Caractérisation multi-échelle des enrobés bitumineux à chaud contenant des granulats bitumineux recyclés et des bardeaux d'asphalte de post-consommation

par

Abdeldjalil DAOUDI

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

MONTRÉAL, LE 28 JANVIER 2021

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

 Abdeldjalil Daoudi, 2021



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

PRÉSENTATION DU JURY

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Alan Carter directeur de thèse
Département de génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

Mme Anne Dony, codirecteur de thèse
Institut de Recherche en Constructibilité, Laboratoire Matériaux de Chaussées à l'École Spéciale des Travaux Publics

M. Daniel Perraton, codirecteur de thèse
Département de génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

M. Mickaël Gardoni, président du jury
Département de génie des systèmes à l'École de Technologie Supérieure

M. Michel Vaillancourt, membre du jury
Département de génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

M. François Olard, examinateur externe
Directeur Recherche & Innovation, EIFFAGE Infrastructures

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

14 DÉCEMBRE 2020

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je voudrais tout d'abord adresser toute ma gratitude pour mes directeurs de thèse, Alan Carter, Anne Dony et Daniel Perraton, pour leur patience, leur disponibilité et surtout leurs judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter mes réflexions. Travailler avec vous était et restera à jamais un grand honneur pour moi. Je remercie chaleureusement Alan Carter de m'avoir donné l'opportunité d''exprimer des idées à travers cette thèse. Merci pour le soutien et la liberté que tu m'as accordés sans objection. Les mots ne sont pas suffisants pour remercier Anne Dony, tu étais toujours disponible pour répondre à mes questions et tes précieux conseils étaient la lumière qui m'a guidé tout le long de ma route entre Montréal et Paris. Daniel Perraton, merci beaucoup pour les discussions et débats que nous avons eus ensemble, c'était vraiment un plaisir, je me suis bien régalé. Sans tes idées, cela n'aurait pas été possible.

Je tiens à remercier les membres du jury de leur participation, tout d'abord le président de jury professeur Mickaël Gardoni ainsi que le professeur François Olard et le professeur Michel Vaillancourt et d'avoir accepté d'évaluer cette thèse, j'en suis sincèrement très honoré.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance envers mes amis et collègues de l'école de technologie supérieure et de l'école spéciale des travaux publics qui m'ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de ma démarche. Notamment, Mounir, Simone, Francis, Sylvain, Sébastien, Charles, Marc-André, Layella, Antonin, Youcef, Mattéo, Hafida et toute personne qui a contribué de près ou de loin à ce projet. Vous avez rendu le travail beaucoup plus facile et très amusant.

Un grand remerciement à mes parents Ahmed et Zineb, mon grand frère Abdelkader et ma petite sœur Faiza, pour votre amour, vos encouragements et de votre soutien inconditionnel. Également je tiens à remercier mon amie Lyticia pour ton amour, ta patience et ta solidarité. Vous étiez tous et vous resterez pour toujours une source d'inspiration et de motivation sans fin. Finalement, je n'oublie pas, bien sûr, la COVID-19 qui m'a obligé à rester scotché devant mon écran afin de rédiger cette thèse.

Caractérisation multi-échelle des enrobés bitumineux à chaud contenant des granulats bitumineux recyclés et des bardeaux d'asphalte de post-consommation

Abdeldjalil DAOUDI

RÉSUMÉ

L'utilisation des granulats bitumineux recyclés (RAP) et des bardeaux d'asphalte de post-consommation (RAS) dans la formulation des enrobés est une bonne solution permettant la réutilisation des ressources non renouvelables. Au Québec, la législation permet de réutiliser jusqu'à 20% et 3% respectivement de RAP et RAS dans les enrobés pour couches de surface. Selon la norme LC 4202, 100% du bitume RAP est mobilisable tandis que pour le RAS ce pourcentage est estimé à 25%. L'objectif principal de cette thèse est de comprendre et d'évaluer les effets de l'addition combinée de RAP et RAS sur le comportement thermomécanique des enrobés.

La recherche bibliographique a permis d'identifier les principaux axes d'étude. Plusieurs travaux présents dans la littérature mettent en doute les taux de mobilisation proposés par la norme LC 4202. Ils soulignent que l'ajout des matériaux bitumineux recyclés conduit à une rigidification de l'enrobé final, conduisant à une chute de la résistance à la fissuration thermique. Ces constatations sont liées principalement à un mélange entre le bitume neuf d'apport et les bitumes recyclés. La bibliographie a permis également d'identifier des outils d'analyses comme l'utilisation des modèles rhéologiques et les équations de passage entre liants bitumineux et enrobé.

Un plan de travail multi-échelle est proposé, et comporte deux niveaux : celui du liant bitumineux (bitume et mastic) et celui de l'enrobé. D'abord à l'échelle du liant, une caractérisation conventionnelle, physico-chimique et rhéologique a été réalisée sur les bitumes de bases et des mélanges entre eux. Deux lois de mélange sont proposées à l'issue de cette étude. Une loi linéaire permettant de prédire les paramètres et les caractéristiques non dépendant de la température, et une loi logarithmique pour ceux dépendant de la température. Ces lois sont également validées au niveau du mastic. Ce dernier, considéré comme le réel liant dans les enrobés, a permis de conclure que la rigidification notée à l'échelle enrobé n'est pas seulement causée par le mélange entre les bitumes, mais également par la présence d'un mastic différent par rapport à celui des enrobés neufs. Ensuite, un travail multi-échelle associant l'expérimental et la modélisation est proposé pour étudier le degré de mobilisation. Il est basé sur la caractérisation rhéologique à l'échelle de l'enrobé et l'échelle bitume, puis l'utilisation de la transformation SHStS afin d'aller d'une échelle à une autre. Il a permis de valider que le pourcentage de mobilisation des RAP est de 100% et plus que 50% pour le RAS. À l'échelle enrobé, le travail a été entrepris à différentes températures de caractérisation. Pour les températures de mise en œuvre, l'ajout des RAP et RAS n'a montré aucun effet significatif sur la compactibilité dans les conditions d'essai étudiées. Pour les températures de service, comme prévu, une rigidification suivant des évolutions linéaires avec la teneur en matériaux recyclés est notée. Aux basses températures, des corrélations sont proposées entre les résultats d'essai de retrait thermique empêché et les résultats de module fluage calculé à partir du module

complexe en utilisant des modèles rhéologiques. Cette méthode a permis de valider les craintes qui demeurent au niveau du comportement dans le domaine fragile.

