°C, -15°C, -5°C, 5°C, 15°C, 25°C, 35°C et 45°C. les résultats obtenus sont représentés à la Figure 5.13.

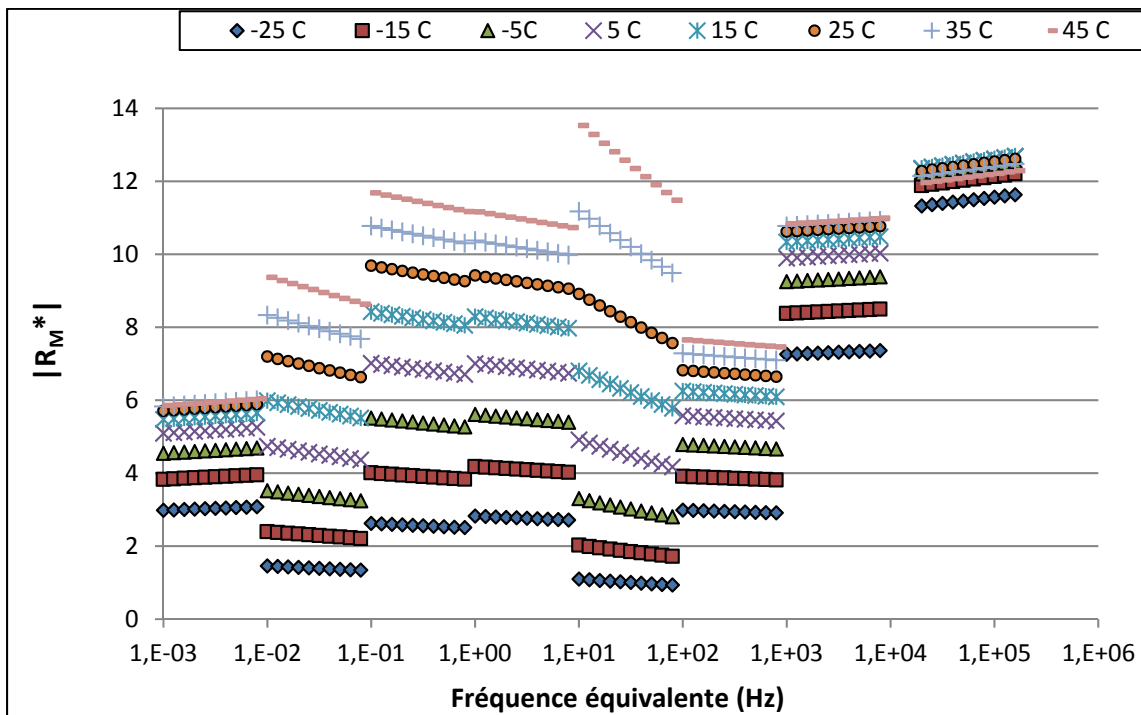


Figure 5.13 Évaluation de la sensibilité thermique du coefficient de renforcement de l'essai RCA-PG-70 28-V-38/80-S-40

On remarque à la Figure 5.13 que le renforcement est une fonction croissante de la température. Il tend vers des valeurs proches à haute fréquence. Les courbes de R_M^* semblent monotones et parallèles. Elles convergent vers des maxima et minima respectivement à haute et basse fréquence. Une valeur moyenne du R_M^* se trouve entre l'isotherme 15°C et 5°C. le choix de la température de référence du projet est donc légitime à 15°C.

Les résultats obtenus montrent que la norme du R_M^* peut passer du simple au quadruple selon la température de référence choisie. Il est donc nécessaire de préciser la température de calcul lors de l'utilisation de ce ratio. De plus, il est à noter que le bitume perd une grande partie de sa rigidité à haute température. Vu que le R_M^* est un ratio, il est logique d'obtenir un

renforcement plus important des mastics à haute température en raison de la composante élastique induite par l'ajout de filler. Par ailleurs, l'allure monotone et parallèle des courbes de renforcement peut suggérer que le pouvoir rigidifiant des fillers est constant et dépend seulement des caractéristiques des fines.

5.2.6.2 Sensibilité cinétique du R_M^*

La sensibilité cinétique du R_M^* peut être constatée dans la partie précédente. On peut remarquer à la Figure 5.13 que le R_M^* possède des valeurs qui varient selon la fréquence équivalente. De plus, comme cité dans le paragraphe 5.2.6, le choix de fréquences équivalentes est fait de façon que les fréquences réelles se placent dans l'intervalle $[3 \cdot 10^{-2}, 10]$. Toutefois selon la valeur du coefficient a_T , la fréquence réelle sera située à une plage différente de l'intervalle $[3 \cdot 10^{-2}, 10]$. Il est donc important de considérer l'influence de la variation de la fréquence réelle sur l'allure du R_M^* pour chaque isotherme.

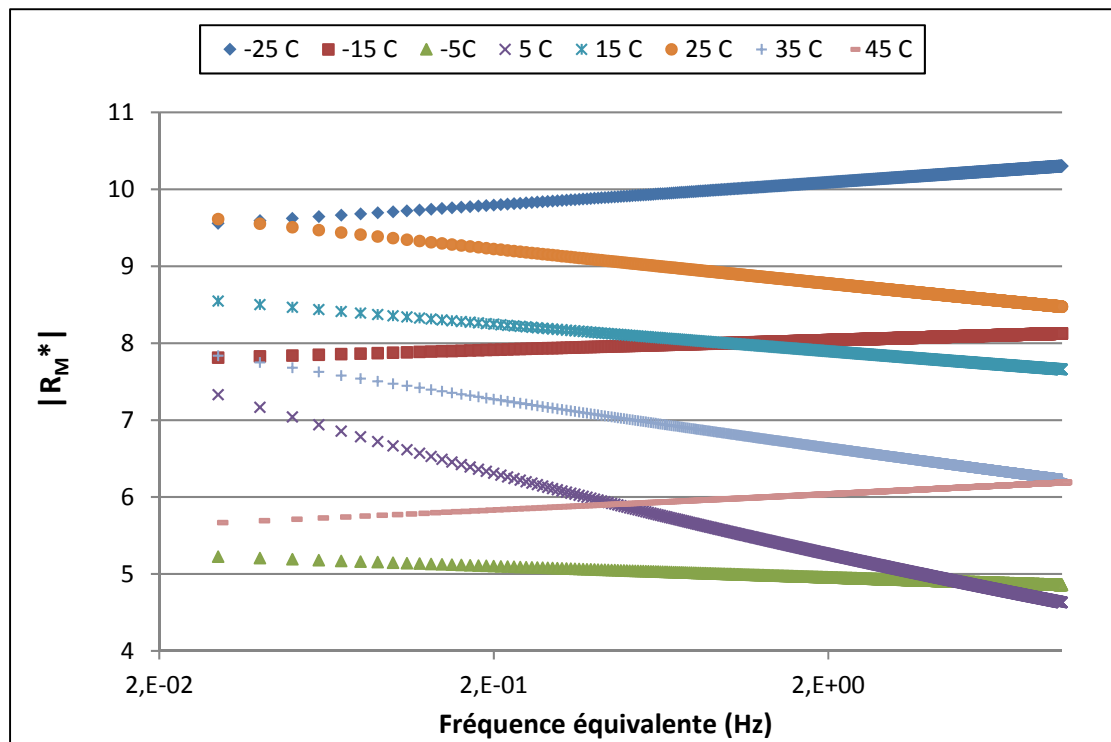


Figure 5.14 Évaluation de la sensibilité cinétique du coefficient de renforcement de l'essai RCA-PG 70 28-V-38 80-S-40

Dans ce but, la sensibilité cinétique de la norme du R_M^* est évaluée en variant la fréquence de sollicitation de chaque isotherme de l'essai RCA-PG-70 28-V-38/80-S-40 dans l'intervalle $[3.10^{-2}, 10]$. Les fréquences varient à pas de 0,01 Hz, au total 997 fréquences sont utilisées. Les résultats obtenus sont représentés dans la Figure 5.14.

On peut voir d'après la Figure 5.14 que le renforcement varie selon la température, la sensibilité thermique est encore une fois remarquée. On remarque aussi une progression linéaire de la norme du R_M^* en fonction de la fréquence :

- pour les isothermes : -25°C , -15°C et 45°C les pentes du R_M^* sont positives et faibles (entre 0,016 et 0,038). La variation du R_M^* est inférieure à 4%;
- pour les isothermes : -5°C , 5°C , 15°C , 25°C et 35°C les pentes du R_M^* sont négatives et faibles aussi (entre -0,018 et 0,1). La variation du R_M^* est inférieure à 10%.

En conclusion, l'approximation d'un R_M^* constant et indépendant de la température et de la fréquence semble ne pas être valable. Le renforcement du bitume par le filler dépend des conditions de l'essai (fréquence et température). Toutefois, vu que la variation cinétique est faible et que les coefficients de translation des matériaux sont proches, il est possible par un choix soutenu des fréquences équivalentes d'utiliser le R_M^* pour une température de référence donnée. Les fréquences équivalentes f_{e_i} choisies pour la suite varient dans l'intervalle $[10^{-4}, 10^5]$ à raison de 10 fréquences par décade. Les fréquences réelles sont ainsi proches pour tous les matériaux. De plus, le choix des f_{e_i} permet de balayer l'ensemble de l'intervalle $[3.10^{-2}, 10]$ des fréquences réelles de sorte qu'à haute température on se place dans le domaine des hautes fréquences où la précision des données est plus pointue. De la même manière, à basses températures, on se place dans le domaine des basses fréquences où les déformations imposées sont plus respectées durant l'essai.

5.2.7 Domaine de linéarité

La rhéologie des matériaux bitumineux de cette campagne expérimentale est étudiée dans le domaine des petites déformations. En effet, les courbes maîtresses de la norme et de l'angle de phase du module complexe de cisaillement G^* ne peuvent être tracées que sous l'hypothèse d'un comportement viscoélastique linéaire. Il est donc primordial de définir le domaine de linéarité des matériaux testés par le RCA.

L'étude de linéarité dans ce projet consiste à déterminer la valeur de la norme du module complexe de cisaillement en sollicitant le matériau progressivement à des niveaux de déformations variés (0,1%, 0,15%, 0,20% ...). La limite de linéarité du matériau est définie comme la déformation à laquelle la norme du module perd 5% de sa valeur initiale. En dessous de cette limite, le module complexe est indépendant du niveau de distorsion imposé à l'échantillon.

Les essais de linéarité ont été réalisés sur les bitumes PG 70-28 et PG 58-28 en plus des mastics avec filler de calcaire correspondant (RCA-PG 70-28-C-0/80-E-40 et RCA-PG 58-28-C-0/80-E-40). Ces matériaux ont été testés à une fréquence de 1 Hz et pour des températures qui varient de -35°C à +45°C.

La Figure 5.15 présente quelques résultats des essais de linéarité effectuée sur le bitume PG 58-28 et sur le mastic RCA-PG 58-28-C-0 80-E-40. Ces essais ont été réalisés à la fréquence 1 Hz et aux températures : +25°C, +5°C et -5°C. On remarque que la valeur de la norme du module complexe varie peu lorsque la déformation imposée est inférieure à la limite de linéarité, on peut ainsi valider le domaine de linéarité du matériau. On remarque aussi une chute importante de la valeur du module quand la distorsion est supérieure à la limite. Par exemple dans la Figure 5.15 (b), le module complexe de l'essai RCA-PG 58-28, à $T = +25^\circ\text{C}$ et $f = 1\text{Hz}$, reste constant tant que la déformation est inférieure à 0,7%. Ensuite, entre 0,7% et 6,5%, le module décroît de façon quasi linéaire avec une faible pente. Au-delà de 6,5%, on observe une chute importante de la valeur du module ce qui engendre une perte supérieure à

5% de sa valeur initiale. Dès lors, l'essai de linéarité est arrêté et la valeur limite de déformation est prise égale à 6,5%.

Une fois les limites de linéarité des matériaux déterminées, il est important de vérifier que le taux de distorsion choisi est suffisant pour fournir des signaux de qualité de τ et de γ . Ceci est possible en vérifiant que les critères de qualité de ces signaux sont inférieurs à 15%.

Enfin, l'étude de linéarité devrait être réalisée sur tous les matériaux testés, dans le but de s'assurer que le module mesuré par le RCA se situe dans le domaine VEL. Toutefois, ceci demande un travail expérimental important. Ce travail ne fait pas partie des objectifs de cette recherche. On suppose donc que la limite de linéarité dépend seulement du type de bitume et on considère qu'elle est constante pour tous les matériaux fabriqués avec le même bitume.

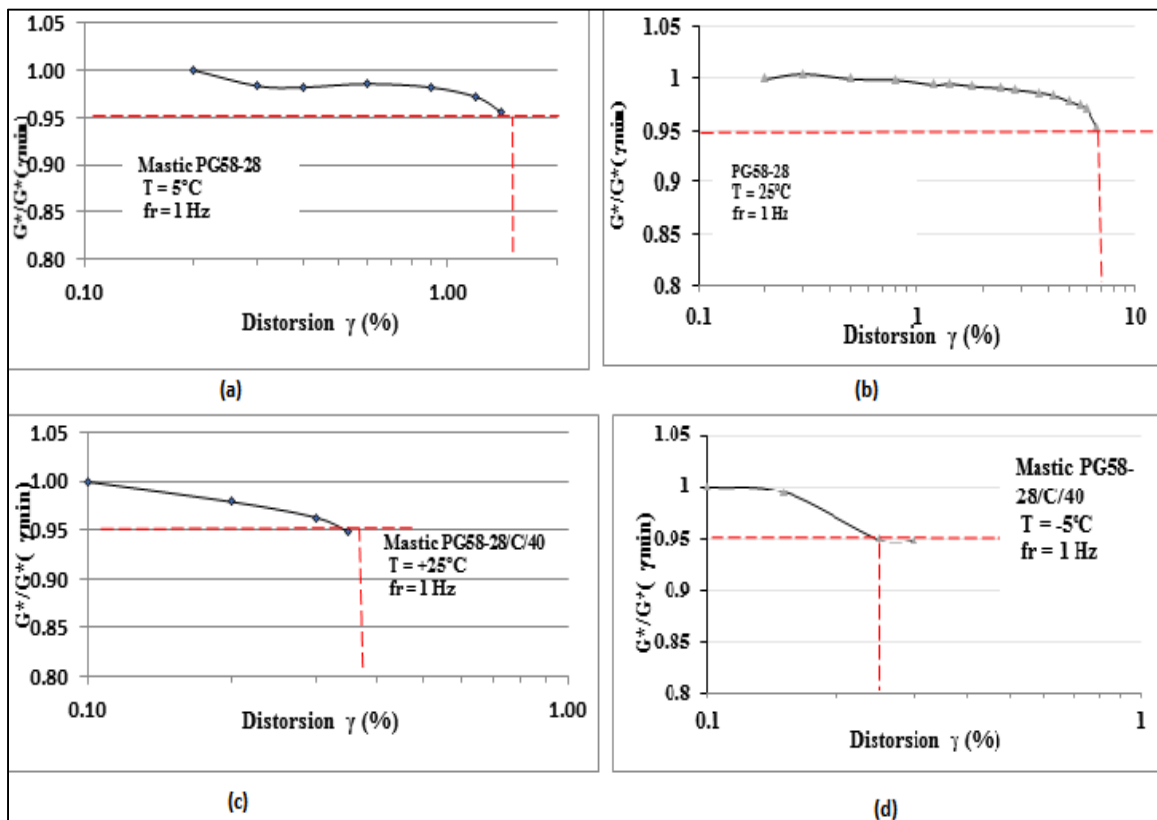


Figure 5.15 Résultats de linéarité pour le bitume PG 58-28 : a) $T = 5^\circ\text{C}$, b) $T = 25^\circ\text{C}$ et pour le mastic calcaire : c) $T = 25^\circ\text{C}$, d) $T = -5^\circ\text{C}$

5.3 Propriétés rhéologiques des bitumes

5.3.1 Principe d'équivalence temps température (PETT)

Les propriétés rhéologiques des liants utilisés dans le projet ont été étudiées par l'essai à cisaillement annulaire. Les deux bitumes testés sont : le bitume PG 70-28 et le bitume 58-28. Le premier est un bitume modifié par ajout de polymère tandis que le second est un bitume de distillation directe.

L'unicité des courbes maîtresses des bitumes permet de vérifier le principe d'équivalence temps température partielle. Les courbes maîtresses de norme et d'angle de phase sont présentées dans la Figure 5.16 et la Figure 5.17.

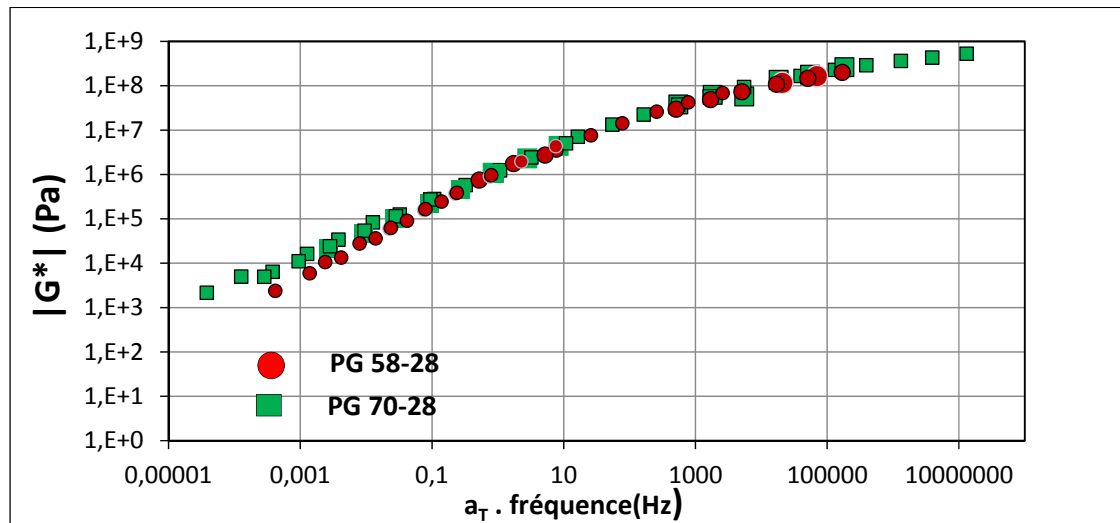


Figure 5.16 Courbes maîtresse de norme des bitumes : PG 70-28 et PG 58-28 à la température $T_{Ref} = 15^\circ\text{C}$

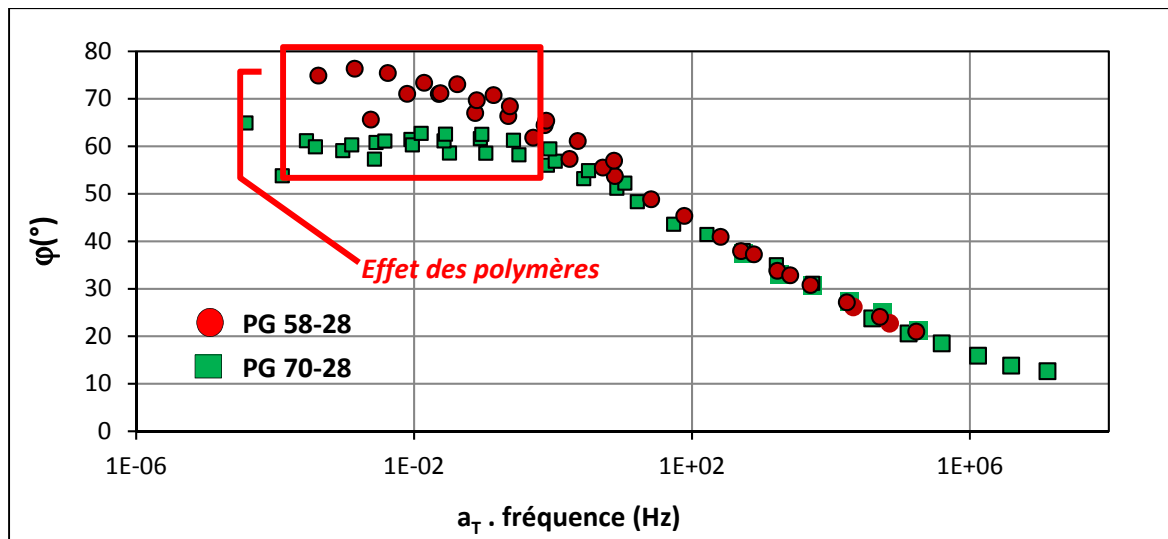


Figure 5.17 Courbes maitresses d'angle de phase des bitumes : PG 70-28 et PG 58-28 à la température $T_{Ref} = 15^{\circ}\text{C}$

La représentation des données expérimentales dans l'espace de black, de fait qu'elle utilise les données brutes de l'essai, reste le moyen le plus sévère pour vérifier l'équivalence temps température. Les Figures 5.18 et 5.19 présentent respectivement les courbes dans l'espace de black des bitumes PG 70-28 et PG 58-28.