Mots clés : Caractérisation multi-échelle, RAP et RAS, Comportement mécanique, Degré de mobilisation, Lois de mélange.

Multi-scale characterization of hot mix asphalt containing recycled asphalt pavement and recycled asphalt shingles

Abdeldjalil DAOUDI

ABSTRACT

The use of recycled asphalt pavement (RAP) and recycled asphalt shingles (RAS) in the formulation of asphalt mixes is a good solution allowing the reuse of non-renewable resources. In Quebec, the legislation allows the reuse up to 20% and 3% respectively of RAP and RAS in asphalt mixes for surface layers. According to LC 4202 standard, 100% of the RAP bitumen can be mobilised while for the RAS this percentage is estimated at 25%. The main objective of this thesis is to understand the effects of the combined addition of RAP and RAS on the thermomechanical behaviour of asphalt mixes.

The bibliographical research allowed to identify the main axes of study. Several works in the literature disagree about the mobilisation rates proposed by the LC 4202. They highlight that the addition of recycled bituminous materials leads to a stiffer final asphalt, causing a drop in thermal cracking resistance. These findings are mainly related to a blend between the virgin binder the recycled ones. The literature reviews also allowed to identify relevant tools for analysis such as the use of rheological models and multi-scale transition equations.

A multi-scale work plan is proposed, it includes binder scale (bitumen and mastic) and asphalt mix scale. First, at binder scale, a conventional, physicochemical and rheological characterization was carried out on the base bitumen and blends between them. Two blending laws were proposed. A linear law for predicting the parameters and characteristics non dependent on temperature, and a logarithmic one for those dependent on temperature. These laws are also validated at the mastic level. The latter, admitted as the real binder in asphalt mixes, allowed to conclude that the stiffening effect noted on the asphalt mix scale is not only caused by the blend between the bitumen but also by the presence of a different mastic compared to that of asphalt mixes without recycled materials. Then, a multi-scale work associating experimentation and the modeling is proposed to study the mobilisation rate. It is based on the rheological characterization at asphalt mix scale and bitumen scale, then the use of the SHStS transformation to go from one scale to another. It validated that the percentage of mobilisation of RAP is 100% and more than 50% for RAS. At asphalt mix scale, the work was performed at different characterization temperatures. At laying temperatures, the addition of RAP and RAS did not show any significant effect on compactibility under the test conditions studied. At service temperatures, as expected, a stiffening following linear evolutions with recycled materials content is noted. At low temperatures, correlations are proposed between the thermal stress restrained specimen test result and the creep modulus results calculated from the complex modulus using rheological models. This method allowed to validate the weaknesses noted in the literature of the mechanical behaviour of the asphalt mixes containing recycled materials in the fragile domain.

Keywords: Multi-scale characterization, RAP and RAS, Mechanical behaviour, Mobilisation rate, Blending laws.

TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE.....5
1.1 Généralités sur les enrobés bitumineux 5
1.1.1 Structure de la chaussée 5
1.1.2 Les granulats 6
1.1.3 Le bitume 8
1.1.4 Le mastic bitumineux..... 9
1.1.5 Les matériaux bitumineux de recyclage : RAP et RAS 10
1.1.6 La méthode de formulation Québécoise 13
1.1.7 L'enrobé semi-grenu ESG-10 17
1.2 La caractérisation des matériaux bitumineux 18
1.2.1 Échelle liant 18
1.2.1.1 La caractérisation conventionnelle Européenne 18
1.2.1.2 La caractérisation mécanistique- empirique 19
1.2.1.3 La caractérisation physico-chimique 24
1.2.2 Échelle enrobé..... 25
1.2.2.1 Les caractéristiques aux températures de mise en œuvre 25
1.2.2.2 Les caractéristiques aux températures de service 27
1.2.2.1 Les caractéristiques aux basses températures 27
1.3 Le comportement thermomécanique des matériaux bitumineux 32
1.3.1 Action des charges sur les structures de chaussées souples..... 32
1.3.1.1 L'effet du trafic 33
1.3.1.2 L'effet de la température..... 33
1.3.2 Réponse du matériau bitumineux..... 34
1.3.2.1 Échelle du liant bitumineux (bitume et mastic) 34
1.3.2.2 Échelle de l'enrobé 40
1.4 La théorie viscoélastique.....41
1.4.1.1 Le comportement élastique et le comportement visqueux..... 41
1.4.1.2 Le comportement viscoélastique..... 42
1.4.1.3 Le fluage (expérience du retard) et La relaxation..... 44
1.4.1.4 La transformée de Laplace – Carson 47
1.4.1.5 Le module complexe..... 48
1.4.1.6 Le principe d'équivalence/de superposition temps – températures (PSTT) 49
1.4.1.7 Le passage du comportement viscoélastique linéaire du liant au comportement viscoélastique linéaire de l'enrobé... 51
1.5 La modélisation rhéologique du comportement viscoélastique linéaire.....53
1.5.1 Le ressort et l'amortisseur..... 54
1.5.2 Le modèle de Maxwell et le modèle de Kelvin-Voigt..... 55
1.5.3 L'élément parabolique 57

1.5.4 Le modèle d'Huet 58
1.5.5 Le modèle d'Huet – Sayegh 59
1.5.6 Le modèle 2S2P1D 61
1.5.7 Les modèles à spectres discret 64
1.6 Caractéristiques des matériaux bitumineux contenant des matériaux recyclés 65
1.6.1 Le degré de mobilisation 66
1.6.2 Le comportement mécanique 70
1.7 Conclusion 72

CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE DE TRAVAIL 75
2.1 Démarche générale de thèse 75
2.1.1 Échelle enrobé 76
2.1.1.1 Étude de formulation 77
2.1.1.2 Caractérisation mécanique 79
2.1.2 Échelle liant bitumineux (bitume et mastic) 81
2.2 Essais de caractérisation et formulation des enrobés 83
2.2.1 Caractérisation des matériaux granulaires 83
2.2.2 Caractérisation des matériaux bitumineux recyclés 84
2.2.3 Formulation des enrobés 87
2.3 Caractérisation du liant bitumineux 92
2.3.1 Les bitumes 92
2.3.1.1 Présentation des bitumes de base 92
2.3.1.2 Extraction récupération 92
2.3.1.3 Fabrication des mélanges de bitumes 95
2.3.2 Les mastics 99
2.3.3 Essais conventionnels 101
2.3.3.1 L'essai de pénétrabilité 101
2.3.3.2 L'essai du point de ramollissement bille et anneau (TBA) 101
2.3.4 Essais physico-chimique 102
2.3.4.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier 102
2.3.4.2 La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) 107
2.3.5 Essai rhéologique : le module complexe en cisaillement 113
2.3.5.1 Principe de l'essai 114
2.3.5.2 Mode opératoire 115
2.4 Épreuves de validation et essais thermomécaniques sur enrobés 118
2.4.1 Préparation des éprouvettes 118
2.4.2 Épreuves de validation 121
2.4.2.1 Essai à la presse à cisaillement giratoire 121
2.4.2.2 Essai de tenue à l'eau 122
2.4.2.3 Essai d'orniérage 124
2.4.3 Essais thermomécaniques 124
2.4.3.1 Essai de module complexe 124
2.4.3.2 Essais de fluage en traction indirecte 127
2.4.3.3 Essai de fluage en traction directe et en compression directe 128
2.4.3.4 Essai de retrait thermique empêché 129

2.5 Logigramme récapitulatif du plan de travail....130

CHAPITRE 3 COMBINED RECYCLING OF RAS AND RAP: EXPERIMENTAL AND MODELING APPROACH....131
3.1 Abstract....131
3.2 Introduction....132
3.3 Literature Review....132
3.4 Materials and Methodology....135
3.5 Results and discussion....136
3.6 Conclusion and Perspectives....138

CHAPITRE 4 RHEOLOGICAL MULTI-SCALE EVALUATION OF RAP AND RAS BINDER MOBILISATION IN HOT MIX ASPHALT....141
4.1 Abstract....141
4.2 Introduction....142
4.3 Objective and research approach....148
4.4 Materials and methods....149
4.5 Results and discussions....153
4.5.1 Step 1: LVE behaviour's characterizations....153
4.5.2 Step 2: SHStS....158
4.5.3 Step 3: comparison between predicted asphalt behaviour and experimental asphalt behaviour....161
4.6 Conclusion....168

CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET ANALYSES À L'ÉCHELLE DU MASTIC....171
5.1 Introduction....171
5.2 Essais conventionnels....171
5.3 Essais de module complexe....177
5.3.1 Traitement des résultats et construction des courbes maitresses....178
5.3.2 Analyse des résultats liés aux principes d'équivalence temps – température....181
5.3.2.1 Les facteurs de translations et constantes C1 et C2....181
5.3.2.2 Le temps caractéristique....186
5.3.3 Le coefficient de renforcement complexe....189
5.3.3.1 Mastics / Bitumes....190
5.3.3.2 Mastics / Mastic de référence....191
5.4 Prédiction du comportement du mastic 100% RAP, SHStS vs lois de mélange....193
5.4.1 Validation de la transformation SHStS pour le passage bitume mastic correspondant....193
5.4.2 SHStS vs Lois de mélange....196
5.5 Conclusion....198

CHAPITRE 6 FROM COMPLEX MODULUS E* TO CREEP COMPLIANCE D(T): EXPERIMENTAL AND MODELING STUDY....201
6.1 Abstract....201
6.2 Introduction....202

6.3 Methods and Materials....207
6.3.1 Methods.... 207
6.3.2 Materials 209
6.4 Results and Discussion 211
6.4.1 Complex modulus results and 2S2P1D calibration 211
6.4.2 Direct Tensile and Direct Compression Creep Tests Results 216
6.4.3 Indirect Tensile Creep Test Results 222
6.5 Conclusion 227

CHAPITRE 7 ASSESSMENT OF NEW CRITERIA FOR COMPACTIBILITY EVALUATION OF WARM MIXES ASPHALT....229
7.1 Abstract....229
7.2 Introduction....230
7.3 Materials and methods....235
7.4 Results and discussion 238
7.5 Conclusion 242

CHAPITRE 8 CARACTÉRISATION À L'ÉCHELLE DES ENROBÉS 245
8.1 Introduction....245
8.2 Validation des formules d'enrobés 245
8.2.1 La compactibilité 245
8.2.2 La tenue à l'eau.... 249
8.2.3 La résistance à l'orniérage 252
8.3 Essais thermomécaniques 254
8.3.1 Essai de module complexe.... 254
8.3.1.1 La forme.... 254
8.3.1.2 Le principe d'équivalence temps-température.... 260
8.3.1.3 Les modules 263
8.3.2 Le module de fluage.... 267
8.3.3 Le retrait thermique empêché 272
8.4 Conclusion 279

CONCLUSION....281

RECOMMANDATIONS 289

ANNEXE I CARACTÉRISATION DES BITUMES DE BASE....291

ANNEXE II BORNES DE CALCULES DES INDICES DE VIEILLISSEMENT.....297

ANNEXE III MODULES NORMALISÉS MASTICS VS BITUMES CORRESPONDANTS....299

ANNEXE IV MODULES DE FLUAGE EXPÉRIMENTAUX ET PRÉDITS 307

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES....311

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 1-1 Classes granulaires....7

Tableau 1-2 Caractéristiques granulométriques des enrobés mis au point selon la méthode de formulation Québécoise 15

Tableau 1-3 Exigences pour l'essai à la PCG des enrobés mis au point selon la méthode de formulation Québécoise....16

Tableau 1-4 Les bitumes utilisé au Québec selon la classification MSCR en fonction des zones climatiques....24