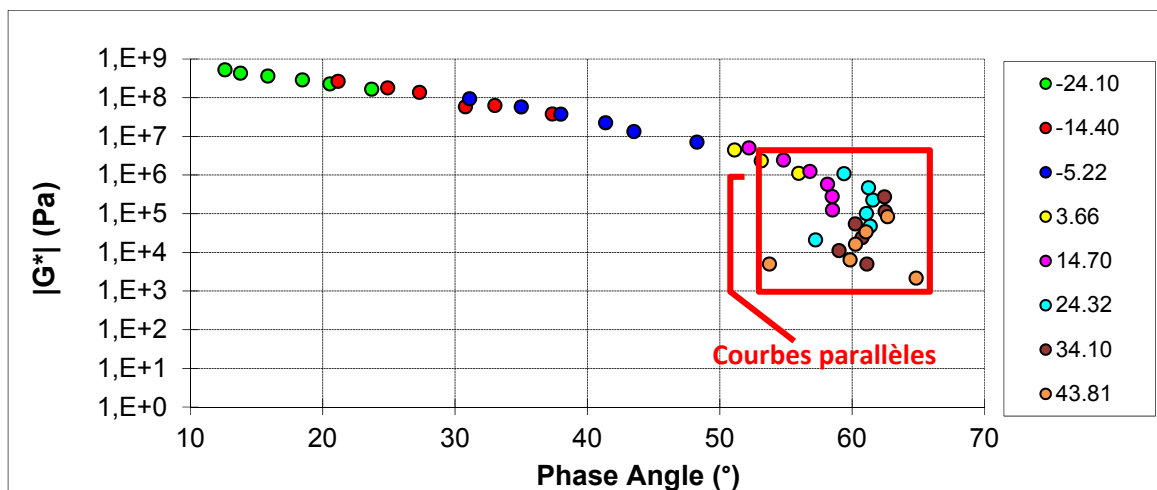


Figure 5.18 Courbe dans l'espace de Black du bitume : PG 70-28

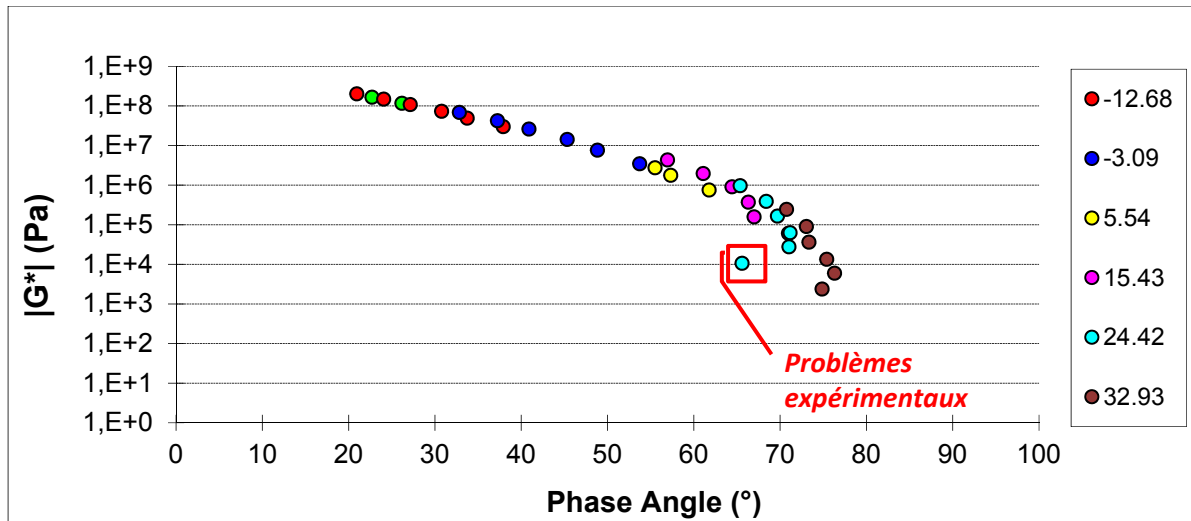


Figure 5.19 Courbe dans l'espace de Black du bitume : PG 58-28

Pour le bitume PG 70-28, on remarque sur la Figure 5.18 que les courbes se superposent bien et forment une courbe unique quand l'angle de phase est inférieur à 50°. Lorsque l'angle de phase devient supérieur à 50° les courbes du bitume PG70-28, qui correspondent aux températures : 24,3 °C, 34,1 °C et 43,8°C, semblent parallèles et ne s'alignent pas sur une courbe unique. On constate aussi une chute de l'angle de phase pour les températures 34,10 °C et 43,8°C. Cette chute de l'angle de phase est reportée dans la littérature pour les bitumes modifiés par polymère (Delaporte 2007, Olard 2003, Leuseur 2009). Elle traduit la réduction de la viscosité du bitume à hautes températures grâce à l'ajout de polymère. Cette réduction est attribuée au gonflement des polymères dans le bitume à la suite de l'absorption des aromatiques. Cette absorption conduit à l'augmentation du volume effectif solide dans le bitume. Cet effet est semblable à la chute de l'angle de phase observée pour les enrobés bitumineux à hautes température à cause de la présence des granulats. En conclusion on peut considérer que le bitume PG 70-28 vérifie le principe d'équivalence temps température partielle (PETTP).

En ce qui concerne le bitume PG 58-28 l'allure de la courbe dans l'espace de black est unique, on peut dire ainsi que ce bitume vérifie le principe d'équivalence temps température.

5.3.2 Comparaison entre le PG 70-28 et le PG 58-28

Dans le but de comparer les performances des deux bitumes en cisaillement, le coefficient complexe de renforcement R_M^* est calculé en prenant le PG 58-28 comme matériau de référence. Ce coefficient est calculé dans la plage de température $[-25^\circ\text{C}, 35^\circ\text{C}]$. La température de référence choisie est 15°C . L'évolution du coefficient de renforcement en norme et en angle de phase est donnée dans les Figures 5.20 (a) et (b).

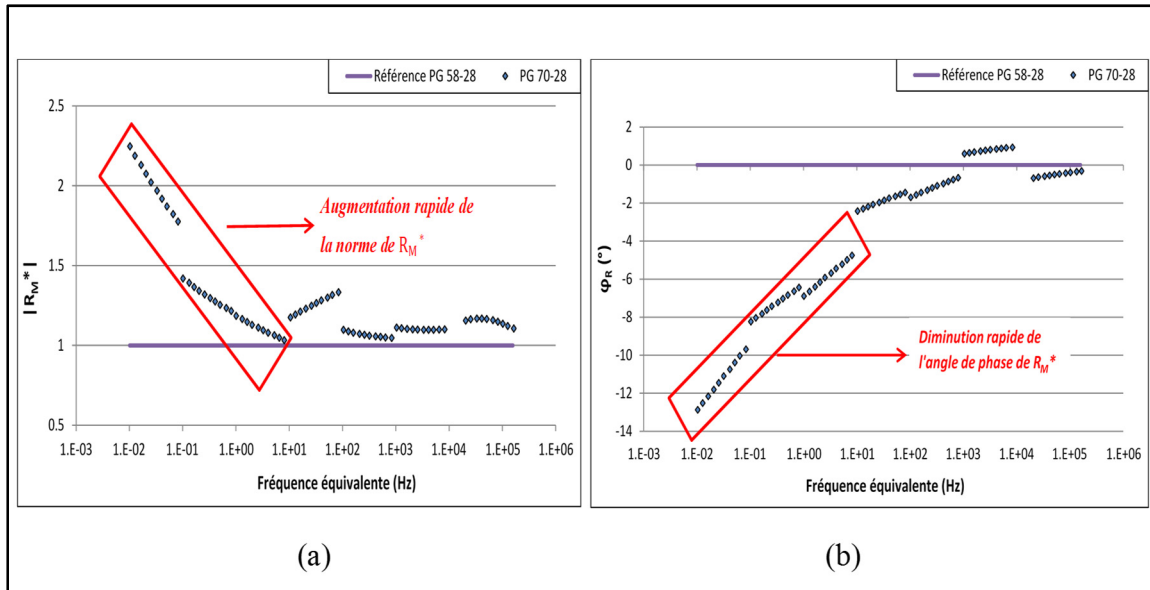


Figure 5.20 Évolution du coefficient de renforcement en norme du bitume PG 70-28 à $T_{Ref} = 15^\circ\text{C}$ en considérant le PG 58-28 comme référence.

Norme (a) et angle de phase (b)

On constate d'après les courbes des Figures 5.20 (a) et (b) que le bitume PG 70-28 est plus rigide que le bitume PG 58-28 sur toute la plage de fréquence, mais spécifiquement pour les hautes températures et/ou basses fréquences. La norme R_M^* tends vers 1 et l'angle de phase tends vers 0 quand la fréquence équivalente est supérieure à 100 Hz. Les deux bitumes possèdent des valeurs de module assez proches aux basses températures.

On remarque aussi que lorsque la fréquence équivalente est inférieure à 10 Hz (25°C et 9 Hz) la norme de R_M^* croît rapidement en fonction de la fréquence équivalente. La rigidité du bitume PG 70-28 atteint 2,25 à 10^{-2} Hz.

En outre, la Figures 5.20 (b) montre que l'angle de phase décroît rapidement quand la fréquence équivalente diminue de fait que la composante visqueuse du bitume PG 58-28 est plus importante dans cet intervalle. Il atteint un maxima de -12° à 10^{-2} Hz.

En résumé, l'effet rigidifiant des polymères dans le bitume PG 70-28 est visible quand la fréquence f_e est inférieure à 10Hz. Ces polymères contribuent à l'augmentation de la composante élastique du bitume qui se traduit par une réduction importante de l'angle de phase φ_R et une hausse de la norme $|R_M^*|$ (Olard 2003).

5.4 Propriétés rhéologiques des mastics bitumineux

5.4.1 Équivalence temps température

À l'instar des bitumes, cette partie traite de l'applicabilité du PETT (total ou partiel) pour les mastics de l'étude. Dans ce sens on vérifie l'allure des courbes maîtresses et du diagramme de Black.

Les courbes maîtresses de la norme et de l'angle de phase du G^* se construisent en une courbe unique pour tous les matériaux testés. Des exemples des courbes maîtresses construites sont donnés dans la suite de ce mémoire. On en conclut ainsi que les mastics de cette étude vérifient le PETT partiel.

Les Figures 5.21 et 5.22 présentent des exemples du diagramme de Black pour des matériaux bitumineux confectionnés à base de bitume PG70-28.

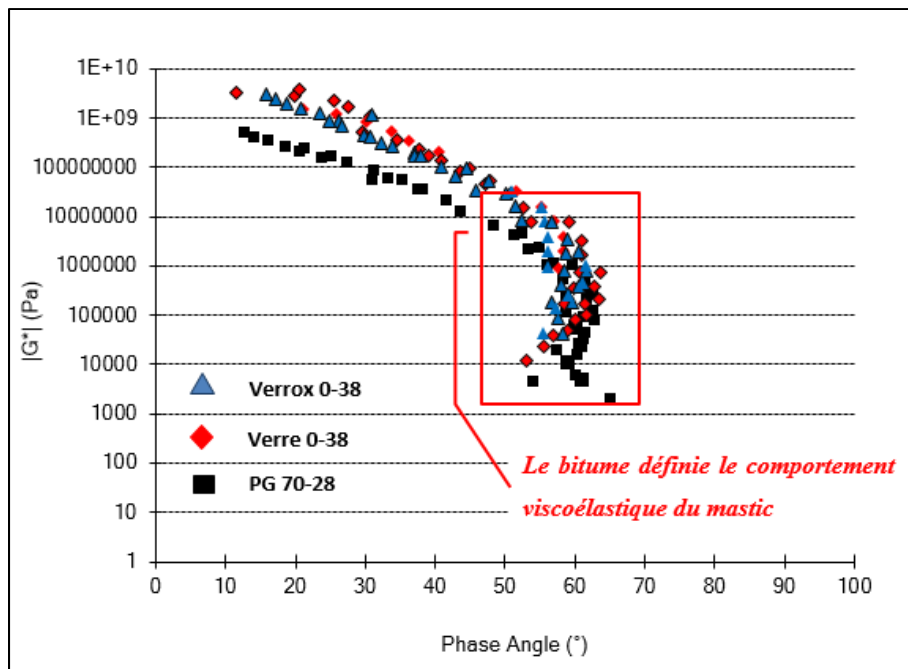


Figure 5.21 Représentation dans l'espace de Black des essais :
 RCA-PG 70-28, RCA-PG 70-28-Vx-0-38-S-40
 et RCA-PG 70-28-V-0-38-S-40 à $T=15^{\circ}\text{C}$

On remarque que les mastics à base du bitume PG 70-28 (Figure 5.21 et 5.22) ne forment pas de courbes uniques dans l'espace de Black. De plus, l'allure des courbes est similaire à celui du bitume. En effet, quand l'angle de phase est supérieur à 50° les courbes des mastics, qui correspondent aux températures : 25°C , 35°C et 45°C , semblent parallèles aussi et ne s'alignent pas sur une courbe unique. On constate aussi une chute de l'angle de phase pour ces températures. On peut dire de fait que les mastics de cette étude, confectionnés à base du PG 70-28, vérifient seulement le PETTP.

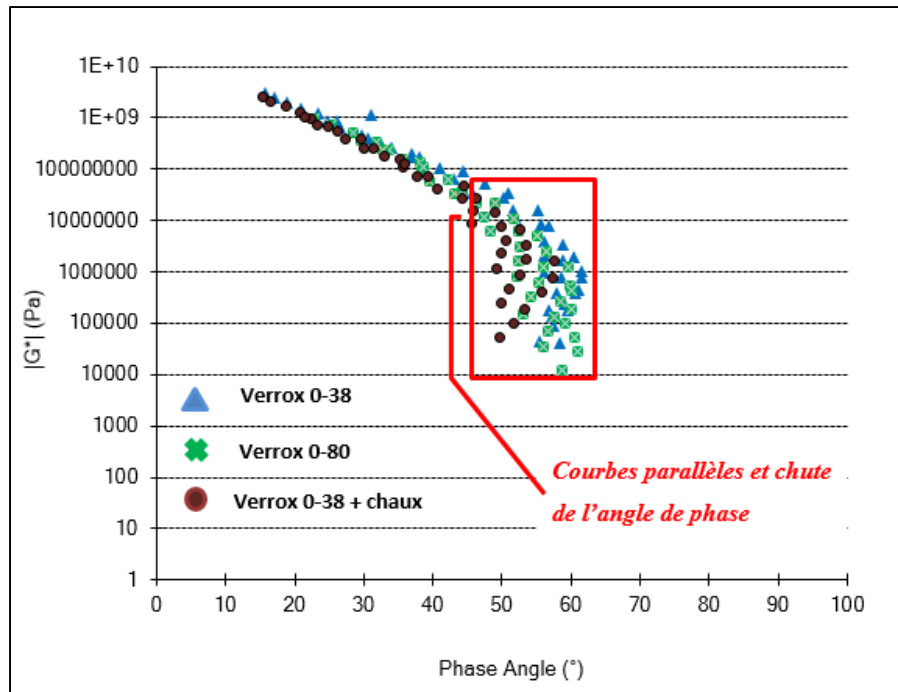


Figure 5.22 Représentation dans l'espace de black des essais :
 RCA-PG 70 28-V_x-0/38-S-40, RCA-PG 70 28-V_x-0/80-S-40
 et RCA-PG-70 28-V_x+Ch-0/38-S-40 à T= 15°C

La chute de l'angle de phase aux hautes températures est plus marquée dans le cas des mastics à cause de la présence des fillers. Ces fillers apportent une composante élastique additionnelle aux mastics. On note aussi que la chute de l'angle de phase est plus importante quand la fraction fine augmente dans le mastic, comme l'illustre l'exemple du Verrox 0/38 avec ajout de la chaux hydratée à la Figure 5.22. Ceci est rapporté dans la littérature par Tunnicliff (Tunnicliff, 1962) qui l'attribue à l'augmentation du volume de bitume fixé par les fillers.

En revanche, pour les mastics à base de PG 58-28, les courbes dans l'espace de Black sont uniques et les mastics vérifient ainsi le PETT.

En conclusion, il est clair d'après les résultats obtenus que le mastic hérite du comportement viscoélastique du bitume qui le constitue. Ce résultat semble logique puisque seul le bitume possède une composante visqueuse, le filler en revanche est un matériau élastique.

5.4.2 Influence de la taille des fillers

5.4.2.1 Description des résultats

Le bitume PG70-28 est utilisé dans cette partie afin d'évaluer l'influence de la taille des fillers sur le comportement VEL des mastics. Les fillers de verre post-consommation (V) et de verre micronisé Verrox (Vx) ont servi à fabriquer les matériaux testés dans cette partie. L'effet du diamètre maximal est mis en avant en évaluant les trois classes granulaires suivantes : 80/160 μm , 38/80 μm et 0/38 μm .

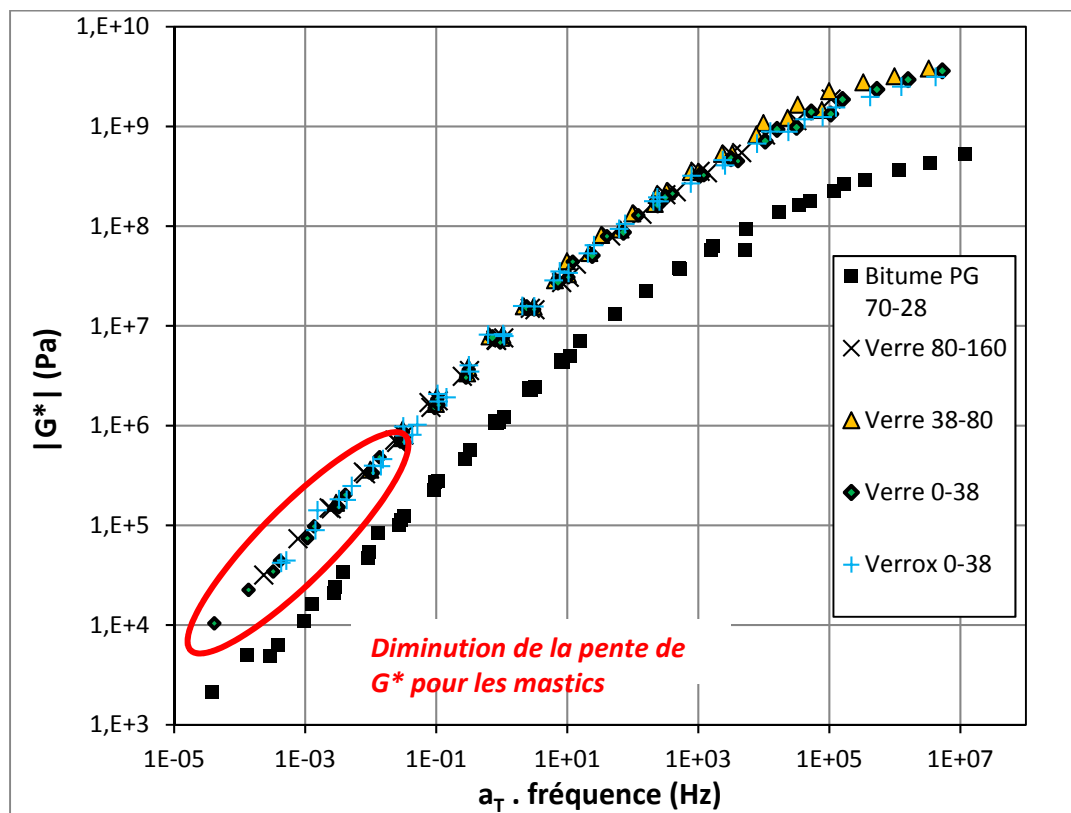


Figure 5.23 Courbe maîtresse (en norme) des matériaux : Bitume PG 70-28, mastic V-80/160, mastic V-38/80, mastic V-0/38 et mastic Vx-0/38 à $T = 15^{\circ}\text{C}$

Les courbes maîtresses de la norme et de l'angle de phase de G^* des matériaux de cette partie sont représentées dans les Figures 5.23 et 5.24. Les résultats des courbes montrent que la norme

de G^* des mastics est supérieure à celle du bitume dans toute la gamme de fréquences. On observe aussi une légère diminution de la pente de G^* pour les mastics aux basses fréquences. Par ailleurs, les courbes d'angle de phase des mastics sont proches de celle du bitume au-dessous de $f_e \sim 10^{-1} \text{ Hz}$. Au-delà de cette fréquence, la chute de l'angle de phase est plus importante pour les mastics que pour le bitume.

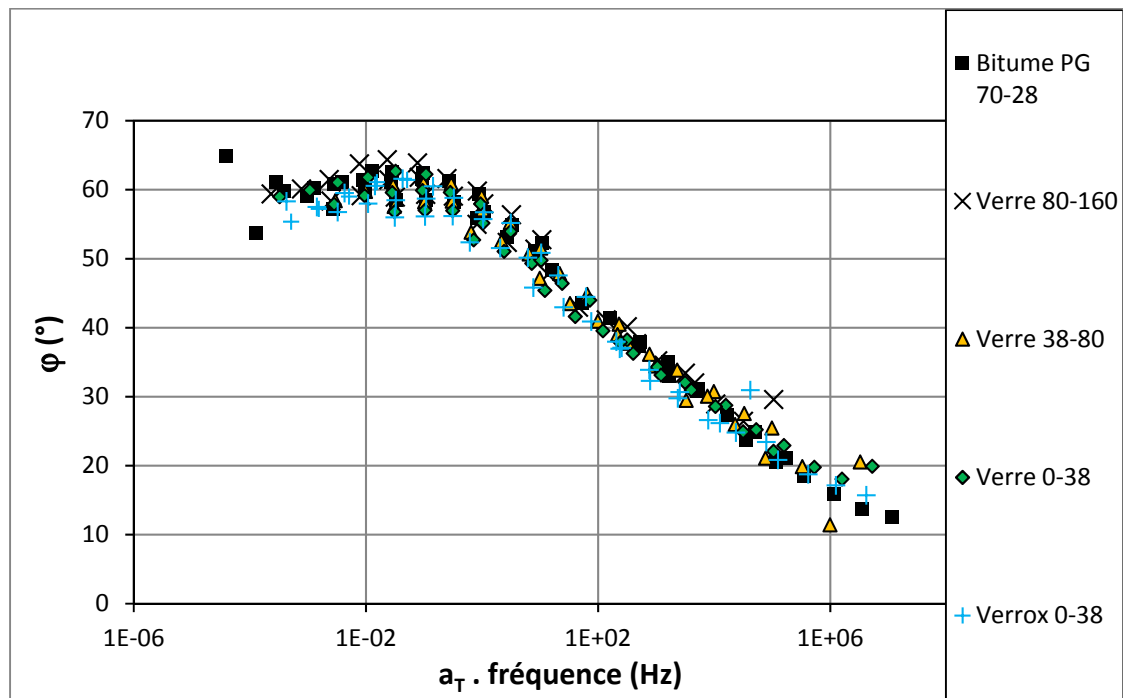


Figure 5.24 Courbe maîtresse (en angle de phase) des matériaux : Bitume PG 70-28, mastic V-80/160, mastic V-38/80, mastic V-0/38 et mastic Vx-0/38 à $T = 15^\circ\text{C}$

L'utilisation des courbes maîtresses permet d'apprécier le comportement des matériaux pour toutes les températures rapportées à la température de référence. Toutefois, les courbes sont tracées avec des données expérimentales discrètes. De plus, ces données s'entassent dans les courbes ce qui rend difficile de comparer directement les performances mécaniques des mastics.