Tableau 1-5 Principe de superposition de Boltzmann 43

Tableau 2-1 Caractérisation des granulats vierges....83

Tableau 2-2 Résultats des essais au four à ignition 85

Tableau 2-3 Analyse granulométrique des matériaux bitumineux recyclés 86

Tableau 2-4 Caractéristiques de l'enrobé de référence....89

Tableau 2-5 Les enrobés formulés....91

Tableau 2-6 Condition de récupération des bitumes....94

Tableau 2-7 Mélanges de bitume....96

Tableau 2-8 Composition des mastic fabriqués....99

Tableau 2-9 Résultats essais D_{mm} 119

Tableau 2-10 Dimensions des éprouvettes pour les essais thermomécaniques 121

Tableau 2-11 Résultats des mesures de densité brut....123

Tableau 2-12 Fréquence et nombre de cycles pour la détermination du module complexe 126

Table 3-1 Bitumen mixes tested 136

Table 4-1 Conventional parameters of recycled bitumen....150

Table 4-2 Asphalt mixes 151

Table 4-3 Bitumen blends 152

Table 4-4 2S2P1D shape parameters 155

Table 4-5 Statistical parameters for virgin materials 164

Table 4-6 Statistical parameters for materials with RAP_B 166

Table 4-7 Statistical parameters for materials with RAS_B 166

Tableau 5-1 Résultats essais conventionnels 172

Tableau 5-2 C1 et C2 expérimentaux et prédits 184

Tableau 5-3 Présentation des temps caractéristiques à la température de référence τ_0 188

Table 6-1 Forces and stresses amplitude applied for direct tensile and direct compression tests. 218

Table 6-2 Calculation of loss in |E*| 220

Table 7-1 BBSG 0/10 gradation 235

Table 7-2 CEI calculation results 239

Table 7-3 Gyration ratio and performance ratio results 241

Table 7-4 The double-acting static compaction results 242

Tableau 8-1 Résultats des essais à la presse à cisaillement giratoire 246

Tableau 8-2 Résultats indices de compactibilité 248

Tableau 8-3 Résultats d'essai d'orniérage 253

Tableau 8-4 Paramètres 2S2P1D 257

Tableau 8-5 Constantes C1 et C2 de la loi WLF 263

Tableau 8-6 Modules complexes 10 °C, 10 Hz 264

Tableau 8-7 Résultats de $S_E(60)$ et m_E-value à 0 °C 269

Tableau 8-8 Résultats essais de retrait thermique empêché 274

Tableau 8-9 La variation de la température pour laquelle m_E-value = 0.300 en fonction de la température de rupture TSRST 278

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1-1 Schéma d'une structure type de chaussée bitumineuse.....5

Figure 1-2 a) Granulats bitumineux recyclés (RAP) et b) bardeaux d'asphalte de post-consommation (RAS).....13

Figure 1-3 Schéma de la méthode de formulation du Québec.....17

Figure 1-4 Schéma principe d'essai de pénétrabilité.....18

Figure 1-5 Schéma principe d'essai bille et anneau.....19

Figure 1-6 Schéma essai au DSR.....20

Figure 1-7 Schéma essai au BBR.....21

Figure 1-8 L'attribution des niveau de sollicitation en fonction de la complaisance en fluage non récupérable et du pourcentage de retour élastique.....23

Figure 1-9 Résultats type de l'essai de retrait thermique empêché.....29

Figure 1-10 L'évolution des contraintes thermiques : résultats expérimentaux vs simulation.....31

Figure 1-11 Schématisation de l'essai de fluage.....32

Figure 1-12 Schématisation des sollicitations induites par le trafic.....33

Figure 1-13 Schématisation des sollicitations induites par la température.....34

Figure 1-14 Classes de comportement des bitumes en fonction de la température T (TG est la température de transition vitreuse) et de l'amplitude de la déformation $|\varepsilon|$.....35

Figure 1-15 Classes de comportement des bitumes en fonction de ε et du nombre de cycles de sollicitation.....36

Figure 1-16 Limite de linéarité en déformation.....36

Figure 1-17 Rigidification du bitume par différentes concentrations de fines.....39

Figure 1-18 Essai de traction simple à 5°C et 250 mm/min sur des mastics à différentes concentrations.....39

Figure 1-19 Module complexe du mastic par rapport à celui du liant associé en fonction de la fraction volumique du filler introduit. T = 25°C et fr = 0.4 Hz 40

Figure 1-20 Les grandes familles du comportement mécaniques des enrobés.....41

Figure 1-21 Expérience d'effacement : a) créneau de déformation et b) réponse du matériau en contrainte.....43

Figure 1-22 Essai de fluage d'un matériau viscoélastique linéaire.....44

Figure 1-23 Sollicitation à contrainte variable dans le temps.....45

Figure 1-24 Essai de relaxation d'un matériau viscoélastique linéaire.....46

Figure 1-25 Construction de la courbe maitresse a) pour la norme du module complexe b) pour l'angle de phase 51

Figure 1-26 Représentation schématique de la transformation SHStS, pour obtenir les propriétés du mélange à partir des propriétés du liant 52

Figure 1-27 Schématisation de l'élément ressort 54

Figure 1-28 Schématisation de l'élément amortisseur 54

Figure 1-29 Schématisation de a) modèle de Maxwell et b) modèle de Kelvin-Voigt.....55

Figure 1-30 Schématisation de l'élément parabolique 57

Figure 1-31 Schématisation du modèle d'Huet 58

Figure 1-32 Modélisation du module complexe selon le modèle de Huet 59

Figure 1-33 Schématisation du modèle Huet-Sayegh.....59

Figure 1-34 Schématisation du modèle 2S2P1D 61

Figure 1-35 Modélisation 2S2P1D a) plan Cole-Cole b) espace de Black c) courbe maitresse de la norme de module complexe d) courbe maitresse de l'angle de phase 62

Figure 1-36 Schématisation du modèle de Kelvin-Voigt généralisé 64

Figure 1-37 Schématisation du modèle de Maxwell généralisé 64

Figure 2-1 Schéma récapitulatif de la méthodologie de travail 76

Figure 2-2 Schéma récapitulatif de la méthodologie de travail à l'échelle enrobé.....77

Figure 2-3 Schéma récapitulatif de la formulation et la validation des enrobés.....79
Figure 2-4 Schéma récapitulatif de la caractérisation mécanique des enrobés.....81
Figure 2-5 Plan d'essai à l'échelle du liant bitumineux.....82
Figure 2-6 Analyse granulométrique des matériaux bitumineux recyclés.....87
Figure 2-7 Courbes granulométriques des neuf formules recomposées.....88
Figure 2-8 L'asphalt-analysateur.....93
Figure 2-9 Panier de récupération.....94
Figure 2-10 L'évaporateur rotatif.....95
Figure 2-11 L'ajout du bitume vierge dans le bitume récupéré.....96
Figure 2-12 Malaxage manuelle.....98
Figure 2-13 Coulage des échantillons.....98
Figure 2-14 Fabrication des mastics.....100
Figure 2-15 Schéma principe d'essai pénétrabilité.....101
Figure 2-16 Schéma principe d'essai bille et anneau.....102
Figure 2-17 Spectromètre infrarouge.....103
Figure 2-18 Préparation des échantillons pour l'essai de spectroscopie infrarouge.....104
Figure 2-19 Identification des pics caractéristiques d'un bitume oxydé pour la détermination de ICO et ISO (Source : procédure interne ESTP).....106
Figure 2-20 Identification de l'air sous le pic C=O.....107
Figure 2-21 Gouttes de bitume pour l'essai DSC.....108
Figure 2-22 Préparation des échantillons pour l'essai DSC.....109
Figure 2-23 Rampes de température pour la technique DSC classique.....110
Figure 2-24 Rampes de température pour la technique DSC modulée.....111
Figure 2-25 Résultat type de l'essai DSC.....111
Figure 2-26 Détermination de la Tg par la méthode des tangentes (Point d'inflexion) ..113

Figure 2-27 Détermination de la T_G par la méthode des dérivées....113

Figure 2-28 Schéma de la configuration PP 114

Figure 2-29 Températures d'essais en fonction des géométries 116

Figure 2-30 Résultat type de l'essai au DSR 117

Figure 2-31 Échantillon arasé 118

Figure 2-32 Schéma de carottage des éprouvettes pour les essais de module complexe et de fluage en configuration directe 120

Figure 2-33 Schéma de sciage des éprouvettes pour l'essai de traction indirecte 120

Figure 2-34 Éprouvette cylindrique pour l'essai de module complexe 125

Figure 2-35 Contrainte et déformation cyclique de forme sinusoïdale 126

Figure 2-36 Essai de fluage en traction indirecte....128

Figure 2-37 Essai de retrait thermique empêché....129

Figure 3-1 Variation of conventional parameters with the variation of recycling rate....137

Figure 3-2 Variation of physicochemical parameters with the variation of recycling rate....137

Figure 3-3 DSR results in Cole-Cole and master curve representations for the blend containing 15% of RAP binder 138

Figure 4-1 2S2P1D model 144

Figure 4-2 Work plan....148

Figure 4-3 Materials gradation....149

Figure 4-4 Normalized complex modulus in (a) Cole-Cole representation and (b) Black space of bituminous blends....154

Figure 4-5 Shear complex modulus results in Cole-Cole representation 156

Figure 4-6 Shear complex modulus results in Black space 156

Figure 4-7 Master curves of binders at 10° C 157

Figure 4-8 The variation of τ_0 vs RBR 158

Figure 4-9 Reference asphalt mix normalized modulus vs virgin binder normalized modulus in (a) Cole-Cole representation and (b) Black space 160

Figure 4-10 Reference materials master curves at 10 °C, Calibration of the parameter α 161

Figure 4-11 (a) master curve at 10 °C with the extrapolation (b) error between the experimental points and the prediction example the reference materials..163

Figure 4-12 Predicted vs experimental master curve complex modulus at 10 °C.....165

Figure 4-13 Predicted vs experimental master curve complex modulus at 10 °C.....167

Figure 5-1 La Variation de la pénétrabilité des mastics en fonction de la variation de la pénétrabilité des bitumes correspondants.....173

Figure 5-2 La Variation de la TBA des mastics en fonction de la variation de la TBA des bitumes correspondants 173

Figure 5-3 Variation de la pénétrabilité en fonction de la variation du ratio de bitume recyclé a) utilisation de RAP_B) utilisation de RAS_B.....175

Figure 5-4 Variation de la TBA en fonction de la variation du ratio de bitume recyclé a) utilisation de RAPB) utilisation de RASB.....176

Figure 5-5 Module normalisé mastic de référence *vs* bitume correspondant dans le plan Cole-Cole 179

Figure 5-6 Module normalisé mastic de référence *vs* bitume correspondant dans l'espace de Black 179

Figure 5-7 Courbes maitresses de la norme de module G* 180

Figure 5-8 Courbes maitresses de l'angle de phase 181

Figure 5-9 a_T mastics *vs* a_T bitumes Correspondants.....182

Figure 5-10 Variation de C1 et C2 en fonction de TBA.....183

Figure 5-11 Évolution de C1 en fonction du ratio de bitume recyclé.....184

Figure 5-12 Évolution C2 en fonction du ratio de bitume recyclé 185

Figure 5-13 Évolution du temps caractéristique en fonction de la température 186

Figure 5-14 Log τ_0 mastic vs τ_0 bitume 187

Figure 5-15 Variation de τ_0 en fonction de la variation du ratio de bitume recyclé 189

Figure 5-16 Coefficient de renforcement complexe mastic/bitume correspondant.....191

Figure 5-17 Coefficient de renforcement complexe mastics /mastic de référence.....192

Figure 5-18 Courbes maitresses expérimentale et prédite par SHStS 195

Figure 5-19 Écarts entre les résultats expérimentaux et la prédiction par SHStS 195

Figure 5-20 Courbes maitresses prédites par SHStS et par les lois de mélange.....197

Figure 5-21 Écarts entre la prédiction par SHStS et la prédiction par les lois de mélanges 198

Figure 6-1 a: the generalized Kelvin-Voigt model (GKV); b : 2S2P1D model 207

Figure 6-2 The work plan. 208

Figure 6-3 The gradation of asphalt mix (ESG-10). 209

Figure 6-4 Sample preparation for complex modulus test, direct tensile test and direct compression test.....210