Dans ce sens, l'analyse de l'influence de la taille des fillers est complétée en utilisant le coefficient complexe de renforcement R_M^* . Il est calculé à $T_{ref} = 15^\circ\text{C}$, en choisissant le

bitume PG 70-28 comme matériau de référence. Les courbes de R_M^* en norme et en angle de phase sont données respectivement dans les Figures 5.25 (a) et (b).

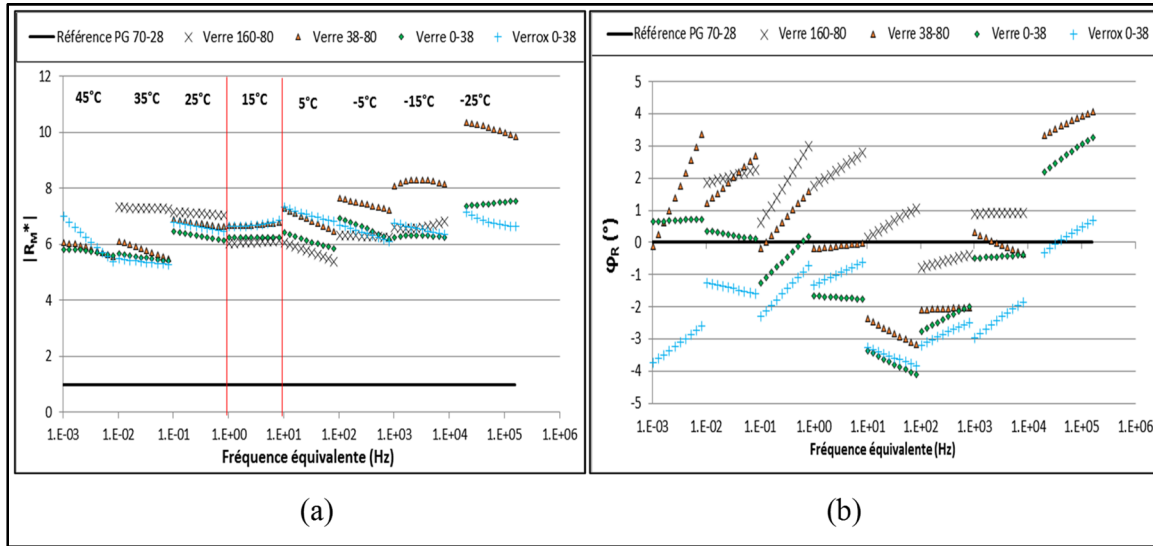


Figure 5.25 Évolution du coefficient de renforcement des essais :
PG 70 28-V-80/160-S-40, PG 70 28-V-38/80-S-40, PG 70 28-V-0/38-S-40
et PG 70 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T_{Ref} = 15^\circ\text{C}$.
Norme (a) et angle de phase (b)

On remarque à la Figure 5.25 (a) que l'évolution de la norme de R_M^* présente une allure assez similaire pour tous les mastics sur toute la gamme de fréquences équivalentes. Le mastic PG 70 28-V-38/80-S-40 a légèrement mieux performé (résistance au cisaillement) sur toute la gamme de fréquences.

On constate ainsi :

- la norme de R_M^* varie de 5 à 8 pour tous les mastics sur l'ensemble des fréquences équivalentes;
- aux basses températures, le mastic **V-38/80** affiche le renforcement le plus marqué avec $|R_M^*| = 10$ à $T = -25^\circ\text{C}$;
- aux hautes températures, le renforcement est le plus élevé pour le mastic **Vx-0/38** et $|R_M^*| = 7$ à $T = 45^\circ\text{C}$.

En revanche, l'angle de phase φ_R , présenté sur la Figure 5.25 (b), reste proche pour l'ensemble des mastics. Il varie dans une fourchette de -4° à $+4^\circ$ sur toute la gamme de fréquences équivalentes. Ces résultats respectent l'hypothèse que le bitume gouverne le comportement viscoélastique du mastic. Il est à noter aussi que la valeur de φ_R est négative pour les mastics **V-0/38** et **Vx-0/38** et est positive pour les mastics **V-80/160** et **V-38/80**.

5.4.2.2 Analyse des résultats

En résumé, les résultats montrent une tendance assez similaire de l'allure du R_M^* sur toute la gamme de fréquences équivalentes. Il est à souligner aussi que le mastic **Vx-0/38** est celui qui a le mieux performé aux hautes températures tandis que le mastic **V-38/80** a mieux performé aux basses températures.

Aux hautes températures, les études rapportées dans la revue de littérature (Delaporte 2007, Anderson et Goetz 1973) suggèrent que le renforcement des liants est en fonction de la taille des particules. De fait, puisque la surface spécifique augmente quand la taille des fillers diminue, les particules fines offrent ainsi une plus grande surface de contact avec le bitume et accroissent le volume de bitume fixé par ces particules. Ceci permet en théorie au mélange de supporter des sollicitations d'autant plus grandes. Les résultats de cette partie sont en accord avec les hypothèses de la revue de littérature vu que le mastic **Vx-0/38** est le plus performant à basse fréquence (haute température). De plus, la réduction observée de l'angle de phase de ce mastic conforte l'idée qu'un plus grand volume de bitume soit fixé par le filler **Vx-0/38**. Enfin, l'écart de performance entre le mastic **Vx-0/38** et le mastic **V-0/38** peut être relié à la présence d'une fraction de fine plus importante dans le Verrox que dans le verre post-consommation étant donné que le procédé de fabrication du Verrox (procédé de micronisation du verre) favorise la création de fine.

Airey et al., (2013) suggère que l'effet de renforcement des mastics à suspension concentrée se produit en raison de l'augmentation du volume effectif solide dans le mastic ainsi que la présence de contact interparticules des fillers. Ces particules provoquent une interaction

hydrodynamique dans le système de suspension concentré. Le mastic PG 70 28-V-38/80-S-40 semble ainsi mieux performer grâce à sa capacité à créer des interactions entre les particules. Ces interactions peuvent aider à former un squelette granulaire dans le mastic (Olard 2003, Buttlar 1999), ce qui augmente la composante élastique du mélange et par conséquent la valeur de son module complexe. Dans cette logique, on s'attend à ce que le mastic PG 70 28-V-**80/160**-S-40 soit plus rigide que le mastic PG 70 28-V-**38/80**-S-40. Toutefois, il semble que la surface spécifique plus grande du mastic PG 70 28-V-**38/80**-S-40 permet de fixer plus de bitume que le mastic PG 70 28-V-**80/160**-S-40 et de fait augmente considérablement sa rigidité.

À basse température, les mastics deviennent plus rigides du fait que la composante élastique du bitume augmente. Le mastic est ainsi composé d'une partie élastique (filler) et d'une partie qui tend vers un matériau élastique (le bitume). La présence d'inclusion solide favorise ainsi l'emmagasinement de l'énergie élastique lors d'une sollicitation. Cette énergie est d'autant plus importante que le mélange refroidit. Par conséquent, il semble que le filler **V-38/80** améliore la rigidité du mastic aux basses températures grâce à la présence d'occlusions plus grandes, de contact interparticule plus important et une meilleure répartition du squelette granulaire que dans le cas des autres fillers (**V-0/38** et **V-80/160**). L'essai de compacité de Ridgen aurait été judicieux afin de vérifier cette suggestion.

Enfin, la variation de l'angle de phase des 4 mastics de cette partie est faible et est peu significative. Néanmoins, il est important de souligner la composante visqueuse plus importante des mastics **V-80/160** et **V-38/80**. En effet, l'angle de phase de ces mastics est supérieur à celui du bitume. Ce résultat est reporté dans la littérature par Delaporte (2007) qui stipule que la variation de l'angle de phase est peu révélatrice pour donner une explication logique. Cependant, il met l'accent non seulement sur l'incertitude de mesure plus importante pour l'angle de phase que pour la norme du G^* , mais aussi la non-applicabilité du PETT total pour les mastics. La variation de l'angle de phase peut être aussi due à des problèmes expérimentaux.

De manière générale, les résultats obtenus montrent que la taille des fines a une influence plutôt faible sur le comportement des mastics. On peut ainsi dire que :

- la taille des fillers influence sensiblement la rigidification des mastics pour des températures comprises entre 25°C et – 15°C;
- les particules fines améliorent mieux la performance des mastics aux hautes températures (supérieure à 35°C). Il convient aussi de souligner l'importance des interactions entre particules dans la rigidification des mastics aux hautes températures;
- le comportement à basse température des mastics est assez proche et semble être amélioré par la présence d'un squelette granulaire continue et mieux répartie dans le mastic.

5.4.3 Influence de la nature des fines

L'influence de la nature des fines est étudiée en comparant deux minéralogies différentes : calcaire et silice. Le bitume PG 70-28 est utilisé comme liant pour ces essais. Les fillers pris pour la confection des mastics sont : C 0/80, V 0/38 et Vx 0/38.

À l'instar de la partie précédente, le coefficient de renforcement servira à étudier le pouvoir rigidifiant de différents fillers sur le bitume PG 70-28. Les Figures 5.27 (a) et (b) tracent l'évolution du coefficient R_M^* (en norme et en angle de phase) pour les matériaux de cette partie. Le bitume PG 70-28 est pris comme matériau de référence dans cette partie.

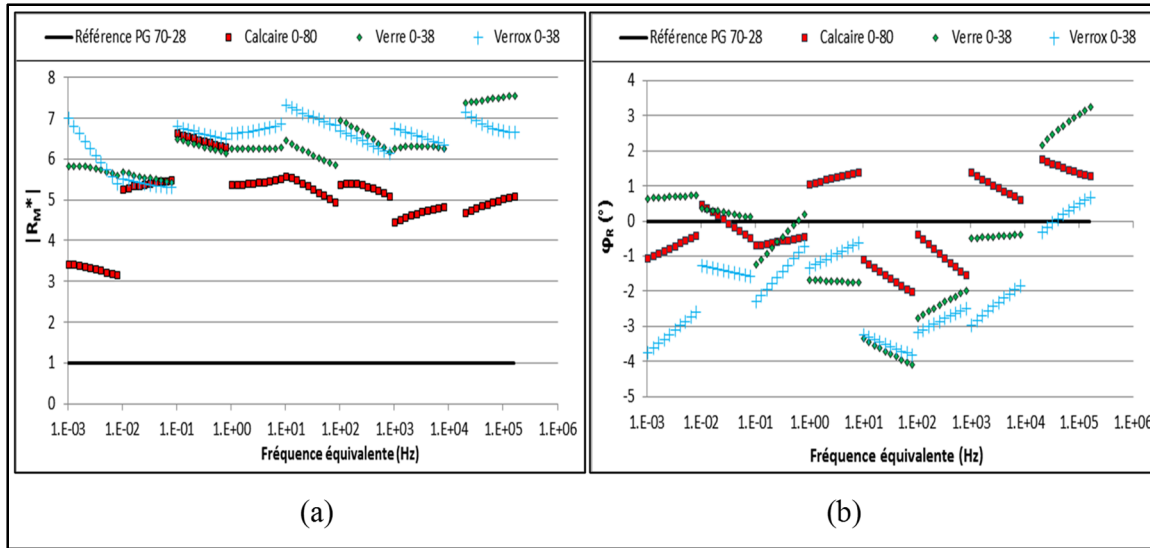


Figure 5.26 Évolution du coefficient de renforcement des mastics RCA-PG 70 28-C-0/80-S-40, RCA-PG 70 28-V-0/38-S-40 et RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T=15^\circ\text{C}$.
Norme (a) et angle de phase (b)

5.4.3.1 Description des résultats

Les Figures 5.26 (a) et (b) montrent que les fillers de verre possèdent un pouvoir rigidifiant supérieur à celui du calcaire sur toute la plage de fréquences équivalentes. L'évolution du R_M^* pour les trois fillers semble uniforme et varie entre 6 et 8 pour le filler de verre et entre 2,5 et 5 pour le filler de calcaire. On remarque aussi :

- le renforcement des mastics de V-0/38 et du C-0/80 est plus important aux basses températures (hautes fréquences). Le filler V-0/38 est celui qui a le mieux performé;
- à haute température, le filler Vx-0/38 est celui qui a le mieux performé tandis que le filler de calcaire est celui qui a le moins performé;
- le mastic Vx-0/38 est deux fois plus rigide que le mastic C-0/80 quand la fréquence équivalente $f_e < 10^{-2} \text{ Hz}$.

Par ailleurs, l'angle de phase φ_R , présenté sur la Figure 5.26 (b), est proche pour l'ensemble des mastics. Il varie dans une fourchette de -4° à $+4^\circ$ sur toute la gamme de fréquences équivalentes. Ces résultats respectent encore une fois l'hypothèse que le bitume gouverne le

comportement viscoélastique du mastic. Il est à noter aussi que la valeur de φ_R est positive pour les 3 mastics quand la fréquence équivalente est supérieure 10^4 Hz.

5.4.3.2 Analyse des résultats

Dans la littérature, la minéralogie siliceuse est considérée comme ayant le moins d'affinité avec le bitume (Di Benedetto et Corté, 2004). Ceci est dû au pouvoir zêta négatif des granulats de silice et à la nature négative des fonctionnalités polaires dominantes dans le bitume. Bien que les granulats de silice soient considérés comme étant très sensibles à l'eau, ce qui favorise le désenrobage du mélange bitumineux, les résultats montrent que le filler de verre a un meilleur pouvoir rigidifiant que celui du calcaire.

Les comportements des mastics observés dans cette partie ne peuvent pas être expliqués par la différence de minéralogie à elle seule. Cependant, il a été relevé dans la littérature (Lesueur 2006) que l'énergie de surface du verre est plus importante que celle du calcaire. L'énergie de surface influence la quantité de bitume fixé par le filler. On peut constater cet effet sur les courbes d'angle de phase puisque celui-ci demeure toujours le plus faible dans le cas du verre, en particulier pour le Verrox. Ceci peut expliquer en partie le plus grand pouvoir rigidifiant des fillers de verre aux hautes températures. Les résultats obtenus sont aussi encourageants vu que les fillers de verre ont mieux performé que le filler de calcaire.

5.4.4 Influence de la courbe granulométrique

L'étalement de la courbe granulométrique est étudié en comparant des fillers de verre à granulométrie serrée (S) et les fillers de verre à granulométrie étalée (E). Le bitume PG 70-28 est pris comme matériau de référence dans cette partie. Les fillers utilisés pour la confection des mastics sont : Vx-0/80-E avec Vx-0/38-S et V-0/160-E avec V-80/160-S.

L'étude de cette partie est faite toujours en considérant le coefficient complexe de renforcement R_M^* . Les Figures 5.27 et 5.28 tracent l'évolution du coefficient R_M^* (en norme et en angle de phase) pour les matériaux testés.

5.4.4.1 Description des résultats

Les Figures 5.27 (a) et (b) montrent l'évolution du coefficient R_M^* en norme et en angle de phase pour les mastics à base de verre post-consommation (V-80/160-S et V-0/160-E). Le renforcement de ces mastics est proche aux basses températures. La norme de R_M^* varie entre 5,5 et 6,5 dans cette zone. De plus, la variation de l'angle de phase est faible et reste inférieure à 2° en valeur absolue. Quand la fréquence diminue, on distingue :

- une diminution forte de la pente de R_M^* pour le mastic V-0/160-E quand $f_e < 10 \text{ Hz}$, la norme de R_M^* atteint un seuil minimal de 2,8 pour $f_e \sim 10^{-2} \text{ Hz}$;
- le renforcement en norme augmente en fonction de la température pour le mastic V-80/160-S jusqu'à une valeur maximale de 7,35 pour $f_e \sim 10^{-2} \text{ Hz}$;
- la variation de l'angle de phase est faible sur toute la gamme de fréquences et reste inférieure à 4° en valeur absolue;
- l'angle de phase du mastic V-80/160-S est toujours supérieur à celui du mastic V-0/160-E.

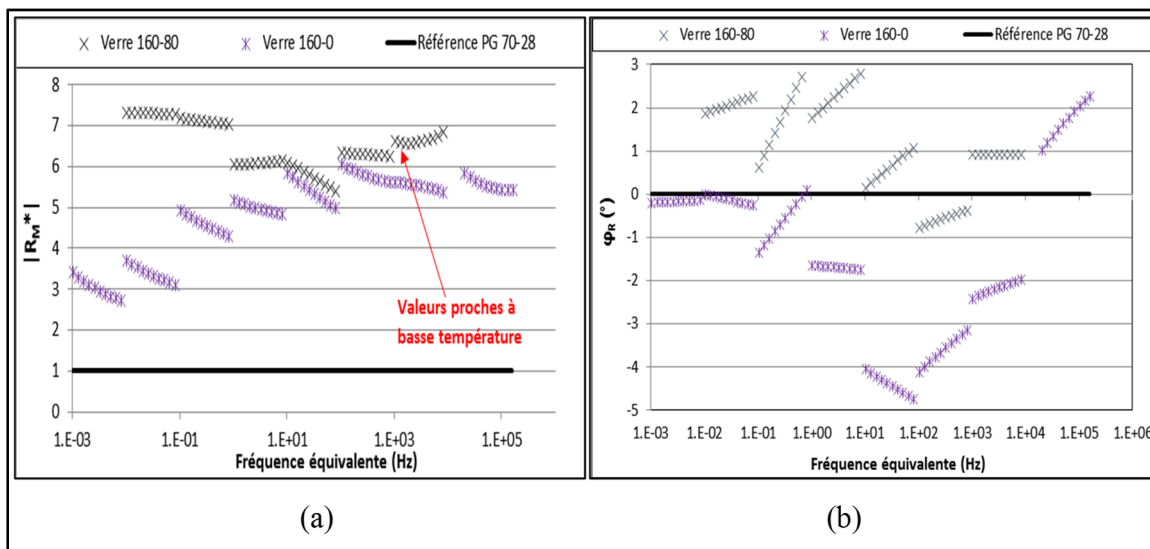


Figure 5.27 Évolution du coefficient de renforcement des mastics :
RCA-PG 70 28-V-80/160-S-40 et RCA-PG 70 28-V-0/160-E-40
calculés à $T = 15^\circ\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)

D'une manière générale, il est possible de dire que le mastic V-0/160-E a moins performé que le mastic V-80/160-S sur toute la gamme de fréquences.

Les Figures 5.28 (a) et (b) présentent l'allure des courbes du coefficient R_M^* (en norme et en angle de phase) pour les mastics fabriqués à partir du verre micronisé Verrox (**Vx-0/38-S** et **Vx-0/80-E**). On constate sur ces figures les comportements suivants :

- une tendance similaire du renforcement aux hautes fréquences pour les deux granulométries. La norme du R_M^* varie faiblement quand $f_e > 100 \text{ Hz}$ et l'angle de phase des deux mastics reste proche;
- la pente de $|R_M^*|$ du mastic **Vx-0/80-E** est décroissante sur l'intervalle $[10^{-3}, 10^2] \text{ Hz}$. Le renforcement augmente en fonction de la température et devient supérieur à celui du mastic **Vx-0/38-S** lorsque $f_e < 0,01 \text{ Hz}$. Il atteint une valeur maximale de 8,5. Le φ_R aussi semble augmenter sensiblement quand la fréquence diminue et est restée négative et supérieure à -6° pour toutes les fréquences;
- l'allure de $|R_M^*|$ du mastic **Vx-0/38-S** évolue de manière quasi-constante autour de 7 quand $f_e > 0,1 \text{ Hz}$. À hautes températures la pente du renforcement est négative et la norme de R_M^* passe de 7 à 5,2 dans l'intervalle $[10^{-3}, 10^{-2}]$;
- dans l'intervalle $[10^{-2}, 10^{-1}]$ le renforcement est identique pour les deux mastics;
- la variation de l'angle de phase dépend de la fréquence et varie entre 0 et 6 en valeur absolue.