Figure 6-5 **S**ample preparation for indirect tensile test.....210

Figure 6-6 Complex modulus results in (a) Cole-Cole representation and (b) black space.....212

Figure 6-7 (a) master curve of complex modulus and (b) the error between 2S2P1D model and the experimental points. 213

Figure 6-8 Creep compliance predicted with the GKV model and with the 2S2P1D coupled to Kopelman approximation.....215

Figure 6-9 The error between D(t) GKV model and D(t) from 2S2P1D coupled to Kopelman approximation.....216

Figure 6-10 Creep loading for direct tensile and direct compression tests.....217

Figure 6-11 Results of direct tensile and direct compression creep tests and (b) error analysis.....218

Figure 6-12 EXP shift factor vs the inverse of Williams–Landel–Ferry (WLF) equation 221

Figure 6-13 Master curve of creep compliance at 0 C.....222

Figure 6-14 Creep loading for indirect tensile test at (a) -20° C, (b) -10° C, (c) 0° C and (d) IDT configuration.....223

Figure 6-15 X/Y vs tests temperature 225

Figure 6-16 (a) Isotherms of IDT creep compliance.
(b) IDT creep compliance vs direct creep compliance. 225

Figure 6-17 Master curve of creep compliance at 0°C 226

Figure 7-1 Experimental plan of the study 237

Figure 7-2 SGC tests results 238

Figure 7-3 CEI variation vs the target levels of compaction 240

Figure 8-1 La variation de Vi en fonction du nombre de giration 247

Figure 8-2 Résultats résistance maximale établie par l'essai de tenue à l'eau 249

Figure 8-3 Variation de la stabilité conservée en fonction de la teneur en matériaux recyclés 251

Figure 8-4 Variation de la stabilité Marshall en fonction de la teneur en matériaux recyclés 251

Figure 8-5 Résultats d'essai de résistance à l'orniérage 254

Figure 8-6 Modules normalisés dans le plan Cole-Cole; Enrobés vs bitume de référence 255

Figure 8-7 Modules normalisés des enrobés testés;
points expérimentaux vs 2S2P1D 256

Figure 8-8 Modules normalisés des enrobés testés; points expérimentaux vs 2S2P1D après optimisation.....258

Figure 8-9 La variation des paramètre de forme en fonction de la teneur en matériaux recyclés.....258

Figure 8-10 Résultats de modules complexe (a) plan Cole-Cole et.....259

Figure 8-11 Évolution de τ en fonction de la température d'essai.....261

Figure 8-12 Évolution de τ_0 en fonction de la teneur en matériaux recyclés.....262

Figure 8-13 La variation de a_T en fonction de la température 263

Figure 8-14 Courbes maitresses des enrobés testés à 10 °C 265

Figure 8-15 Coefficient de renforcement complexe 267

Figure 8-16 Résultats du module de fluage 268

Figure 8-17 Courbes maitresses de la rigidité de fluage en traction/compression (S_E (t)) en fonction du temps (T_{ref} = 0 °C) 270

Figure 8-18 Relation entre la rigidité de fluage, calculée pour un temps de charge de 60 secondes (S_E(60)), et la variation de la teneur en matériaux recyclés dans l'enrobé ESG10 271

Figure 8-19 Courbes maitresses du taux de fluage (m_E(t)) en fonction du temps (T_{ref} : 0 °C) 271

Figure 8-20 La variation de m_E-value en fonction du temps 272

Figure 8-21 Contrainte de rupture en fonction de la teneur en matériaux recyclés.....274

Figure 8-22 Température de rupture en fonction de la teneur en matériaux recyclés 275

Figure 8-23 Température de rupture (Z) teneur en RAP (X) teneur en RAS (Y).....276

Figure 8-24 Détermination de la température pour laquelle m_E-value = 0.300 ; exemple de l'enrobé de référence. 277

Figure 8-25 Corrélation entre la température de rupture TSRST et le m_E-value.....279

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

2S2P1D	Combinaison de deux ressorts, deux patins et un amortisseur (2 springs, 2 parabolic elements, 1 dashpot)
AE	Agrégats d'enrobés
BBSG	Béton bitumineux semi grenu
BPC	Bardeaux d'asphalte post-consommation
BPF	Bardeaux d'asphalte post-fabrication
CEI	Compaction Energy Index
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry)
DSR	Rhéomètre à cisaillement dynamique (Dynamic Shear Rheometer)
EAPA	The European Asphalt Pavement Association
ENTPE	École Nationale des Travaux Publics de l'État
ESG-10	Enrobé semi-grenu 0/10
ESTP	École Spéciale des Travaux Publics de Paris
ÉTS	École de Technologie Supérieure de Montréal

FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
GB	Grave bitume
GBR	Granulats bitumineux recyclés
GKV	Modèle de Kelvin-Voigt généralisé
GM	Grosseur maximale des granulats
GNM	Grosseur nominale maximale des granulats
KBr	Bromure de potassium
LVE	Viscoélastique linéaire
MG	Modèle de Maxwell généralisé
MTQ	Ministère des Transports du Québec
MURE	MultiRecyclage des Matériaux Enrobés
PG	Grade de performance
P_r	Pouvoir rigidifiant
PSTT	Principe de superposition temps-température
R(t)	Fonction de relaxation

RAP	Reclaimed Asphalt Pavement
RAS	Reclaimed Asphalt Shingles
RBR	Ratio de bitume recyclé
SGC	Shear gyratory compactor
SHRP	Strategic Highway Research Program
TOAS	Tear Off Asphalt Shingles
TSRST	Essai de retrait thermique empêché (Thermal Stress Restrained Specimen Test)
UV	Rayons ultraviolet