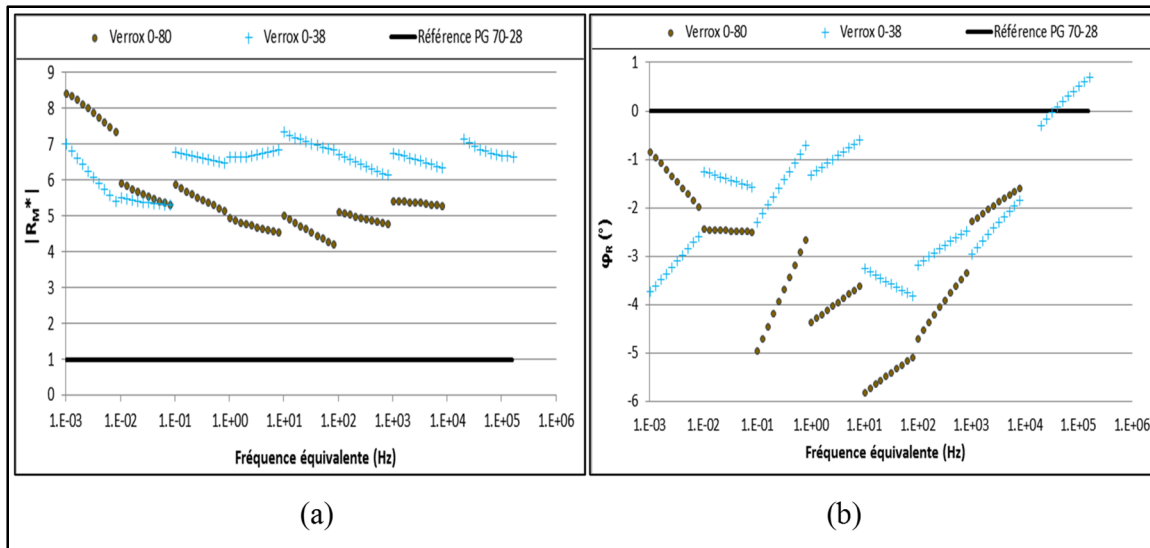


Figure 5.28 Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics : RCA-PG 70 28-Vx-0/80 -E-40 et RCA-PG 70 28-Vx-0/38-S-40 calculés à $T = 15^\circ\text{C}$.
Norme (a) et angle de phase (b)

D'une manière globale, il est possible de dire que la granulométrie serrée provoque un renforcement plus important que celui causé par la granulométrie étalée, excepté pour le cas du mélange **Vx-0/80-E** qui a mieux performé à très haute température. L'angle de phase semble varier de façon non significative et demeure proche de celui du liant.

5.4.4.2 Analyse des résultats

Les résultats de l'influence de la granulométrie sur les fillers montrent que les fillers à granulométrie serrée améliorent mieux les performances des mastics en comparaison avec les fillers à granulométrie étalée. L'angle de phase varie faiblement pour les mastics et reste proche de celui du bitume. Le mastic hérite ainsi de la composante visqueuse de son liant.

L'étude de la granulométrie des fillers a été réalisée par Delaporte (2007) à l'aide du RCA sur des mastics à base de calcaire. Les résultats ont révélé un comportement proche à basse température et une rigidité faiblement supérieure dans le cas de la granulométrie serrée. Ce résultat a été proposé aussi par Lackner (Lackner 2005) qui a étudié l'influence de la minéralogie et la granulométrie des fillers sur le comportement aux hautes fréquences des

mastics en utilisant un rhéomètre BBR (Bending Beam Rheometer). La variation de l'angle de phase semble peu révélatrice et demeure proche de celle du bitume. L'auteur conclut que la granulométrie des fillers a une influence relativement faible sur le comportement des mastics bitumineux (Delaporte 2007).

Nos résultats semblent conforter les résultats de la littérature. À haute température, la granulométrie serrée favorise la création d'un squelette granulaire peu dispersé vu que la différence de taille entre les particules est plus faible que pour le cas d'une granulométrie étalée. Ceci peut générer des contacts intergranulaires importants dans le mastic. Néanmoins, la variation de la rigidité demeure faible pour conclure. Aux basses températures, le comportement des mastics ne semble pas être affecté par la granulométrie.

5.4.5 Compatibilité filler-bitume

L'objectif de cette partie est de vérifier l'existence d'affinités particulières entre les bitumes et les fillers étudiés dans ce projet. Il s'agit donc de comparer le renforcement d'un même filler sur les bitumes PG 70-28 et PG 58-28. Les fillers étudiés dans cette partie sont : **Vx-0/38** et **Vx+Ch-0/38**. Le coefficient de renforcement est calculé en considérant à la fois les bitumes PG 70-28 et PG 58-28 comme matériau de référence pour chacun des fillers précités.

5.4.5.1 Description des résultats

L'évolution en norme et en angle de phase du coefficient de renforcement complexe des mastics est présentée dans les Figures 5.29 et 5.30. Elle semble différente pour les deux bitumes :

- pour les deux liants, la norme de R_M^* semble converger vers des valeurs proches aux hautes fréquences. L'angle de phase varie de manière faible pour les deux fillers et il est proche de celui des bitumes;
- aux hautes températures, la pente du renforcement est décroissante et la $|R_M^*|$ augmente en fonction de la température. Le renforcement est plus important, pour les deux fillers, dans

le cas du bitume PG 58-28 en comparaison au bitume PG 70-28. L'angle de phase est légèrement supérieur dans le cas du bitume PG 70-28 pour le filler **Vx-0/38**.

De manière générale, on peut dire que le renforcement des mastics à base du bitume PG 58-28 est supérieur à celui des mastics à base du bitume PG 70-28 aux hautes températures. On constate une tendance similaire des matériaux de cette partie aux basses températures.

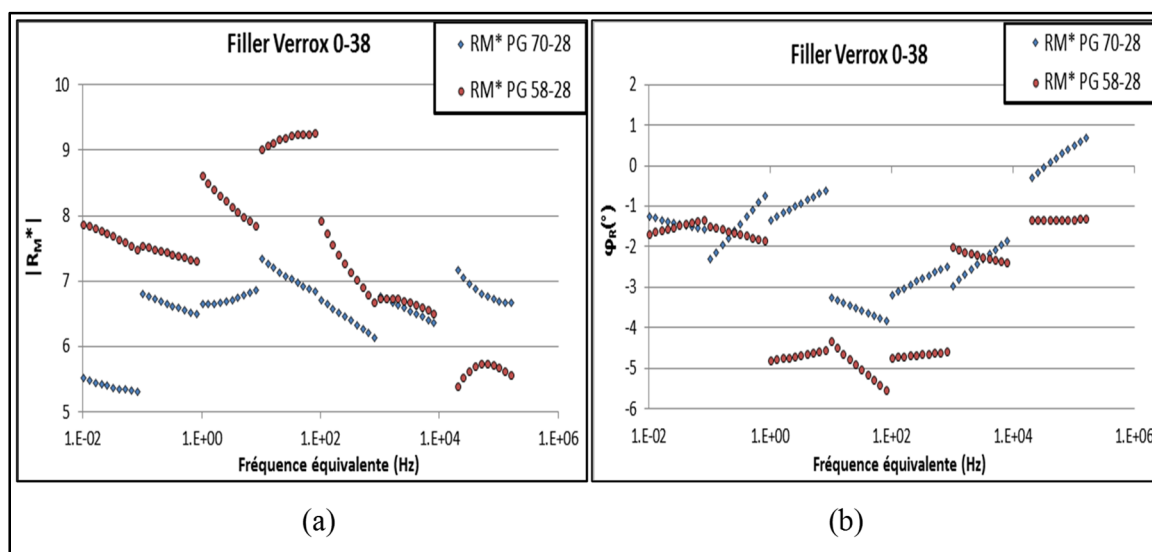


Figure 5.29 Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics :
RCA-PG 70 28-Vx-0/38 -S-40 et RCA-PG 58 28-Vx-0/38-S-40
calculés à $T_{Ref} = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)

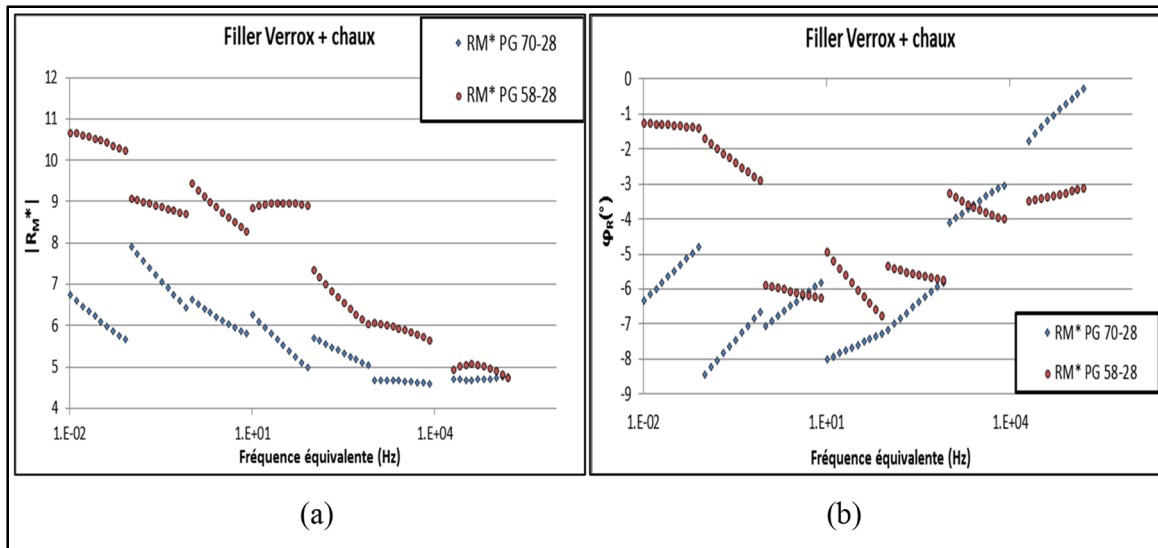


Figure 5.30 Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics :
RCA-PG 70 28-Vx+Ch-0/38 -S-40 et RCA-PG 58 28-Vx+Ch-0/38-S-40
calculés à $T_{Ref} = 15^{\circ}\text{C}$. Norme (a) et angle de phase (b)

5.4.5.2 Analyse des résultats

Les conclusions de cette partie semblent favoriser l'affinité des fillers avec le bitume de distillation direct PG 58-28 aux hautes températures. Toutefois, la comparaison entre ces deux bitumes (paragraphe 4.2 chapitre 3) montre que le bitume PG 70-28 est plus rigide à haute température grâce à l'ajout de polymères. Dans cette logique, il se peut que l'affinité perçue avec le bitume PG 58-28 soit en fait dû à sa faible rigidité à basses fréquences (le renforcement est plus grand, car le bitume est plus faible). Il se peut que le renforcement dû à un filler soit constant et indépendant de la nature du bitume, ce résultat a été constaté aussi lors de l'étude de la sensibilité thermique du mastic RCA-PG70 28-V-38/80-S-40. À basse température nos résultats concordent avec ceux de la littérature (Delaporte 2007, Lackner 2005) puisque le renforcement possède des valeurs proches pour les quatre mastics.

5.4.6 Comparaison Calcaire-Verre

Dans cette partie, il est question de comparer les performances des tous les mastics à base de verre recyclé à celle du mastic à base de calcaire usuellement utilisé dans la confection des

enrobés bitumineux, pour le bitume PG70-28. Le coefficient de renforcement est calculé dans cette partie en considérant le mastic de calcaire comme matériau de référence. En outre, les résultats obtenus permettent d'évaluer la compatibilité des bitumes avec les différents types de fillers.

L'évolution du R_M^* (Norme et en angle de phase) est donnée dans les Figures 5.31 (a) et (b).

On remarque que d'après ces figures :

- tous les mastics à base de verre recyclé ont des rigidités supérieures à celle du mastic calcaire sur toute la gamme de fréquences équivalentes à l'exception du mastic RCA-PG 70 28-V-0/160-E-40 qui possède un $|R_M^*| = 0,6$ dans l'intervalle $[10^{-2}, 10^{-3}]$ Hz;
- quand la fréquence $f_e < 10^{-2}$ Hz (35 °C et 0.3 Hz), tous les fillers de verre, à l'exception du V-0 160, sont plus rigide que le filler de calcaire et la valeur de la norme de R_M^* varie entre 1,75 et 2,5;
- quand la fréquence $f_e > 10^{-2}$ Hz la valeur du R_M^* décroît pour tous les mastics et varie entre 1 et 1.5 excepté le V-38/80 qui possède des valeurs de R_M^* entre 1,75 et 2 à haute fréquence;
- la tendance observée pour l'angle de phase est semblable à celle des parties antécédentes. Il varie sensiblement sur toute la gamme de fréquences est demeure proche de 4 en valeur absolue.

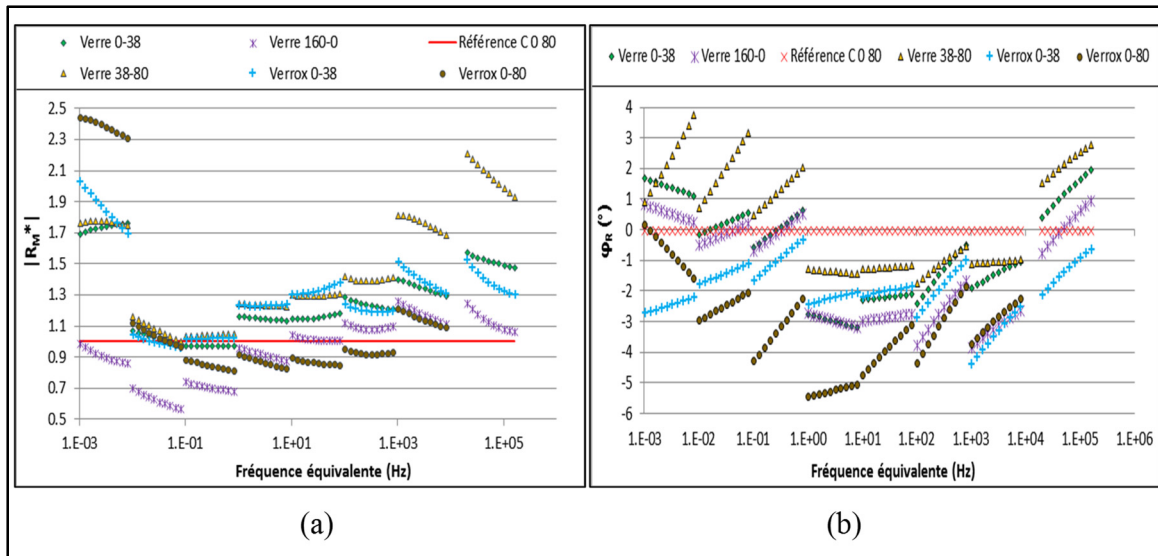


Figure 5.31 Évolution de la norme du coefficient de renforcement des mastics fabriqués avec le bitume PG70-28 en considérant le mastic PG 70 28-C-0/80 comme référence. Norme (a) et angle de phase (b)

En définitive, les fillers de verre recyclé possèdent une résistance au cisaillement supérieur ou dans le pire des cas égaux à celle du mastic avec calcaire. Le filler V-38/80 semble avoir la meilleure affinité avec le bitume PG70-28. Ce résultat est assez surprenant du fait que la littérature rapporte que la minéralogie calcaire possède une meilleure affinité avec les bitumes que la minéralogie siliceuse. Toutefois, à la lumière des résultats obtenus dans cette partie, il semble que les fillers de verre recyclé rigidifient le bitume plus que le filler de calcaire. Ce résultat peut dériver de plusieurs facteurs à savoir :

- l'énergie de surface plus grande du verre qui favorise les interactions de surface et augmente l'adhérence entre le filler et le bitume;
- la forme des fillers de verre de nature angulaire ou plate est plus favorable à l'augmentation de la viscosité du mastic que la forme sphérique en grain généralement présente dans les fillers de calcaire;
- la densité des particules de verre est inférieure à celle du filler calcaire ce qui implique que pour une même masse, le nombre de particules de verre est supérieur à celui du calcaire. Ceci semble être favorable à la création de plus de contact intergranulaire dans le squelette granulaire du mastic et assure ainsi sa durabilité.

5.4.7 Utilisation de la chaux

L'ajout d'additif comme le filler de chaux est abordé dans cette partie afin d'évaluer l'influence du dopage en super fine sur la rhéologie des mastics bitumineux avec le verre recyclé. Les mastics étudiés dans cette partie sont confectionnés à partir du bitume PG 70-28. L'influence de l'ajout de chaux est traitée en comparant les performances des fillers $V_x-0/38$ et $V-0/160$ aux fillers $V_x+Ch-0/38$ et V_c+Ch . Le filler V_c+Ch est un filler de verre composé de : 10 % $V-80/160$, 10% chaux, 40% $V-38/80$ et 40% $V_x-0/38$. L'idée est de créer une granulométrie étalée à l'instar du $V-0/160$ tout en améliorant les caractéristiques du mélange à haute température.

L'analyse des données est effectuée par le calcul du coefficient de renforcement en norme et en angle de phase. Ce coefficient est calculé en considérant le bitume PG-70 28 comme matériau de référence. Les courbes du R_M^* sont présentées sur les Figures 5.32 (a) et (b).

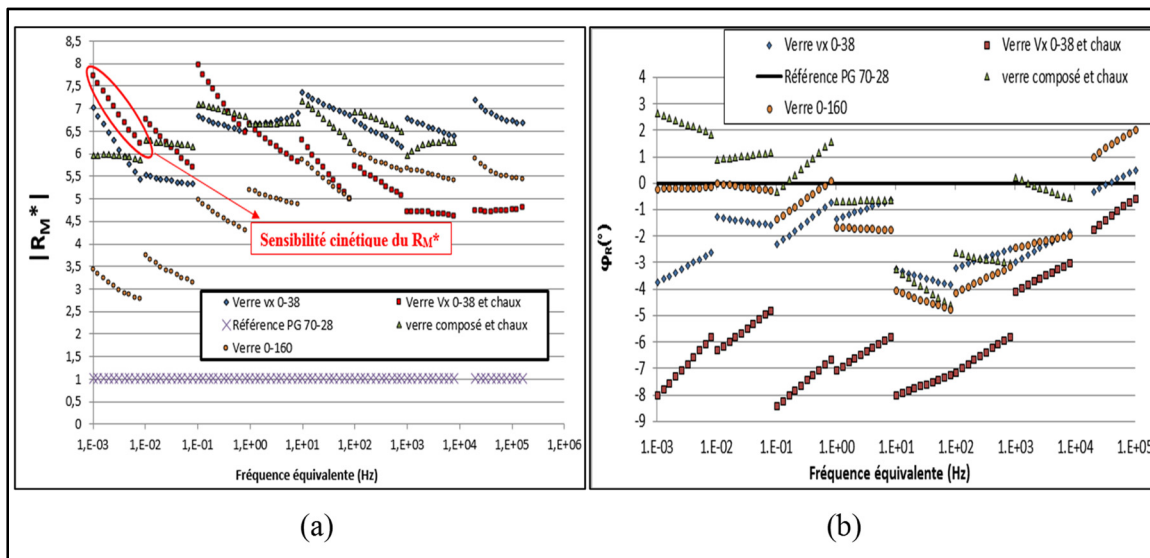


Figure 5.32 Évolution du coefficient de renforcement des mastics fabriqués avec le bitume PG70-28 en considérant le bitume PG 70 28 comme référence.

Norme (a) et angle de phase (b)

5.4.7.1 Description des résultats

Les courbes de renforcement en norme et angle de phase montrent une augmentation importante de la rigidité des mastics à haute température en raison de l'ajout de chaux. En revanche, à basse température, l'effet de l'ajout de la chaux n'est pas identique pour les mastics.

On distingue d'après la Figure 5.32 (a) :

- une augmentation de la rigidité du mastic Vx-0/38 en raison de l'ajout de la chaux (mastic Vx+Ch-0/38) sur l'intervalle $[10^{-3}, 1]$. Un gain de 10% à 20% en norme de R_M^* est comptabilisé dans cette zone. De plus, le renforcement du mastic Vx+Ch-0/38 n'est pas monotone et décroît fortement dans chaque décade de fréquence (sensibilité cinétique). À titre d'exemple, quand $10^{-3} < f_e < 10^{-2}$, la pente de la norme de R_M^* est d'environ -15%. Lorsque la fréquence équivalente est supérieure à 1 Hz, la rigidité du mastic Vx+Ch-0/38 chute rapidement par rapport à celle du Vx-0/38. Une perte de l'ordre de 40% est alors perçue dans cette zone. Cependant, le renforcement des deux mastics tend à se stabiliser quand $f_e > 10^3$ et prends une valeur de 6,5 pour le Vx-0/38 et une valeur de 4,5 pour le Vx+ch-0/38;
- une augmentation importante de la rigidité du mastic Vc+Ch en comparaison avec le mastic V-0/160 dans l'intervalle $[10^{-3}, 10^2]$. L'ajout de filler de chaux améliore considérablement les performances du mastic V-0/160 aux hautes températures (45°C, 35°C et 25°C). La valeur de la norme $|R_M^*|$ du mastic Vc+Ch est deux fois supérieure à celle du mastic V-0/160 dans cette zone. Lorsque la fréquence équivalente est supérieure à 10^2 Hz, les coefficients des mastics tendent vers des valeurs assez proches et se stabilisent à 6,2 quand $f_e > 10^4$ Hz.

En ce qui concerne l'évolution de l'angle de phase du R_M^* , la Figure 5.32 (b) montre :

- une chute marquée de l'angle de phase du mastic Vx+Ch-0/38 sur l'intervalle $[10^{-3}, 10^3]$. La valeur de φ_R est comprise en 5° et 8° sur cette gamme de fréquences. Lorsque $f_e > 10^3$

Hz, l'angle de phase du mastic $V_x+Ch-0/38$ tend vers celle du mastic $V_x-0/38$ et s'approche aussi de celle du bitume;

- une évolution parallèle et monotone de l'angle de phase des mastics $V-0/160$ et V_c+Ch sur toute la gamme de fréquences. La différence d'angle de phase entre les deux mastics demeure stable et inférieure à 2° . À basse température, l'angle de phase converge vers des valeurs proches de celle du bitume.

5.4.7.2 Analyse des résultats :

Globalement, l'ajout de filler de chaux améliore considérablement les performances des mastics à haute température. À basse température, on a constaté une chute de rigidité pour le mastic $V_x+Ch-0/38$. Dans le cas du mastic V_c+Ch , le renforcement à garder une allure monotone sur toute la gamme de fréquences équivalentes.

Le filler de chaux fait partie des fillers actifs qui réagissent avec le bitume et modifient sa structure chimique (Lesueur, 2010). Son caractère fortement basique favorise la réaction avec les tensioactifs anioniques dans le bitume. Les acides tels que les acides carboxyliques ou encore les 2-quilinoles sont ainsi retiré du bitume de façon définitive (Little & Petersen, 2005). Les acides ont une faible affinité avec les particules siliceuses (Podoll et al., 1990). La réduction d'acide dans le bitume améliore donc l'adhésion bitume verre. Nos résultats semblent conforter cette tendance. On a en effet constaté une amélioration à haute température du comportement des mastics à la suite de l'ajout du filler de chaux. En particulier, dans le cas du filler V_c+Ch , un gain de 100% a été comptabilisé pour les hautes températures ($45^\circ C$, $35^\circ C$ et $25^\circ C$). En revanche, dans le cas du mastic $V_x+Ch-0/38$, on a constaté une perte de rigidité de l'ordre de 40% lorsque la fréquence équivalente est supérieure à 10 Hz. Il est à noter aussi dans ce cas que le renforcement de ce mastic ($V_x+Ch-0/38$) présente une forte sensibilité cinétique à chaque décade de fréquence. En vérifiant les résultats de l'essai, il s'est avéré que ce mastic perd plus de 5% de la valeur initiale de son module lors de chaque fréquence de sollicitation. Le mastic est de fait sollicité dans le domaine non linéaire. Ceci est dû en partie à une rigidification importante causée par le mélange de Verrox à la chaux hydratée. Les

résultats de l'angle de phase semblent appuyer ce propos vu que ce dernier est de l'ordre de -7° . L'ajout de filler de chaux est donc favorable au mastic à haute température, mais risque de le rendre plus fragile à basse température.

5.5 Propriétés rhéologiques des enrobés bitumineux

L'objectif de cette partie est d'obtenir une première idée sur l'influence des mastics bitumineux avec verre recyclé sur le comportement VEL des enrobés bitumineux. Cette partie ne constitue pas une étude détaillée de la rhéologie des enrobés bitumineux. Les fillers ayant le plus performés dans la partie précédente sont retenus pour la confection des enrobés bitumineux testés en occurrence : le Vx-0/38 et le V+Ch-38/80

L'enrobé bitumineux semi-grenu ESG 10 est choisi pour quantifier la rigidification induite par l'ajout de filler dans le bitume sur le comportement des enrobés bitumineux. Les fillers retenus pour la confection des enrobés sont : le filler Vx-0/38 et le filler V+Ch-38 80. Les essais de module complexe réalisés dans cette partie sont :

- MC-ESG 10-PG 70 28-C+Ch-0/80-40 (Référence)
- MC-ESG 10-PG 70 28-Vx-0/38-40
- MC-ESG 10-PG 70 28-V+Ch-38/80-40

5.5.1 Formulation de l'ESG 10

La formulation de l'ESG 10 utilisée dans cette partie est celle fournie par la société DJL (paragraphe 4.6). Cette formulation respecte les exigences du MTMDET relatif à la granulométrie et aux caractéristiques volumétriques selon la méthode de formulation LC. Par ailleurs, cette formulation a été modifiée dans le but d'incorporer les fillers de verre recyclé tout en gardant une proche similitude avec la formulation de référence. Les combinés granulaires d'enrobés de cette étude sont donnés dans le Tableau 5.6. Les courbes granulométriques quant à eux sont données dans la Figure 5.46.

Tableau 5.6 Combiné granulaire des enrobé ESG 10 fabriqués

Enrobé bitumineux ESG10			C+Ch-0/80-40	Vx-0/38-40	V+Ch-38/80-40
Proportion (%)	Calcaire (mm)	5-10	39	39	39
		0-5 lavé	35,6	35,6	35,6
		0-5	14,8	14,8	14,8
		0-1,25	6,7	6,7	6,7
		Filler (Verre ou Calcaire)	1,7	3,7	1,7
		Chaux hydratée	2	0	2

Les formulations des ESG 10 sont quasi-identique, seule la fraction de fine est variable.

5.5.2 La densité maximale d_{mm}

L'essai de détermination de la densité maximale (d_{mm}) se déroule selon la méthode d'essai LC26-045. Il sert à définir les propriétés volumiques de l'enrobé et ainsi quantifier son volume de bitume effectif (V_{be}). Le MTMDET exige d'avoir un V_{be} de $12,2\% \pm 0,1$ dans le cas d'un ESG10. La d_{mm} permet en outre de calculer le pourcentage de vides des enrobés au cours des essais de compacité à la presse à cisaillement giratoire PCG ou encore pendant les essais d'orniérage. Les résultats de l'essai de d_{mm} sont présentés dans le Tableau 5.7.

Tableau 5.7 Résultats des caractéristiques volumétriques de l'enrobé bitumineux ESG10

Enrobé	Bitume (b%)	d_{mm}	d_{gb}	$V_{be}(\%)$
ESG10-C+Ch-0 80-40	5,3	2,532	2,741	12,3
ESG10-Vx 0 38-40	5,3	2,528	2,739	12,3
ESG10-V+Ch-38 80-40	5,3	2,522	2,737	12,3

Où : $b(\%)$ est le pourcentage massique de bitume par rapport au mélange et d_{gb} la densité brute du combiné granulaire. Il est possible de voir dans le Tableau 5.7 que les propriétés volumétriques des enrobés avec filler de verre sont sensiblement différentes de celles de l'enrobé de référence.

5.5.3 L'aptitude au compactage (PCG)

L'aptitude au compactage des enrobés testés est déterminée suivant la méthode d'essai LC26-003 : Détermination de l'aptitude au compactage des enrobés à chaud à la presse à cisaillement giratoire. L'objectif de cet essai est de reproduire l'action d'un rouleau compacteur lors du compactage de la chaussée au moyen de girations et d'une pression constante de la presse. Les exigences du MTMDET par rapport au nombre de girations pour les enrobés ESG10 sont données dans le Tableau 5.8.

Tableau 5.8 Résultats de l'essai PCG

Girations	Pourcentages de vides (%)			Exigences
	C+Ch-0/80-40	Vx-0/38-40	V+Ch-38/80-40	
0	25,9	25,2	24,9	S.O
10	14,7	14,5	14,3	$\geq 11\%$
80	6,7	7,0	6,9	4-7%
200	3,8	4,4	4,1	$\geq 2\%$

5.5.4 Essai de module complexe E^*

L'essai du module complexe (E^*) consiste à appliquer des sollicitations sinusoïdales en traction compression des éprouvettes cylindriques d'enrobé bitumineux (voir Figure 5.33). Les éprouvettes possèdent un diamètre de 74,2 mm et une hauteur autour de 136 mm. L'essai permet l'étude du comportement VEL de l'enrobé sur une large gamme de température/fréquence de sollicitation. L'échantillon d'enrobé est testé de façon axiale par le

moyen d'une presse hydraulique MTS 810, en mode déformation (ou déplacement), à différents couples fréquences températures.

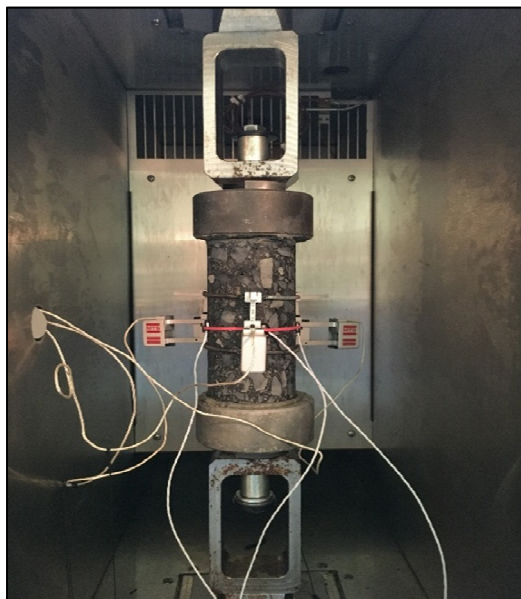


Figure 5.33 Éprouvette d'enrobé testé à l'essai de module complexe

Les caractéristiques des éprouvettes d'enrobé bitumineux pour les modules complexes sont présentées dans le Tableau 5.9.

Tableau 5.9 Caractéristiques des éprouvettes de l'essai de module complexe E^*

Enrobé	Hauteur (mm)	Diamètre (mm)	Masse (g)	d_{mb}	d_{mm}	% vides
C+Ch-0/80	136,6	74,2	1458,2	2,469	2,532	2,4
Vx-0/38	137,1	74,2	1461,1	2,464	2,528	2,4
V+Ch-38/80	136,7	74,2	1448,2	2,450	2,522	2,9

Dans l'optique de solliciter les échantillons d'enrobé dans le domaine VEL, la déformation visée est de 50 μ def. En tout, huit températures (35, 25, 15, 5, -5, -15, -25, -35°C) ont été évaluées à sept différentes fréquences (10, 3, 1, 0,3, 0,1, 0,03, 0,01Hz).

Le traitement des données se fait à l'instar de l'essai RCA par une macro Excel. La qualité des résultats est vérifiée par rapport à deux critères soit, 1) les indices de qualité des signaux de contrainte (σ), de déformation (ϵ) et des différents extensomètres qui doivent idéalement être inférieurs à 15% et 2) l'écart de déformation entre les différents extensomètres qui doit être inférieur à 25%. Un écart trop important implique que les déformations obtenues ne sont pas homogènes dans l'ensemble de l'éprouvette. Enfin, les résultats valides sont analysés et modélisés avec le modèle 2S2P1D.

5.5.5 Module complexe des enrobés

La représentation des résultats du module complexe E^* dans le plan Cole-Cole et dans l'espace de Black est donnée respectivement aux Figures 5.34 et 5.35. La construction des courbes maîtresses quant à elle est présentée dans la Figure 5.36. À noter que la température de référence choisie est 15°C.

Il est possible de voir à la Figure 5.35 une chute importante de l'angle de phase qui produit une allure de virgule sur les courbes de l'ensemble des enrobés. Les isothermes des enrobés à haute température, à l'instar de celles du liant, se regroupent de façon parallèle et ne s'alignent pas sur une courbe unique. Le PETT est donc non validé pour les enrobés bitumineux aussi. Toutefois, l'allure d'une courbe unique est observée pour l'ensemble des courbes maîtresses des enrobés présentées sur la Figure 5.36. Le PETT partiel est ainsi vérifié pour ces enrobés.

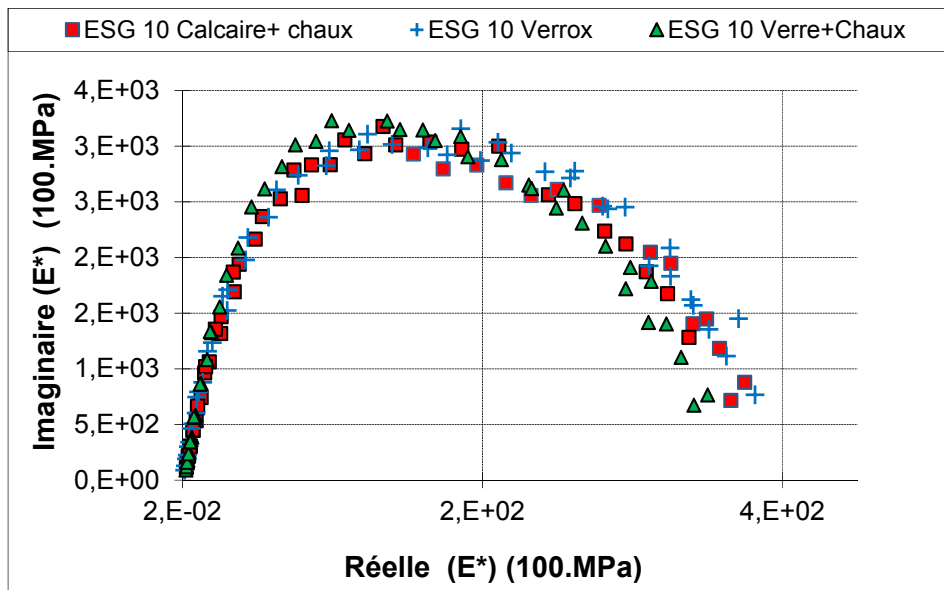


Figure 5.34 Représentation dans le plan Cole-Cole des résultats de module complexe (PG 70-28 éprouvette PCG)

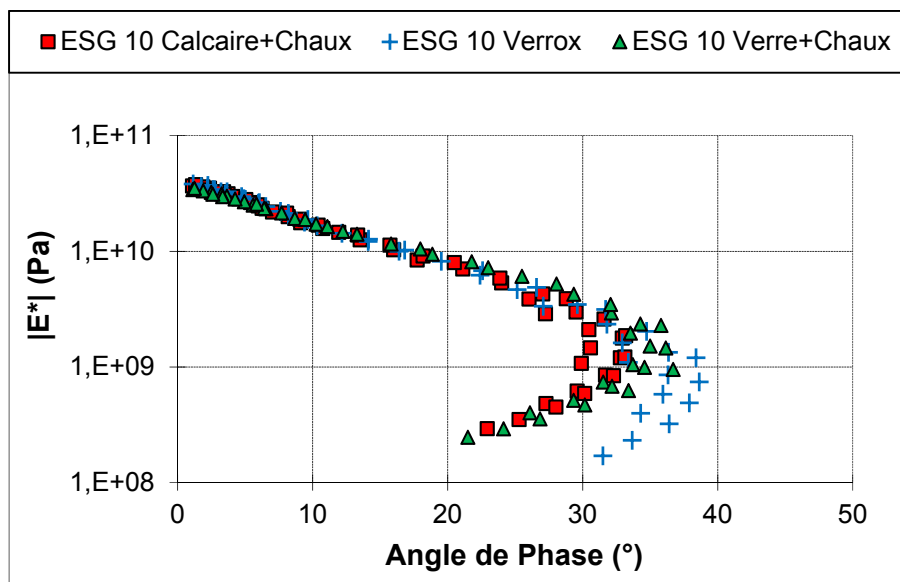


Figure 5.35 Représentation dans l'espace de Black des résultats de module complexe

La courbe de Black et la courbe maîtresse $|E^*|$, qui mettent en relief le comportement à haute température des enrobés, permettent de différencier deux groupes de matériaux :

- les enrobés contenant de la chaux **ESG10-C+Ch-0/80-40** et **ESG10-V+Ch-38/80-40** sont les plus rigides. Outre la chute d'angle de phase importante de ces deux enrobés à haute température, leurs virgules semblent se superposer et tendent vers des valeurs proches. De plus, la courbe maîtresse révèle une diminution de la pente lorsque la température augmente;
- l'enrobé sans chaux **ESG10-Vx-0/38-40** est légèrement moins rigide. Une faible valeur du module élastique de cet enrobé est accompagnée d'une composante visqueuse plus importante à haute température.

En revanche, comme illustrée sur la Figure 5.36, le comportement à froid des enrobés **ESG10-C+Ch-0/80-40** et **ESG10-Vx-0/38-40** est assez similaire et leurs modules vitreux tendent vers une valeur moyenne de 41250 MPa. Par ailleurs, le module vitreux de l'enrobé **ESG10-V+Ch-38 80-40** est proche de 38000 MPa. En dépit de cet écart de rigidité, l'allure des courbes est quasiment identique pour ces trois mélanges.

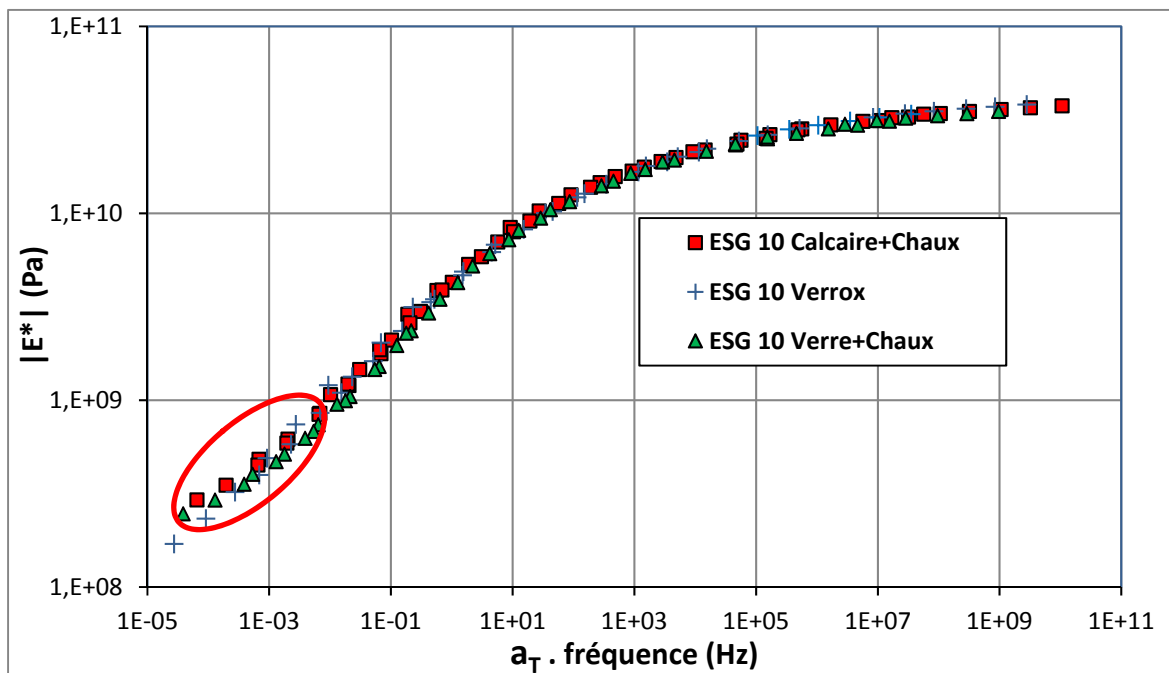


Figure 5.36 Courbes maîtresses de $|E^*|$ des résultats de module complexe

En définitive, les résultats de cette partie indiquent un comportement assez semblable des trois enrobés sur l'ensemble des fréquences équivalentes. À haute température, l'ajout de filler de chaux améliore sensiblement le comportement des enrobés à l'instar des mastics bitumineux. Par ailleurs, l'enrobé à base de filler Verrox s'est faiblement distingué à basse température bien que la différence ne soit assez grande pour conclure. Il est à noter aussi que les indices des vides des trois enrobés sont différents ce qui peut influencer leurs rigidités. Enfin, il est possible de dire que les performances des enrobés bitumineux composés de filler de verre sont au moins identiques à celles des enrobés conventionnels.

CHAPITRE 6

MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX BITUMINEUX DANS LE DOMAINE VISCOÉLASTIQUE LINÉAIRE

6.1 Présentation du modèle 2S2P1D

Le modèle «2S2P1D» (2 Springs, 2 Parabolic, 1 Dashpot) est une généralisation du modèle de Huet-Sayegh (Olard, 2003). Il introduit un amortisseur linéaire de viscosité η en série avec les éléments paraboliques pour arrimer le modèle au comportement purement visqueux des bitumes purs à basse fréquence. Le modèle 2S2P1D peut en conséquence décrire le comportement de la majorité des matériaux bitumineux, du liant à l'enrobé bitumineux. La Figure 6.1 est une représentation schématique du modèle 2S2P1D.

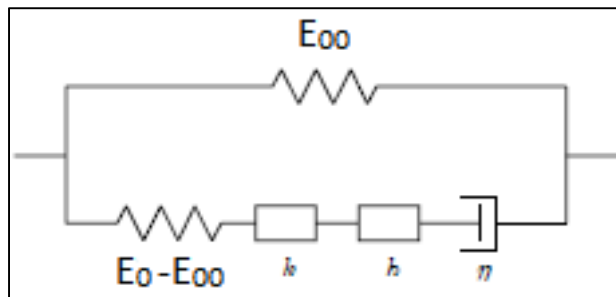


Figure 6.1 Représentation schématique
du modèle 2S2P1D
Adaptée de Olard (2003)

Pour une température donnée, le modèle nécessite la détermination de 7 constantes pour décrire totalement le comportement viscoélastique linéaire du matériau bitumineux. En ce qui concerne les liants, le module statique E_0 est très proche de zéro et le nombre de constantes du modèle peut être réduit à six (Olard, 2003). En outre, si le principe d'équivalence temps-température est valide, le paramètre τ est le seul qui dépend de la température. Il est décrit par la loi WLF (Ferry 1980, Olard 2003) dans la gamme des températures possibles au laboratoire. Dans ce cas, deux constantes supplémentaires C_1 et C_2 (déterminées par la loi WLF à une

température de référence choisie arbitrairement) s'ajoutent aux paramètres du modèle. Le nombre de constantes s'élève ainsi à 9 (8 pour les liants).

L'expression du module complexe s'écrit de la forme suivante :

$$E^*(i\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{(1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1})} \quad (6.1)$$

Où :

- i est le nombre complexe défini par $i^2 = -1$,
- ω est la pulsation $= 2\pi f$,
- k, h exposants tels que $0 < k < h < 1$,
- δ est une constante,
- E_0 est le module instantané du modèle obtenu lorsque $\omega\tau$ tend vers l'infini (pour les hautes fréquences et/ou les basses températures),
- E_{00} est le module obtenu lorsque $\omega\tau$ tend vers 0 (pour les basses fréquences et/ou les hautes températures),
- η est la viscosité newtonienne $\beta = \eta(E_0 - E_{00})$,
- τ constante de temps, dépendant de la température.

6.2 Calibration du modèle 2S2P1D

Le modèle 2S2P1D est calibré en déterminant les 7 paramètres E_{00} , E_0 , k , h , δ , β et τ de sorte que le module complexe du modèle soit le plus proche possible de celui des données expérimentales, indépendamment de la fréquence (Delaporte 2007). Par la suite, le paramètre τ (T) permet de prendre en compte l'effet de la température. C'est d'ailleurs le seul paramètre qui varie une fonction de la température.