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

C1et C2	Constantes dépendantes du matériau
E*	Module complexe (MPa)
|E*|	Module dynamique (norme de module complexe) (MPa)
E1	Partie réelle du module complexe (MPa)
E2	Partie imaginaire du module complexe (MPa)
E_{00}	Module statique, le module lorsque $\omega\tau \rightarrow 0$
E_0	Module vitreux, le module lorsque $\omega\tau \rightarrow \infty$
G*	Module complexe en cisaillement (MPa)
|G*|	Module dynamique en cisaillement (MPa)
G1	Partie réelle du module complexe en cisaillement (MPa)
G2	Partie imaginaire du module complexe en cisaillement (MPa)
i	Nombre complexe défini par $i^2 = -1$
k, h	Exposants tels que $0<k<h<1$
t	Temps de chargement (s)
T_{Ref}	Température de référence
T_G	Température de transition vitreuse
τ	Temps caractéristique du modèle 2S2P1D (s)
φ	Angle de phase (° ou rad)
σ	Contrainte (MPa)
ε	Déformation (m/m)
ω	Pulsation = 2π*fréquence
δ	Constante sans dimension
β	Constante sans dimension
ε_{lim}	Limite viscoélastique linéaire

INTRODUCTION

L'enjeu environnemental a acquis une ampleur majeure parmi les principes directeurs de l'industrie de la construction et notamment pour l'industrie de la construction des chaussées bitumineuse qui s'oriente progressivement vers des pratiques de développement durable. En particulier, le recyclage des matériaux bitumineux est un aspect clé de la construction durable dans le domaine routier, pour des raisons à la fois environnementales et économiques.

Les granulats bitumineux recyclés (GBR) sont maintenant couramment utilisés en combinaison avec de l'enrobé neuf en couche de base et en couche de surface. La quantité maximale de GBR permise dépend, au Canada, de chaque province. Par exemple, au Québec, le Ministère des Transports du Québec (MTQ) permet l'utilisation de 20% de GBR en couche de base et 10% en couche de roulement des autoroutes, mais en Ontario, jusqu'à 40% de GBR en couche de base est permis même si dans les faits, il y en a rarement plus de 20%.

Les bardeaux d'asphalte post-consommation (BPC) ou post fabrication (BPF) sont également de plus en plus recyclés dans les enrobés. La législation à ce sujet est également grandement variable. Par exemple, au MTQ, il est permis d'utiliser jusqu'à 3% de BPC ou de BPF en couche de roulement et 5% en couche de base.

Il est important de mentionner que les GBR et les BPC sont également connus sous le nom d'agrégats d'enrobés (AE) ou encore *Reclaimed Asphalt Pavement* (RAP) pour les premiers et *Reclaimed Asphalt Shingles* (RAS) ou *Tear Off Asphalt Shingles* (TOAS) pour les derniers, mais pour des soucis de constance, seules les abréviations RAP et RAS sont employées dans cette thèse de doctorat.

L'utilisation de RAP ou de RAS est considérée comme une bonne pratique au niveau environnemental et au niveau économique principalement grâce au bitume inclus dans ces matériaux qui participent à la cohésion des nouveaux enrobés. Il est usuel de considérer que

100% du bitume des RAP est mobilisable. Dans le cas des BPF, il est considéré qu'il y a 40% de bitume mobilisable, et ce pourcentage descend à 25% pour les RAS (Paradis, 2015).

Plusieurs études mettent en doute cette mobilisation du bitume. Par exemple, il a été démontré que si l'on considère la mobilisation complète du bitume des RAS et des bardeaux, les enrobés résultants sont trop secs (Shirodkar *et al*. 2011 ; Al-Qadi *et al*. 2007). Une étude par Zhao et al. (2015), a montré que la mobilisation du bitume des RAP diminue avec l'augmentation de la quantité de RAP ajouté et que la mobilisation du bitume du bardeau d'asphalte est maximale lorsqu'il y en a 5%. Dans ce cas, le taux de bitume mobilisable est autour de 61%.

De plus, plusieurs entreprises séparent maintenant les RAP en différentes fractions qui contiennent différents pourcentages de bitume. Pour cette raison et aussi à cause de l'incertitude au niveau de la quantité de bitume mobilisable, certaines administrations préfèrent donc parler de ratio de bitume recyclé (RBR) plutôt que de quantité de matériaux recyclés (RAP ou RAS) permis dans les enrobés neufs (OHMPA, 2015). Le RBR est la quantité de bitume recyclé divisée par le bitume total du mélange.

L'utilisation combinée de RAP et de RAS, pourrait donc permettre de réduire sensiblement le bitume neuf d'apport. Plusieurs études ont démontré que l'utilisation d'un combiné RAP et RAS peut donner d'excellentes performances (Ghabchi *et al*. 2015 ; Al-Qadi *et al*. 2012 ; Mogawer *et al*. 2011), mais des craintes demeurent au niveau de la fissuration thermique à basses températures (Huang *et al*. 2004 ; You *et al*. 2011).

Afin d'atteindre des caractéristiques égales ou supérieures aux enrobés sans recyclés, il est primordial de bien comprendre comment le bitume des matériaux recyclés, RAP ou RAS, se mélange avec le bitume neuf. Selon des études (Falcheto *et al*. 2016 et Alavi *et al*. 2015), le mélange des bitumes n'est que partiel, et il est dépendant de la chimie et de la rigidité des bitumes (neuf et recyclé).

Dans un esprit de développement durable, l'ajout simultané de RAP et de RAS dans les enrobés semble être une bonne idée si c'est économiquement viable et si les performances des enrobés résultants sont similaires ou supérieures aux enrobés sans ajout. L'objectif principal de ce travail de thèse est de bien définir et comprendre l'impact de ces ajouts sur le comportement des enrobés. Cet objectif principal comprend plusieurs objectifs spécifiques qui sont énumérés si dessous :

- Étudier le degré de mobilisation réel des RAP et RAS
- Étudier l'interaction des différents bitumes afin de mieux comprendre les lois qui régissent le mélange entre le bitume neuf et les bitumes vieillis
- Étudier l'impact de l'ajout sur le comportement et les performances de l'enrobé final à différentes échelles de température (les températures de mise en œuvre, les températures de service, les basses températures)

Ce projet de recherche intitulé « Caractérisation multi-échelle des enrobés bitumineux à chaud contenant des granulats bitumineux recyclés et des bardeaux d'asphalte de post-consommation » consiste en une revue de la documentation, une large partie expérimentale et une partie modélisation. Il est mené dans le cadre d'une étroite collaboration entre l'École de Technologie Supérieure de Montréal (ÉTS) au Canada et l'École Spéciale des Travaux Publics de Paris (ESTP) en France et est partiellement financé par le Ministère des Transports de Québec (MTQ).