La calibration du modèle 2S2P1D consiste à déterminer, à une température T donnée, les 7 paramètres du E_{00} , E_0 , k , h , δ , β et τ pour que le module complexe du modèle soit le plus proche possible de celui des données expérimentales, quelle que soit la fréquence. L'effet de

la température est ensuite pris en considération grâce au paramètre τ (T). Ce paramètre est d'ailleurs le seul qui varie en fonction de la température.

- E_0 est calibré dans le plan Cole-Cole, il correspond à la valeur limite du module quand la fréquence tend vers l'infini;
- E_{00} est déterminé dans le domaine des basses fréquences, soit dans l'espace de Black. Il représente la valeur du module quand la fréquence tend vers 0. Dans le cas des enrobés et des mastics bitumineux, E_{00} traduit la composante purement élastique du squelette granulaire;
- les paramètres k , h et δ des éléments à fluage parabolique sont paramétrés dans le plan Cole-Cole. L'influence de ces paramètres sur la courbe Cole-Cole est représentée dans la Figure 6.2;
- la constante β du modèle caractérise le comportement visqueux pur des bitumes aux basses fréquences. Elle est calibrée dans le diagramme de Black et elle permet d'ajuster l'allure de la courbe aux hautes températures;
- le temps de relaxation τ est ajusté à chaque isotherme T. la loi WLF permet d'approcher l'évolution de τ en fonction de la température si l'applicabilité du PETT (Total ou partiel) est validée. Dans ces cette condition, τ est calculé par les constantes C_1 et C_2 de la loi WLF par l'équation 6.2 où $\tau(T_{ref}) = \tau_0$:

$$\log\left(\frac{\tau}{\tau_0}\right) = \log(a_T) \frac{-C_1(T - T_{ref})}{C_2 + T - T_{ref}} \quad (6.2)$$

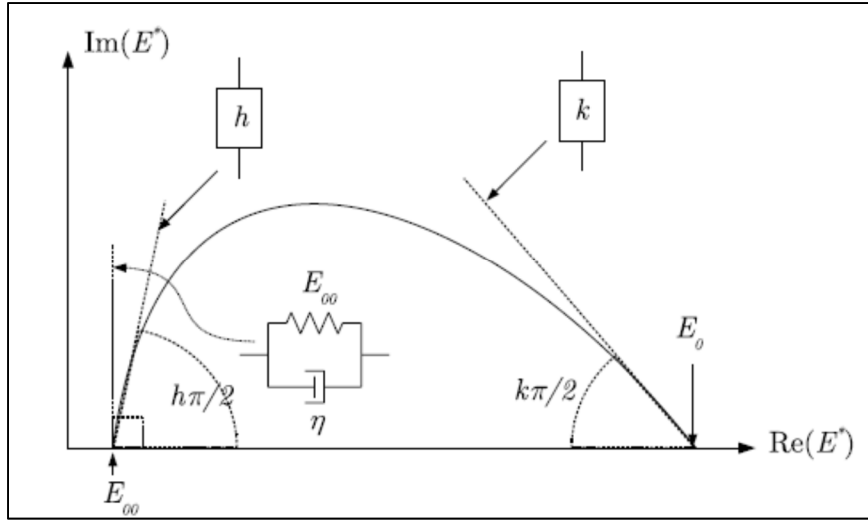


Figure 6.2 Fonction de chacun des paramètres du modèle 2S2P1D sur le module complexe représenté dans le plan de Cole-Cole
Tirée de Delaporte (2007)

Le modèle 2S2P1D peut être utilisé aussi pour modéliser le module complexe de cisaillement G^* . Dans ce cas l'équation 6.3 du module est :

$$G^*(i\omega) = G_{00} + \frac{G_0 - G_{00}}{(1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1})} \quad (6.3)$$

Par analogie, les paramètres : G^* , G_0 et G_{00} sont définis respectivement comme les paramètres E^* , E_0 et E_{00} dans le cas d'un essai de cisaillement.

6.3 Modélisation du comportement VEL des bitumes

Les bitumes testés dans cette recherche à l'aide du rhéomètre à cisaillement annulaire vérifient le PETT partiel ou total (paragraphe 5.2). Les paramètres du modèle 2S2P1D pour ces matériaux sont présentés dans le Tableau 6.1. La température de référence est 15°C. Le paramètre τ est déterminé pour chaque isotherme, il est lié au coefficient de translation a_T par l'équation 6.4 :

$$\tau(T) = a_T(T) \cdot \tau_0 \quad (6.4)$$

Où $\tau(T_{\text{ref}}) = \tau_0$

Tableau 6.1 Valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les liants bitumineux

T_R=15	G₀₀ (Pa)	G₀ (Pa)	k	h	δ	τ	β
PG58-28	800	1,20E+09	0,19	0,53	3,5	6,20E-07	500
PG70-28	1000	9,00E+08	0,28	0,66	5,0	9,30E-06	1200

On constate que le coefficient G_0 des deux bitumes est supérieur à 0. Dans le cas du bitume PG 70-28, ceci traduit la contribution élastique des polymères aux hautes températures (Olard, 2003). Cependant, en ce qui concerne le bitume PG 58-28, il est reporté dans la littérature que le G_0 est nul (Delaporte 2007). Dans notre cas, il était impossible de calibrer le modèle 2S2P1D aux données expérimentales lorsque le G_0 est nul.

Les Figures 6.3 et 6.4 présentent respectivement la courbe maîtresse de la norme et le diagramme de Black des liants bitumineux testés dans le cadre de cette maîtrise, ainsi que les modélisations correspondantes réalisées par le modèle 2S2P1D. Ces Figures montrent généralement que le modèle 2S2P1D est capable de bien simuler le comportement viscoélastique des deux types de bitumes nantis de propriétés mécaniques différentes. Plus particulièrement, la courbe maîtresse de la norme de G^* est très bien modélisée pour toutes les fréquences et/ou températures. Dans le cas du diagramme de black, la simulation du modèle fournit de bons résultats aux hautes fréquences (basses températures). En revanche, aux hautes températures ($T > 25$ °C), la modélisation apparaît moins bonne. Ceci est dû au fait que le PETT n'est pas vérifié aux hautes températures pour ces matériaux. La représentation des données expérimentales dans l'espace de Black ne forme pas de courbe unique. Le modèle 2S2P1D ne peut donc produire une bonne simulation dans cette gamme de température.

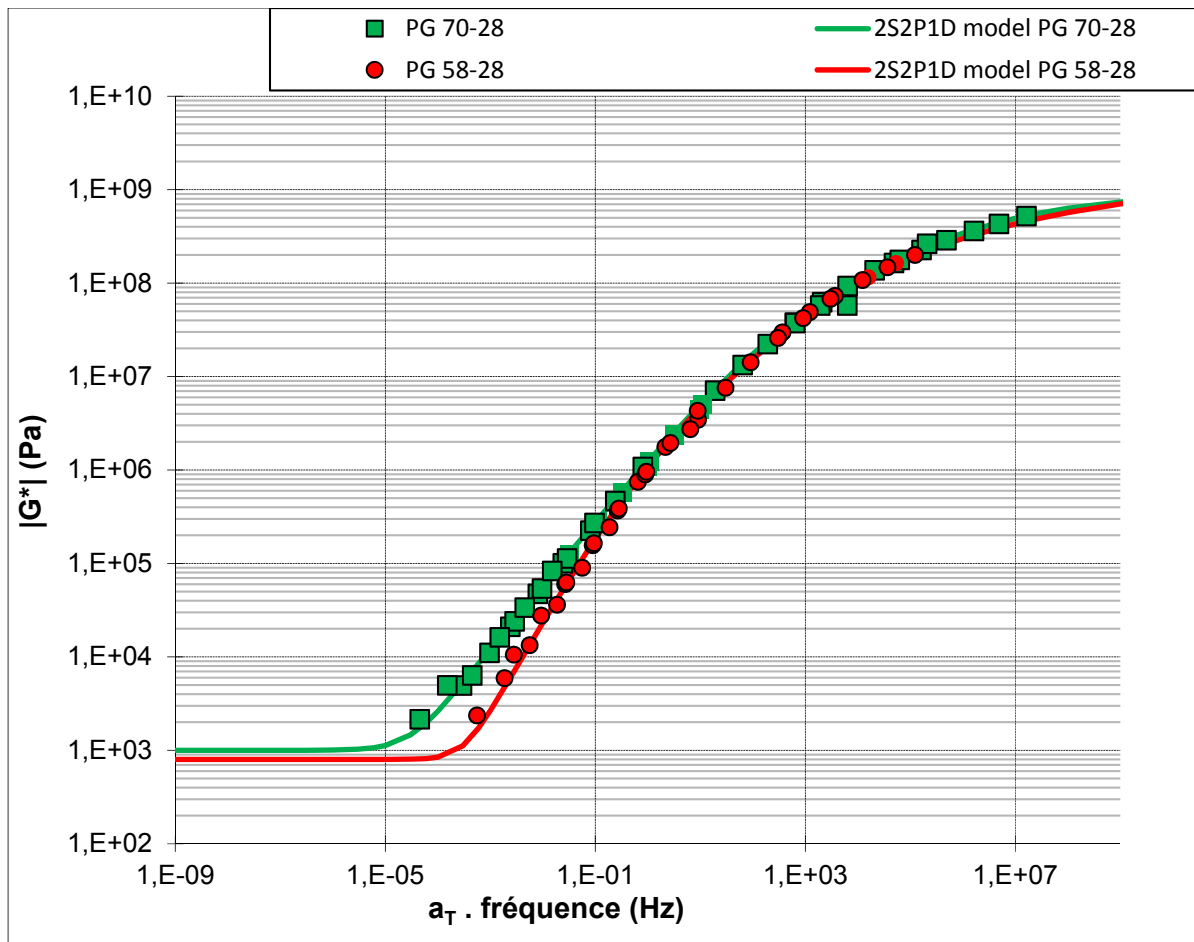


Figure 6.3 Courbe maîtresse de la norme du module G^*
mesuré et modélisé des liants bitumineux : PG 70-28 et PG 58-28 à $T_{ref} = 15^\circ C$

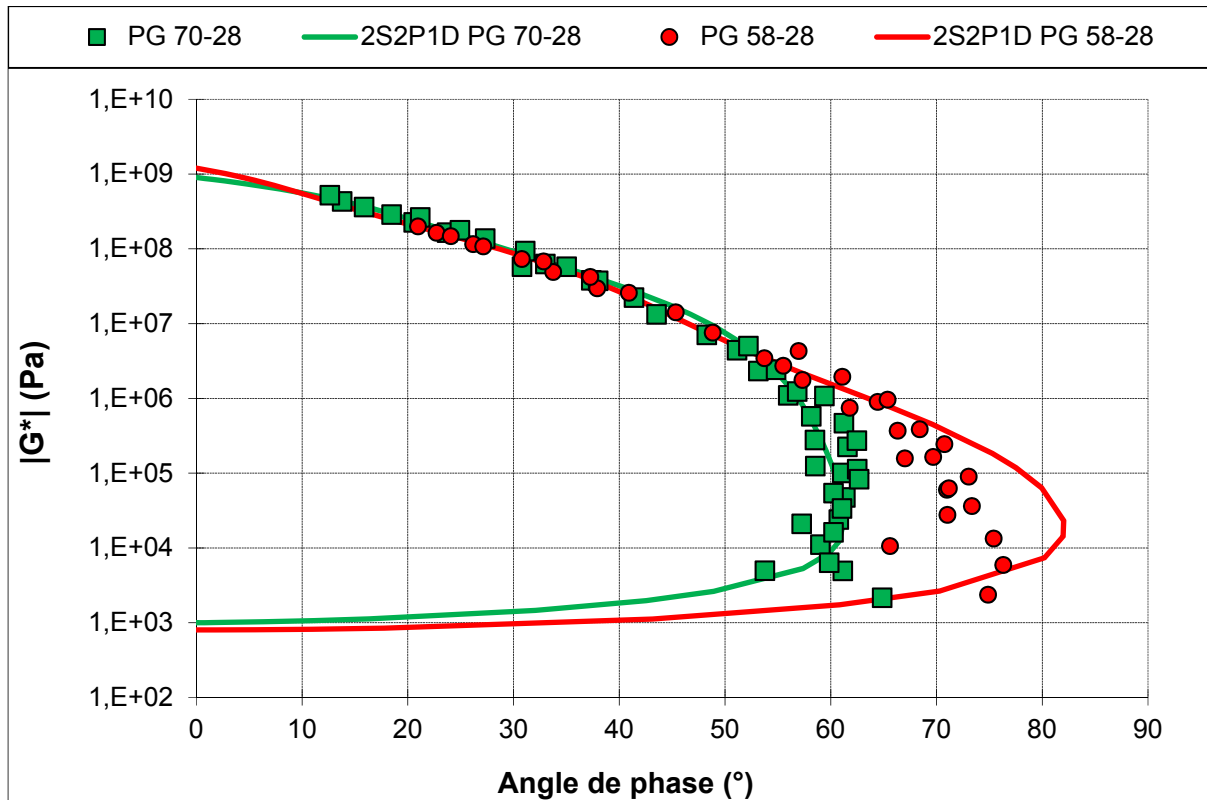


Figure 6.4 Courbe maîtresse de l'angle de phase du module G^* mesuré et modélisé des liants bitumineux :PG 70-28 et PG 58-28 à $T_{ref} = 15^\circ\text{C}$

Pour évaluer la qualité de la simulation du modèle 2S2P1D, on a tracé l'évolution de l'erreur relative entre les données expérimentales et les données de modélisation du modèle sur toute la gamme de fréquences. Un exemple est donné sur les Figures 6.5 et 6.6 dans le cas du bitume PG 70-28. Ces courbes présentent l'erreur relative du module G^* en norme et en angle de phase du liant pour toutes les fréquences. La température de référence est choisie égale à 15°C .

On peut voir d'après les Figures ci-dessous que l'erreur relative entre la valeur expérimentale du module et celle calculée à l'aide du modèle 2S2P1D est faible sur toute la gamme de fréquences. L'erreur est généralement inférieure à 20% (en valeur absolue) dans le cas de la norme et est proche de 0° en ce qui concerne l'angle de phase. Le calage effectué est donc bon et les résultats de simulation sont satisfaisants pour toutes les fréquences. C'est un des atouts majeurs du modèle 2S2P1D.

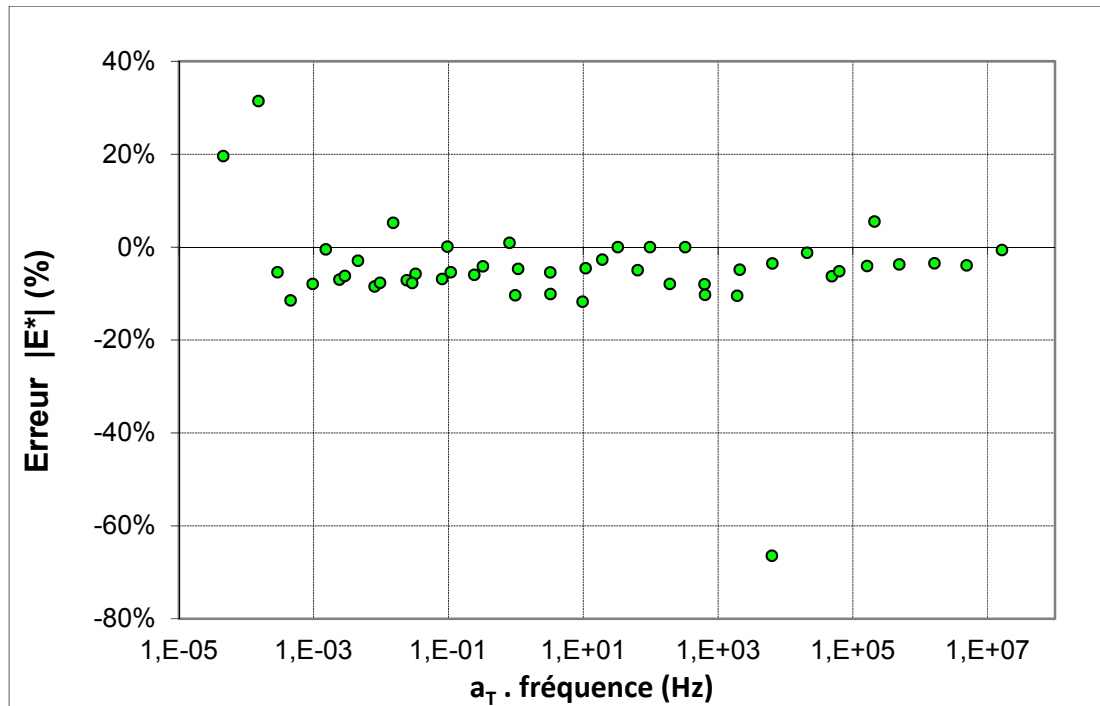


Figure 6.5 Évolution de l'erreur relative entre la norme du module G^* mesuré et modélisé du bitume :PG 70-28 à $T_{ref} = 15^\circ\text{C}$

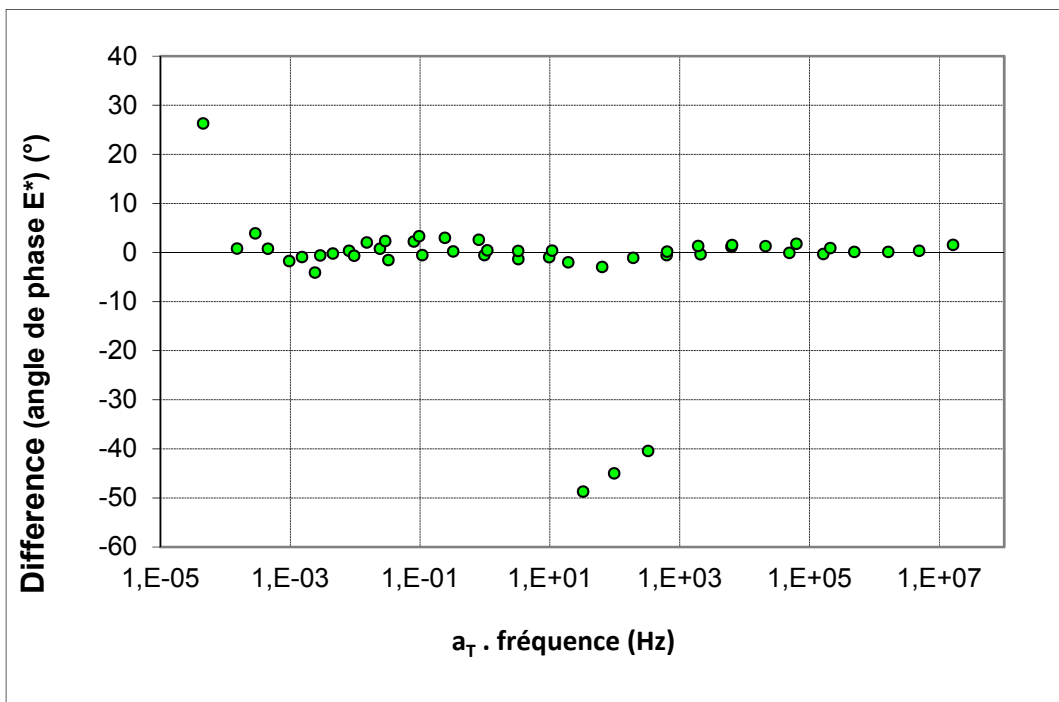


Figure 6.6 Évolution de l'erreur relative entre l'angle de phase du module G^* mesuré et modélisé du bitume :PG 70-28 à $T_{ref} = 15^\circ\text{C}$

6.4 Modélisation du comportement VEL des mastics bitumineux

Les mastics fabriqués à partir du bitume PG 70-28 et PG 58-28 vérifient le PETT partiel. La modélisation de ces mastics est présentée dans les Figures 6.7 et 6.8. Ces Figures mettent en relief la qualité de la simulation du modèle 2S2P1D, en particulier pour la norme du module G^* . Par ailleurs, l'angle de phase est moins bien modélisé aux hautes températures.

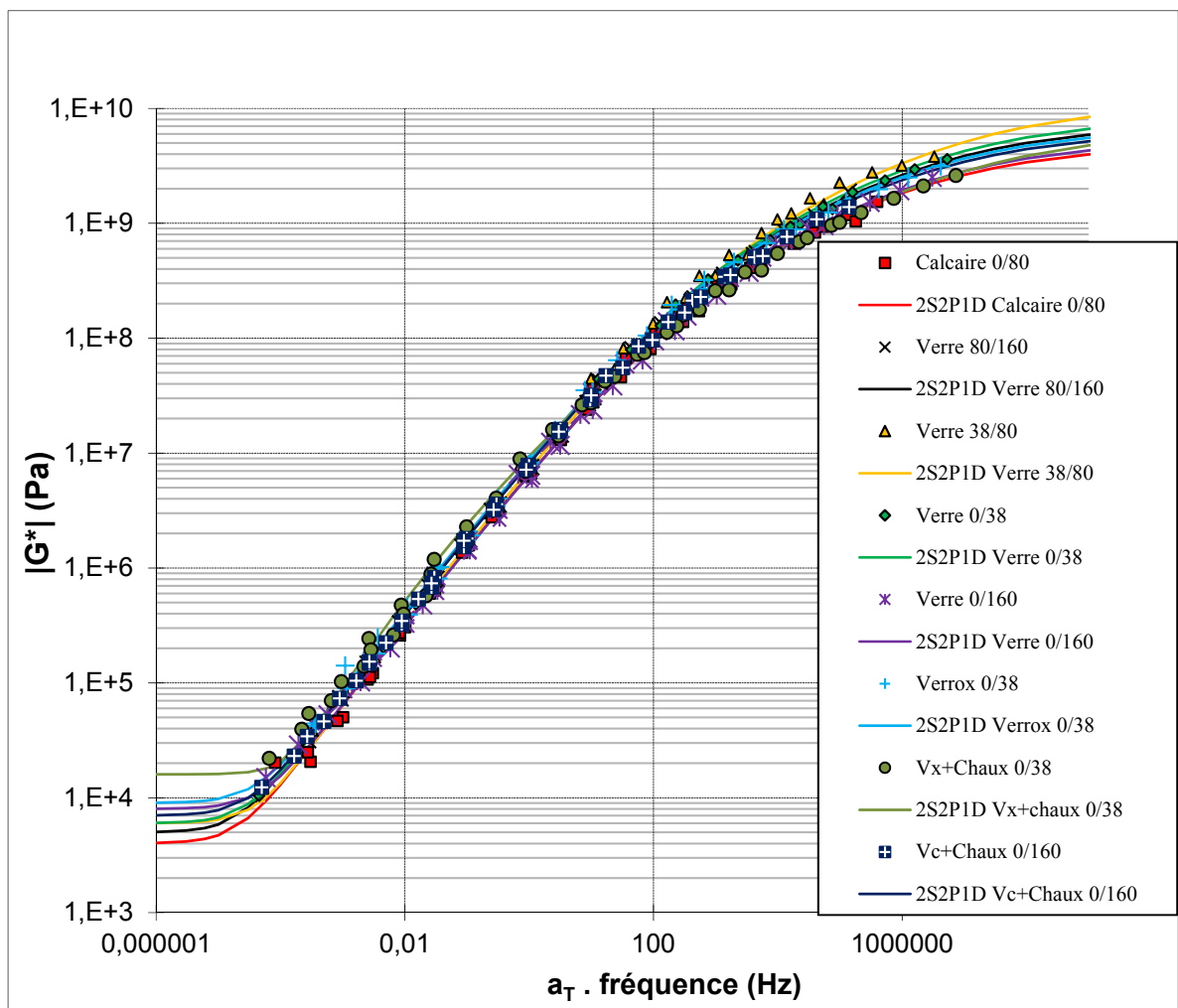


Figure 6.7 Courbe maîtresse de la norme du module G^* mesuré et modélisé des mastics bitumineux à $T_{ref} = 15^\circ C$

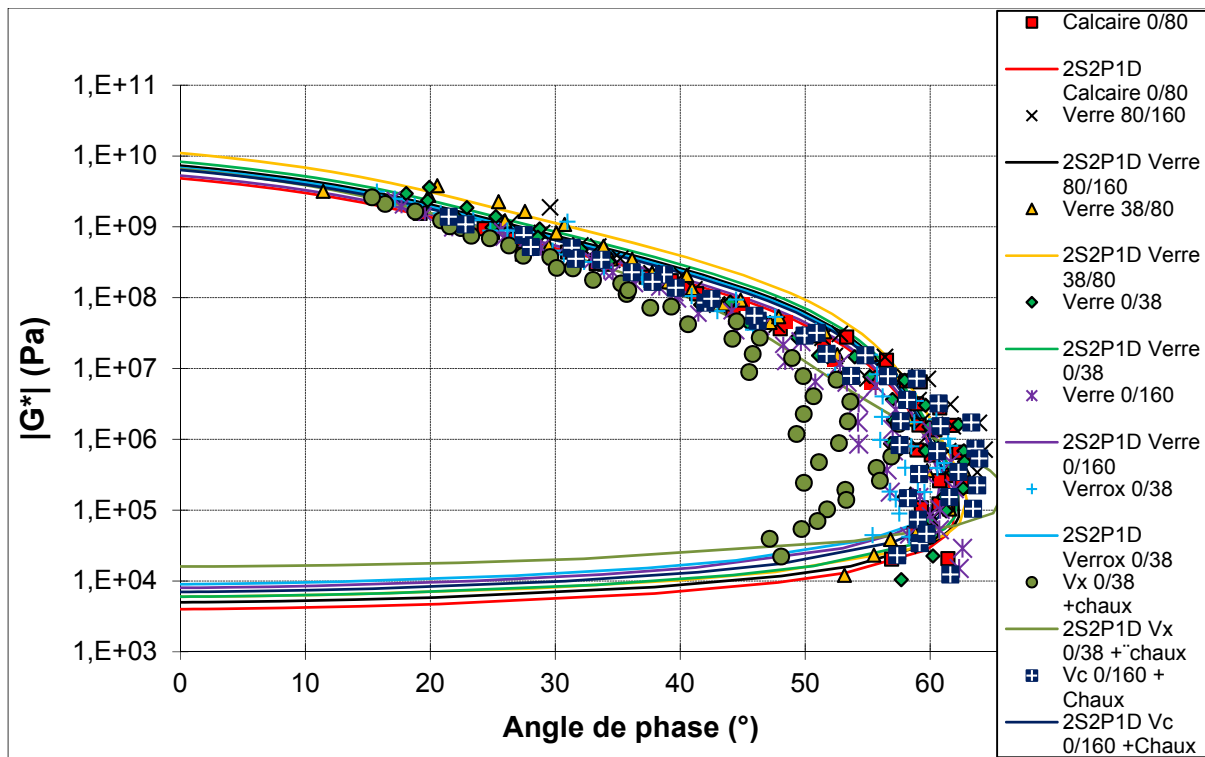


Figure 6.8 Courbe maîtresse de l'angle de phase du module G^* mesuré et modélisé des mastics bitumineux à $T_{ref} = 15^\circ C$

Le Tableau 6.2 présente les valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les mastics de cette campagne expérimentale. On remarque que les constantes (k , h , δ , β) ne varient pas pour les mastics fabriqués à partir du même bitume.

Tableau 6.2 Valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les mastics bitumineux

T_R=15	G₀ (Pa)	G₀₀ (Pa)	k	h	δ	τ	β
PG70-28-C-0/80	4000	4,85E+09	0,28	0,66	5	9,00E-06	1200
PG70-28-V-80/160	5000	7,30E+09	0,28	0,66	5	7,00E-06	1200
PG70-28-V-38/80	6000	1,10E+10	0,28	0,66	5	2,80E-06	1200
PG70-28-V-0/38	6000	8,30E+09	0,28	0,66	5	5,50E-06	1200
PG70-28-V-0/160	8000	5,30E+09	0,28	0,66	5	7,60E-06	1200
PG70-28-V _x -0/38	9000	6,80E+09	0,28	0,66	5	8,00E-06	1200
PG70-28-V _x -0/80	7000	4,00E+09	0,28	0,66	5	1,20E-05	1200
PG70-28-V _x +Ch-0/38	16000	6,55E+09	0,26	0,58	5	2,70E-06	1200
PG70-28-V _c +Ch	7000	6,35E+09	0,29	0,65	5	7,80E-06	1200
PG58-28-C-0/80	3000	8,40E+09	0,19	0,53	3,5	8,00E-07	500
PG58-28-V _x -0/38	4000	4,60E+09	0,19	0,53	3,5	3,00E-06	500
PG58-28-V _x +Ch-0/38	3000	6,50E+09	0,18	0,52	3,5	1,50E-06	500

On peut ainsi dire que ces paramètres sont indépendants de la structure granulaire du filler et sont totalement définis par le bitume. Ces résultats sont rapportés dans la littérature par (Delaporte 2007, Olard 2003, Di Benedetto 2004). Les auteurs montrent que l'allure de la courbe de simulation dans le plan Cole-Cole est similaire entre les mélanges bitumineux fabriqués à partir du même liant. Toutefois, il est à noter que les paramètres (k, h) varient dans le cas du mastic PG70-28-V_x+Ch-0/38. Le calage du modèle était non satisfaisant lorsque ces paramètres sont égaux à ceux du bitume. En effet, la chaux est reportée dans la littérature comme filler actif qui réagit avec le bitume et change sa structure chimique. Le bitume traité à la chaux n'est plus identique au bitume d'origine. Il semble logique que les paramètres du modèle changent.

Les paramètres G₀, G₀₀ et τ dépendent des propriétés des fillers. Le mastic PG70-28-V_x+Ch-0/38 possède le paramètre G₀ le plus élevé. C'est d'ailleurs le mastic qui a le mieux performé aux hautes températures. En revanche, le mastic PG70-28-V-38/80 a la valeur de G₀₀ la plus

haute. C'est en effet le mastic qui a montré la meilleure performance aux basses températures. Enfin, la variation du paramètre τ semble peu révélatrice d'un mastic à l'autre. A priori, ce paramètre n'a pas de sens physique simple (Delaporte 2007). C'est une constante de temps qui dépend seulement de la température.

En conclusion, le modèle 2S2P1D produit de bonnes simulations du comportement viscoélastique linéaire de la totalité des matériaux bitumineux testés lors de cette campagne expérimentale. Les paramètres (k , h , δ , β) du modèle sont définis par le liant bitumineux et sont identiques pour les mélanges bitumineux qui dérivent de ce liant. De surcroît, les deux constantes C_1 et C_2 de la loi de WLF sont aussi déterminées par le liant si le PETT est validé. Les paramètres G_0 , G_{00} et τ dépendent des propriétés des fillers et confortent le comportement du mastic aux hautes et basses températures. Enfin, l'ajout de filler de chaux influence la microstructure du bitume et change de fait les paramètres du modèle.

6.5 Modélisation du comportement rhéologique des enrobés bitumineux

À l'exemple des mastics bitumineux, le comportement VEL des enrobés bitumineux est modélisé moyennant le modèle 2S2P1D. Les paramètres du modèle 2S2P1D pour ces matériaux sont présentés dans le Tableau 6.3. La température de référence est égale à 15°C.

Tableau 6.3 Valeurs des paramètres du modèle 2S2P1D pour les enrobés bitumineux

$T_R=15$	E_0 (MPa)	E_{00} (MPa)	k	h	δ	τ	β
ESG10-C+Ch-0/80-40	200	41000	0,16	0,46	2,1	4,8E-03	800
ESG10-Vx-0/38-40	180	41500	0,16	0,46	2,1	2,8E-03	200
ESG10-V+Ch-38/80-40	220	38000	0,16	0,49	1,8	1,0E-03	350

La modélisation du comportement VEL des enrobés est présentée dans les Figures 6.9 et 6.10.

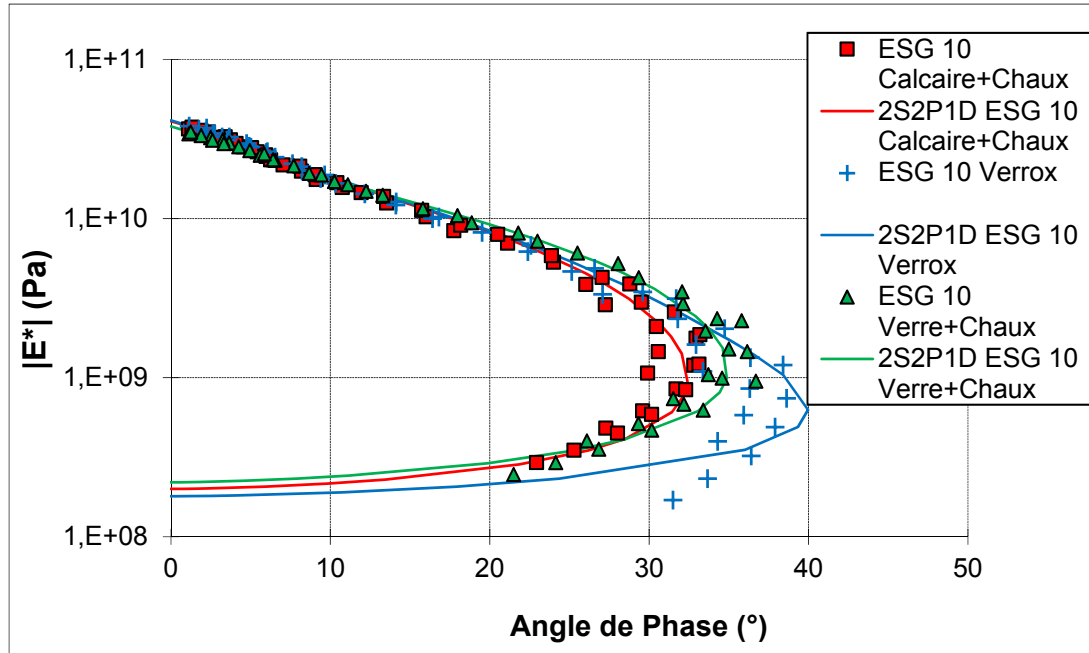


Figure 6.9 Modélisation 2S2P1D dans l'espace de Black des enrobés bitumineux

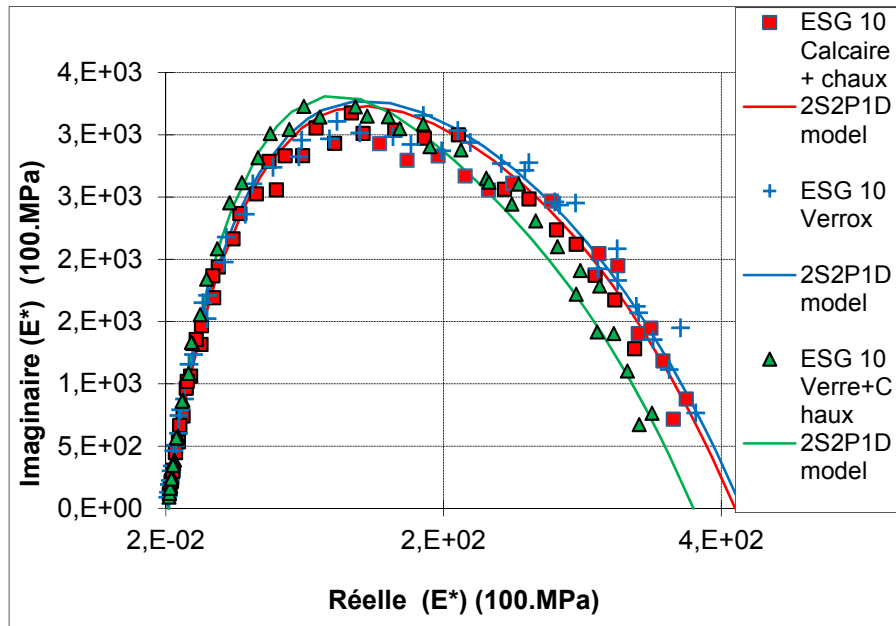


Figure 6.10 Modélisation 2S2P1D dans le plan Cole-Cole des enrobés bitumineux

Le Tableau 6.3 révèle une différence entre les paramètres (k , h , δ) des enrobés, en particulier le ESG 10 avec filler de verre et chaux possède des coefficients h et δ différents des autres enrobés. En outre, le paramètre β varie d'un enrobé à un autre. Il est important à souligner aussi que les paramètres du modèle pour les enrobés sont différents de ceux des mastics bitumineux. En effet, le bitume PG70-28 qui a servi à la confection de ces mastics bitumineux n'est pas le même utilisé pour les enrobés.

On rappelle que l'ajout de chaux modifie la structure physico-chimique des liants bitumineux. Toutefois, en considérant les enrobés : ESG10-C+Ch-0/80-40 et ESG10-V+Ch-38/80-40, il est possible de voir la chaux a agi de manière différente sur les paramètres du modèle 2S2P1D. D'un côté, le ESG10-C+Ch-0/80-40 possède les mêmes paramètres que le ESG10-Vx-0/38-40. L'ajout de chaux a simplement augmenté la valeur du β . De l'autre côté, l'ajout de chaux a diminué le paramètre δ et a augmenté le paramètre h . Il semble que la chaux réagit de manière distincte en présence de verre.

Les courbes de modélisations présentées sur les Figures 6.9 et 6.10 sont bien arrimées aux données expérimentales. Ceci démontre encore une fois la solidité du modèle 2S2P1D et sa qualité à modéliser les mélanges bitumineux du liant à l'enrobé bitumineux.

CONCLUSION

En conclusion, l'objectif de cette étude était d'évaluer l'influence de différents paramètres sur le comportement viscoélastique linéaire des mastics : 1) les propriétés des fillers (taille des particules, étalement de la courbe granulométrique, nature des fines) pour un liant donné, 2) la compatibilité bitume-filler et 3) l'influence de l'ajout de chaux. Le coefficient complexe de renforcement R_M^* a servi comme fonction de comparaison afin de quantifier le pouvoir rigidifiant des fillers sur les bitumes. Les résultats issus de cette étude de la rhéologie des mastics bitumineux à l'aide du rhéomètre à cisaillement annulaire ont pu mener aux conclusions suivantes :

- les mastics bitumineux héritent du comportement viscoélastique du bitume qui a servi à leurs confections. Les coefficients de translations a_T des mastics et leur bitume sont très proches en dépit de la formulation de filler utilisée et sur toute la gamme de température expérimentée;
- le principe d'équivalence temps température (PETT) total a été vérifié pour le bitume PG 58-28 et les mastics correspondants. Par ailleurs, pour les mélanges bitumineux fabriqués à partir du bitume PG 70-28, seul le PETT partiel a été validé;
- la taille des fines impacte sur le comportement à haute température des mastics. Une chute de l'angle de phase est remarquée dans cette zone accompagnée d'une augmentation de la norme du R_M^* . Ces observations semblent être non seulement lié à l'augmentation du volume de bitume fixé par les fillers (Ahmed F. Faheem & Hussain U. Bahia, 2010) fins, mais aussi à l'existence de contacts inter granulaire dans le mastic (Delaporte, 2007);
- le comportement des mastics ne semble pas être affecté par la granulométrie à basse température. En revanche, à haute température, la granulométrie serrée favorise la création d'un squelette granulaire peu dispersé. Ceci peut générer des contacts intergranulaires importants dans le mastic. Néanmoins, la variation de la rigidité demeure faible pour conclure;
- la minéralogie siliceuse des fillers de verre a démontré une plus grande affinité avec le bitume PG 70-28 que le filler de calcaire. Physiquement on peut attribuer ce résultat à

l'énergie de surface plus importante du verre comparativement à celle du calcaire. L'énergie de surface influence la quantité de bitume fixé par le filler. Cet effet a été relevé sur les courbes d'angle de phase puisque celui-ci demeure toujours plus faible dans le cas du verre que dans celui du calcaire, en particulier pour le Verrox;

- pour un liant donné, toutes les formulations de filler de verre recyclé, à l'exception du filler V-0 160-E-40, ont induit une rigidification plus significative dans le bitume que le filler de calcaire;
- l'ajout de chaux améliore considérablement le comportement des mastics de verre à haute température. En particulier pour le filler de verre composé, un gain de 100% de rigidité a été comptabilisé par rapport au filler V-0 160 à haute température. L'effet de l'ajout de chaux est apparu aussi dans l'évolution de l'angle de phase, une chute de 9° a été enregistrée dans la zone des basses fréquences. Par ailleurs, à basse température, les mastics deviennent fragiles et perdent en rigidité;
- le modèle 2S2P1D produit de bonnes simulations du comportement viscoélastique linéaire de la totalité des matériaux bitumineux testés lors de cette campagne expérimentale. Les paramètres (k , h , δ , β) du modèle sont définis par le liant bitumineux et sont identiques pour les mélanges bitumineux qui dérivent de ce liant. De surcroît, les deux constantes C_1 et C_2 de la loi de WLF sont aussi déterminées par le liant si le PETT est validé. Les paramètres G_0 , G_{00} et τ dépendent des propriétés des fillers et confortent le comportement du mastic aux hautes et basses températures. Enfin, l'ajout de filler de chaux influence la microstructure du bitume et change de fait les paramètres du modèle.


RECOMMANDATION

Au terme de ce projet, il a été démontré que le filler de verre post-consommation peut servir pour confectionner des mastics bitumineux ayant une résistance au cisaillement comparable à celle des mastics avec calcaire. Pour valider ce résultat, des essais de module complexe sur enrobés bitumineux ont été réalisés. Toutefois, les essais de module complexe effectués ont fourni des résultats préliminaires qui ne permettent pas de bien comprendre l'influence de l'incorporation des fillers de verre post-consommation à l'échelle de l'enrobé bitumineux. Il est recommandé de fait de mener une campagne expérimentale plus importante pour étudier la sensibilité du module complexe E^* à la teneur en fine de verre.

Par ailleurs, et pour éviter d'arrêter l'essai RCA lors du passage des hautes aux basses températures. Il est recommandé de développer le RCA en introduisant un système d'accouplement des deux cellules de charges (de capacités 5 et 100 kN). De plus, le dispositif expérimental peut être amélioré en insérant une sonde à la partie externe du moule de coulage, ceci permet un contact direct entre la sonde et le matériau en place pour mieux contrôler la température de l'échantillon.

ANNEXE I

FICHES TECHNIQUES DES FOURNISSEURS



GRAYMONT

FICHE SIGNALÉTIQUE

SECTION I - IDENTIFICATION DU PRODUIT ET DE LA COMPAGNIE

Nom du produit :	CHAUX CALCIQUE ÉTEINTE	SIMDUT – CATÉGORIES DE PRODUITS D2A : MATIÈRES TOXIQUES AYANT D'AUTRES EFFETS E : MATIÈRES CORROSIVES	
NOM DU FABRICANT ET DU FOURNISSEUR:			
GRAYMONT (NB) INC.		4634, Route 880, Havelock, New Brunswick, E4Z 5K8.	
GRAYMONT (PA) INC.		164, March Factory Place, Bellefonte, Pennsylvania, 16823	
GRAYMONT (QC) INC.		25 – 206, rue De Lauzon, Boucherville, Québec, J4B 1E7.	
GRAYMONT (WESTERN CANADA) INC.		#200 – 4311, 12 th Street N.E., Calgary, Alberta, T2E 4P9	
GRAYMONT (WESTERN LIME INC.		206 N. 6 th Avenue, West Bend, Wisconsin, 53095	
GRAYMONT (WESTERN US) INC.		3650 South, 700 East, Suite 301, Salt Lake City, Utah, 84107	
GRAYMONT (WI) INC.		Foot of Hill Avenue, Superior, Wisconsin, 54880	
TÉL. D'URGENCE : (613) 996 – 6665 CANUTEC (Canada) (800) 424 – 9300 CHEMTREC (US)			
Dénomination chimique Hydroxyde de calcium	Famille chimique Hydroxyde alcalino terreux	Formule chimique Mélange complexe, principalement Ca(OH) ₂	
Poids moléculaire Ca(OH) ₂ = 74.096	Appellation commerciale et synonymes Hydroxyde de calcium, chaux hydratée, chaux éteinte, lait, coulis ou pâte de chaux.	Utilisation de la matière Neutralisation, floculation, stabilisation, absorption	

SECTION II - COMPOSITION ET INFORMATIONS SUR LES INGRÉDIENTS

Ingrédients dangereux	Concentration approximative	Numéro C.A.S.	Valeurs d'exposition admissibles (mg/m ³)					
			OSHA PEL	ACGIH TLV	RSST VEMP	MSHA PEL	NIOSH REL	NIOSH IDLH
(Mélange complexe)	(% en poids)		(TWA) 8/40h	(TWA) 8/40h	(MPT) 8/40h	(TWA) 8/40h	(TWA) 10/40h	
Hydroxyde de Calcium	92 à 100	1395 62 0	15 (T) 5 (R)	5	5	5	5	N/D
Silice Cristalline, Quartz	0 à 0.1 ou 0.1 à 1 (Note 1)	14808-60-7	30(%SiO ₂)+2 (T) 10(%SiO ₂)+2 (R)	0.025 (R)	0.1 (R)	30(%SiO ₂)+2 (T) 10(%SiO ₂)+2 (R)	0.05 (R)	50

(Note 1) : La concentration de la silice cristalline variera selon la provenance du calcaire. Elle n'a pas été détectée dans quelques échantillons (< 0.1% w/w). Par conséquent ceux gammes sont publiées. (Note 2) : ACGIH TLV Version 1973 a été adopté par le "Mine Safety Health Administration (MSHA)" comme norme d'exposition réglementaire.

(Note 3) : (T) Poussières totales; (R) Poussières respirables

Figure-A I-1 Fiche technique de la chaux hydratée Graymont



BITUME PG - ATTESTATION DE CONFORMITÉ (AASHTO M 320)

INFORMATIONS GÉNÉRALES		RECOMMANDATIONS - TEMPÉRATURE D'UTILISATION		
Distributeur et lieu d'entreposage et d'expédition Bitumar Inc. 3000 Broadway, Montréal, Q.C, H1B 5B4			Minimale	Maximale
		Entreposage	133	175
Fabricant et lieu de fabrication Bitumar Inc. 3000 Broadway, Montréal, Q.C, H1B 5B4				
		Malaxage	156	170
Classe de bitume PG 70-28	Nom commercial PG 70-28			
N° de lot 167028-18	Date de fabrication 16/09/2016			
ESSAIS DE CARACTÉRISATION				
Date des essais de caractérisation	19/09/2016	MSCR (AASHTO TP70)		
Masse volumique (g/cm³), à 25°C, AASHTO T228	1.021	Recouvrance d'élasticité à 3,2 kPa, R3,2 (%) à 64°C	62.5	
Masse volumique (g/cm³), à 15°C, AASHTO T228	1.027	Complaisance non recouvrable à 3,2 kPa, Jnr3,2 (kPa-1) à 64°C	0.31	
Viscosité Brookfield (Pa·s), à 135°C, AASHTO T 316	0.908			
Viscosité Brookfield (Pa·s), à 165°C, AASHTO T 316	0.251	Complaisance non recouvrable différentielle, Jnr diff (%) à 64°C	57.5	
Stabilité au stockage (°C), LC 25-003	0.5			
TBA moyenne (°C)	57.0	NOTES Ce produit doit être entreposé dans un réservoir vide ou contenant le même grade fournis par Bitumar Inc. Si ce n'est pas le cas, il est de votre responsabilité de prendre les mesures nécessaires pour confirmer la caractérisation du produit.		
Recouvrance d'élasticité (%), à 10°C, LC 25-005	72.5			
Teneur en cendres (%)	0.2			
Variation de masse au RTFOT (%)	-0.495			
Température élevée de caractérisation Te(°C)	73.5			
Température basse de caractérisation Tb(°C)	-32.9			
Module de rigidité Sp (60) (MPa)	59.7			
Pente de mc (60)	0.483			
Enrobé résiduel (%) (LC25-009)	N.A.			
ESSAIS DE CONTRÔLE				
Date des essais de contrôle	23/09/2016	Peu importe les recommandations du fournisseur, L'entrepreneur doit respecter les documents contractuels.		
G°/sin (°), bitume d'origine à 70 °C (kPa)	1.42			
Température élevée de caractérisation Te(°C)	73.8			
Module de rigidité Sc (60) (MPa)	58			
Pente de mc (60)	0.478			
Recouvrance d'élasticité (%), à 10°C, LC 25-005	72.5			
REMARQUES				

Figure-A I-2 Fiche technique du PG 70-28 de Bitumar



BITUME PG - ATTESTATION DE CONFORMITÉ
(AASHTO M 320)

INFORMATIONS GÉNÉRALES		RECOMMANDATIONS - TEMPÉRATURE D'UTILISATION	
Distributeur et lieu d'entreposage et d'expédition Bitumar Inc. 3000 Broadway, Montréal, QC, H1B 5B4		Entreposage	Minimale 110
Fabricant et lieu de fabrication Bitumar Inc. 3000 Broadway, Montréal, QC, H1B 5B4			Maximale 175
Classe de bitume PG 58-28		Malaxage	Minimale 147
Nom commercial PG 58-28			Maximale 161
N° de lot 165828-33	Date de fabrication 11/09/2016		
ESSAIS DE CARACTÉRISATION			
Date des essais de caractérisation	13/09/2016	MSCR (AASHTO TP70)	
Masse volumique (g/cm³), à 25°C, AASHTO T228	1.021	Recouvrance d'élasticité à 3,2 kPa, R3,2 (%) à 58°C	3.7
Masse volumique (g/cm³), à 15°C, AASHTO T228	1.027	Complaisance non recouvrable à 3,2 kPa, Jnr3,2 (kPa-1) à 58°C	1.66
Viscosité Brookfield (Pa·s), à 135°C, AASHTO T 316	0.339		
Viscosité Brookfield (Pa·s), à 165°C, AASHTO T 316	0.122	Complaisance non recouvrable différentielle, Jnr diff (%) à 58°C	12.5
Stabilité au stockage (°C), LC 25-003	0.3		
TBA moyenne (°C)	43.0	NOTES	
Recouvrance d'élasticité (%), à 10°C, LC 25-005	N.A.	<p>Ce produit doit être entreposé dans un réservoir vide ou contenant le même grade fournis par Bitumar Inc. Si ce n'est pas le cas, il est de votre responsabilité de prendre les mesures nécessaires pour confirmer la caractérisation du produit.</p> <p>Peu importe les recommandations du fournisseur, L'entrepreneur doit respecter les documents contractuels.</p>	
Teneur en cendres (%)	0.53		
Variation de masse au RTFOT (%)	-0.482		
Température élevée de caractérisation Te(°C)	62.2		
Température basse de caractérisation Tb(°C)	-31.8		
Module de rigidité So (60) (MPa)	73.2		
Pente de mo (60)	0.492		
Enrobé résiduel (%) (LC25-009)	N.A.		
ESSAIS DE CONTRÔLE			
Date des essais de contrôle	25/09/2016		
G*/sin (δ), bitume d'origine à 58 °C (kPa)	1.67		
Température élevée de caractérisation Te(°C)	62.0		
Module de rigidité Sc (60) (MPa)	76		
Pente de mc (60)	0.490		
Recouvrance d'élasticité (%), à 10°C, LC 25-005	N.A.		
REMARQUES			

Figure-A I-3 Fiche technique du PG 58-28 de Bitumar

ANNEXE II

PROCÉDURE DE PRÉPARATION D'UNE ÉPROUVETTE DE L'ESSAI DE CISAILLEMENT ANNULAIRE

1. Objet

La procédure suivante détaille les séquences de fabrication d'une éprouvette de cisaillement annulaire contenant du bitume ou un mastic.

2. Références

El Mansouri Souleimane, mémoire de maîtrise de l'ÉTS 2016.

3. Appareillage

Les outils utilisés sont :

- cellule RCA;
- bécards;
- spatule;
- torche à propane;
- tige de malaxage en verre;
- plaque chauffante électrique capable de maintenir des températures de 180 °c;
- étuve capable de maintenir des températures de 180 °c;
- balance précise;
- disque en papier de 150 mm de diamètre résistant à 180 °c (le disque en papier pour PCG peut être utilisé);
- clé à molette;
- clé « Allen key »;
- gants étanches de laboratoire.

4. Calcul des constituants

Dans le cas du bitume il faut prévoir un volume de 50 ml pour couler un échantillon de RCA.

Dans le cas des mastics, il s'agit de calculer avec précision la quantité de fillers à utiliser pour atteindre la concentration volumique C_f des fillers cibles. Pour ce faire :

- considérer une masse initiale de bitume (m_b) de 100g;
- calculer la masse de fillers (m_f) suivant le pourcentage C_f ciblé dans le mastic à l'aide de l'équation suivante.

$$m_f = \left(\frac{d_f}{d_b} \right) \left(\frac{C_f}{1 - C_f} \right) m_b \quad (6.5)$$

Avec :

m_b : masse du bitume

m_f : masse des fillers

d_b : densité du bitume

d_f : densité des fillers

C_f : fraction volumique des fillers

5. Étapes de préparation de l'échantillon à tester

- chauffer le bitume, les fillers, les béchers et la tige de verre à la température fournie par le fabricant pendant 3 heures au moins. Ceci rend le bitume facilement manipulable et permet d'éviter les chocs thermiques ;
- placer le bécher de 500 ml sur la balance et tarer ;
- peser 100 g du bitume chauffé préalablement dans un bécher et tarer;
- ajouter par petites quantités la masse de fillers (m_f) calculée dans le bitume;
- malaxer manuellement, pendant 3 min, le bitume et les fillers à l'aide d'une tige en verre sur une plaque chauffante électrique maintenant une température de 180 °C;

- couler le mélange à chaud dans la cellule du RCA de manière continue jusqu'à ce que le mélange déborde sur le disque interne;
- procéder à des séquences de vibration pour permettre de chasser les bulles d'Air coincées dans l'échantillon;
- remettre la cellule du RCA dans l'étuve afin que le mélange se mette bien en place;
- sortir la Cellule du RCA et la laisser refroidir pendant 6h à température ambiante.

Après homogénéisation du mélange, l'échantillon est placé dans un congélateur à -10 °C afin de conserver ses propriétés rhéologiques.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Adamson, A. W., & Gast, A. P. (1967). Physical chemistry of surfaces.

Anderson, D. A., & Goetz, W. H. (1973). Mechanical behavior and reinforcement of mineral filler-asphalt mixtures.

Barnes, H. A. (2000). A handbook of elementary rheology.

Bhasin, A. (2007). Development of methods to quantify bitumen-aggregate adhesion and loss of adhesion due to water (Texas A&M University).

Branthaver, J. F., Petersen, J., Robertson, R., Duvall, J., Kim, S., Harnsberger, P., . . . Scharbron, J. (1993). Binder characterization and evaluation. Volume 2: Chemistry.

Brule, B. (1996). Polymer-modified asphalt cements used in the road construction industry: basic principles. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, (1535), 48-53.

C. Mullins, O., & Y. Sheu, E. (1998). Structures and Dynamics of Asphaltenes. doi: 10.1007/978-1-4899-1615-0

Cheng, D. (2003). Surface free energy of asphalt-aggregate system and performance analysis of asphalt concrete based on surface free energy.

Christensen, R. M. (2003). Theory of Viscoelasticity. Dover Publications. Repéré à https://books.google.ca/books?id=_tnm0cMWSNIC

Corbett, L. W. (1969). Composition of asphalt based on generic fractionation, using solvent deasphalting, elution-adsorption chromatography, and densimetric characterization. Analytical Chemistry, 41(4), 576-579. doi: 10.1021/ac60273a004. Repéré à <https://doi.org/10.1021/ac60273a004>

Corbett, L. W. (1969). Composition of asphalt based on generic fractionation, using solvent deasphalting, elution-adsorption chromatography, and densimetric characterization. Analytical Chemistry, 41(4), 576-579. doi: 10.1021/ac60273a004. Repéré à <https://doi.org/10.1021/ac60273a004>

Curtis, C. W. (1990). A Literature Review of Liquid Antistripping Agents, Mineral Additives and Tests for Measuring Stripping.

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. Repéré à <https://hal-mines-paristech.archives-ouvertes.fr/hal-00510515>

Delaporte, B., Di Benedetto, H., Chaverot, P., & Gauthier, G. (2007). *Linear viscoelastic properties of bituminous materials: From binders to mastics* (Vol. 76).

Delaporte, B., Di Benedetto, H., Chaverot, P., & Gauthier, G. (2008). *Effect of Ultrafine Particles on Linear Viscoelastic Properties of Mastics and Asphalt Concretes* (Vol. 2051). doi: 10.3141/2051-06

Di Benedetto, Hervé, et Jean-François Corté. 2004. *Matériaux routiers bitumineux 1 : description et propriétés des constituants*, 1ère éd. Coll. « Mécanique et Ingénierie des Matériaux ». Paris: Hermes Science, 234 p.

Einstein, A. (1956). *Investigations on the Theory of the Brownian Movement*. Courier Corporation.

Ensley, E. K., & Scholz, H. (1972). A study of asphalt-aggregate interactions by heat of immersions. *J. Inst. Pet*, 58(560), 95-101.

European Committee for Standardization, EN 12597: Bitumen and bituminous binders – Terminology, European Committee for Standardization, Brussels, 2000

Faheem, A. F., & Bahia, H. U. (2010). Modelling of asphalt mastic in terms of filler-bitumen interaction. *Road Materials and Pavement Design*, 11(sup1), 281-303.

Fritschy, G., & Papirer, E. (1978). Interactions between a bitumen, its components and model fillers. *Fuel*, 57(11), 701-704. doi: [https://doi.org/10.1016/0016-2361\(78\)90025-X](https://doi.org/10.1016/0016-2361(78)90025-X). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/001623617890025X>

Harris, B. M., & Stuart, K. D. (1995). Analysis of mineral fillers and mastics used in stone matrix asphalt. *ASPHALT PAVING TECHNOLOGY*, 64, 54-95.

Hefer, A. W. (2005). *Adhesion in bitumen-aggregate systems and quantification of the effect of water on the adhesive bond* (Texas A&M University).

Jeon, Y. W., & Curtis, C. W. (1990). A literature review of the adsorption of asphalt functionalities on aggregate surfaces.

Kandhal, P., Lynn, C., & Parker, F. (1998). Characterization tests for mineral fillers related to performance of asphalt paving mixtures. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, (1638), 101-110.

Kim, Y.-R., Little, D., & Song, I. (2003). Effect of mineral fillers on fatigue resistance and fundamental material characteristics: mechanistic evaluation. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, (1832), 1-8.

Koots, J. A., & Speight, J. G. (1975). Relation of petroleum resins to asphaltenes. *Fuel*, 54(3), 179-184. doi: [https://doi.org/10.1016/0016-2361\(75\)90007-1](https://doi.org/10.1016/0016-2361(75)90007-1). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0016236175900071>

Kucharek, A. « Affinité Bitume Granulats » Formation technique annuelle 2012, Utilisation des liants bitumineux en centrale et en chantier, Bitume Québec, ÉTS 2012.

Lamothe, Sébastien. 2014. « Endommagement d'un enrobé bitumineux partiellement saturé en eau ou en saumure soumis à des sollicitations cycliques de gel-dégel et mécaniques ». Thèse de doctorat PHD, Montréal, École de Technologie Supérieure de Montréal, 414 p.

Laval, C., & Quivoron, C. (1973). MISE EN EVIDENCE D'UNE CORRELATION ENTRE LE RAPPORT HYDROPHILE/LIOPHILE DES RESINES EPOXYDES ET LEUR COMPATIBILITE AVEC LE BITUME ROUTIER. *CR HEBD ACAD SCI*, C, (9).

Lelièvre, A. (1994). Les enrobés bitumineux. Sainte-Foy, Québec: Éditions Le Griffon d'argile.

Lesueur, D. (2002). Rhéologie des bitumes: Principes et modifications (Vol. 2).

Lesueur, D. (2009). The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. *Advances in Colloid and Interface Science*, 145(1), 42-82. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2008.08.011>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0001868608001413>

MASSON, J. F., Leblond, V., & Margeson, J. (2006). Bitumen morphologies by phase-detection atomic force microscopy. *Journal of Microscopy*, 221(1), 17-29.

Mortazavi, M., & Moulthrop, J. S. (1993). The SHRP materials reference library.

Mullins, O. C., Sabbah, H., Eyssautier, J., Pomerantz, A. E., Barré, L., Andrews, A. B., . . . Zare, R. N. (2012). Advances in Asphaltene Science and the Yen–Mullins Model. *Energy & Fuels*, 26(7), 3986-4003. doi: 10.1021/ef300185p. Repéré à <https://doi.org/10.1021/ef300185p>

Olard, F. et Di Benedetto, H. 2003. « General "2S2P1D" model and relation between the linear viscoelastic behaviors of bituminous binders and mixes ». *International Journal of Road Materials and Pavement Design* Vol. 4 (Issue 2).

Olard, François. 2003. « Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux à basses températures. Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé ». Thèse de doctorat, Lyon, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 221 p.

Orange, G., Dupuis, D., Martin, J., Farcas, F., Such, C., & Marcant, B. (2004). Chemical modification of bitumen through polyphosphoric acid: properties-micro-structure relationship. Dans PROCEEDINGS OF THE 3RD EURASPHALT AND EUROBITUME CONGRESS HELD VIENNA, MAY 2004 (Vol. 1).

O. Solomatnikova, "Rheological Behavior and Cohesive and Adhesive Properties of Bituminous Binders," Memory of Master of Applied Science, University of Laval, Quebec, 1998.

Overfield, R., Sheu, E., Sinha, S., & Liang, K. (1989). SANS study of asphaltene aggregation. *Fuel science & technology international*, 7(5-6), 611-624.

Perraton, Daniel. 2012a. MGC 805 - Science des Matériaux, Programme de Maîtrise en génie de la construction, Montréal, École de Technologie Supérieure, pagination multiple p.

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. Repéré à <https://doi.org/10.1080/10916469808949774>

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. Repéré à <https://doi.org/10.1080/10916469808949774>

Pieri, N. (1994). Etude du vieillissement simulé et in situ des bitumes routiers par IRTF et fluorescence UV en excitation-émission synchrones: détermination des relations structures chimiques-propriétés rhéologiques par analyse en composantes principales (Aix-Marseille 3).

Planche, J., Martin, D., LESUEUR, D., & King, G. (1996). Evaluation of elastomer modified bitumens using SHRP binder specifications.

Podoll, R., Becker, C., & Irwin, K. (1991). Surface analysis by laser ionization of the asphaltaggregate bond. March Progress Report SHRP-87-AIIR-07. Menlo Park, California: SRI International.

Ramond, G., & Lesueur, D. (2005). Adhésion liant granulat.

Read, J., & Whiteoak, D. (2003). The Shell Bitumen Handbook. doi: 10.1680/sbh.32200. Repéré à <https://www.icevirtuallibrary.com/doi/abs/10.1680/sbh.32200>

Richardson, C. (1915). The theory of the perfect sheet asphalt surface.

Rigden, D. (1947). The use of fillers in bituminous road surfacings. *Journal of the Society of Chemical Industry*, 66, 23-32.

Robertson, R. E., Branthaver, J., Plancher, H., Duvall, J., Ensley, E., Harnsberger, P., & Petersen, J. (1991). Chemical properties of asphalts and their relationship to pavement performance. Strategic Highway Research Program, National Research Council Washington, DC.

Scott, J. (1978). Adhesion and disbonding mechanisms of asphalt used in highway construction and maintenance. *Dans Association of Asphalt Paving Technologists Proc* (Vol. 47).

Speight, J. G. (2014). *The chemistry and technology of petroleum*. CRC press.

Speight, J. G., & ebrary, I. (1999). *The chemistry and technology of petroleum* (3rd ed., rev. and expanded éd. Vol. 76). New York: Marcel Dekker.

Taylor, R. (2007). Surface interactions between bitumen and mineral fillers and their effects on the rheology of bitumen-filler mastics. *University of Nottingham, Nottingham*, 38-40.

Turner, T. F., & Branthaver, J. F. (1997). DSC studies of asphalts and asphalts components. *Asphalt science and technology*, 59-101.

W. Jeon, Y., W. Curtis, C., & A. Coker, B. (1997). Adsorption of asphalts and their size exclusion chromatography fractions on aggregate surfaces (Vol. 15). doi: 10.1080/10916469708949694

Yen, T. F. (1992). The colloidal aspect of a macrostructure of petroleum asphalt. *Fuel science & technology international*, 10(4-6), 723-733.

Zhao, H., Long, J., Masliyah, J. H., & Xu, Z. (2006). Effect of divalent cations and surfactants on silica– bitumen interactions. *Industrial & engineering chemistry research*, 45(22), 7482-7490.

European Committee for Standardization, EN 12597: Bitumen and bituminous binders – Terminology, European Committee for Standardization, Brussels, 2000