Le travail entrepris dans le cadre de cette thèse est à caractère multi-échelle. Les effets de l'ajout des matériaux recyclés sont étudiés à l'échelle du liant (bitume et mastic) et à l'échelle de l'enrobé. C'est une thèse par articles, la structure de ce document est particulière. Notamment, les résultats expérimentaux ont été soumis et/ou publiés dans des revues scientifiques. Ces articles sont inclus dans le corps de ce document.

Organisation de la thèse

Après une revue de la littérature présentée dans le chapitre 1, le chapitre 2 décrit la méthodologie de travail. Le chapitre 3 intitulé (*Combined Recycling of RAS and RAP: Experimental and Modeling Approach*) traite les lois de mélange entre le bitume neuf et les bitumes vieillis. Le chapitre 4 (*Rheological Multi-Scale Evaluation of RAP and RAS binder Mobilisation in Hot Mix Asphalt*) est un travail multi-échelle qui vise à déterminer le degré de mobilisation en étudiant d'abord, le comportement rhéologique à l'échelle des mélanges de bitumes. Ensuite, la transformation de passage multi-échelle SHStS a permis de prédire le comportement mécanique des enrobés correspondant et enfin, une comparaison statistique entre les résultats de la prédiction et les résultats des essais mécaniques sur enrobé est présentée. L'étude présentée dans la chapitre 3 a été dupliquée à l'échelle du mastic et les résultats sont présentés dans le chapitre 5. Le chapitre 6 (*From Complex Modulus E* to Creep Compliance D(t): Experimental and Modeling Study*) présente une méthode simple permettant de prédire le module de fluage des enrobés dans le domaine temporel à partir des résultats de module complexe. De plus plusieurs configurations de l'essai de fluage sont comparées entre elles. La chapitre 7 (*Assessment of New Criteria for Compactibility Evaluation of Warm Mixes Asphalt*) présente un travail réalisé dans le cadre des enrobés dites tièdes (WMA). Il a permis de cerner et d'étudier la pertinence de différents outils d'analyse de la compactibilité des enrobés. Enfin le chapitre 8 présente les effets des matériaux recyclés en termes de performances mécaniques et caractéristiques de mise en œuvre.

CHAPITRE 1

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Généralités sur les enrobés bitumineux

Un enrobé bitumineux est un mélange de gravillons, de sable et de filler (constituant le squelette granulaire) le tout enrobé d'un film de bitume (appelé liant bitumineux). La nature des constituants ainsi que leurs proportions massiques et volumiques varient selon le type d'enrobé bitumineux et sa fonction au sein de la chaussée.

1.1.1 Structure de la chaussée

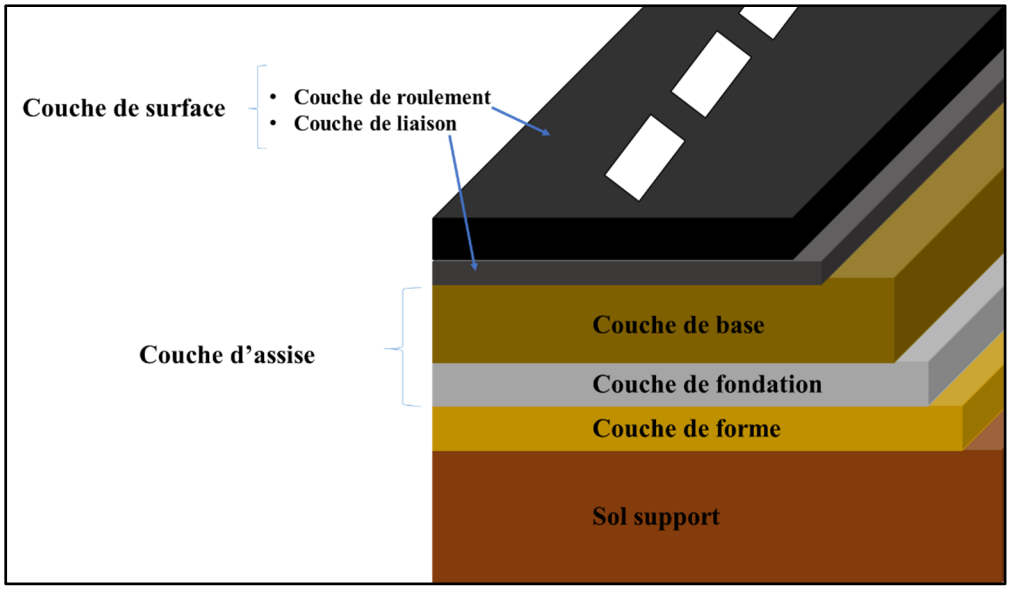


Figure 1-1 Schéma d'une structure type de chaussée bitumineuse

Les structures de chaussées (Figure 1-1) sont constituées de deux niveaux de couches bitumineuses principales :

- Couches de surface

- Couches d’assise

Elles reposent sur la plate-forme support de la chaussée, elle est constituée du sol terrassé « sol support », surmonté généralement d’une couche de forme en matériaux granulaires, sableux ou limoneux, traités ou non traités au liant hydraulique.

La couche d’assise est la couche la plus épaisse, elle comprend généralement deux couches : la couche de fondation et la couche de base. Celles-ci sont constituées de matériaux de granulométrie de 0/10 à 0/20. La couche d’assise a pour rôle d’apporter à la chaussée une résistance mécanique aux charges verticales résultantes par le trafic. Les matériaux utilisés doivent donc présenter des performances mécaniques élevées vis-à-vis de la rigidité et de la résistance à la fatigue. Généralement, deux types de matériaux bitumineux sont applicables en assise de chaussées : les graves bitumes (GB) et les enrobés à module élevé (EME). La couche de surface quant à elle, est constituée de deux couches : la couche de liaison et la couche de roulement. Cette dernière doit apporter des propriétés importantes pour l’usager à savoir d’adhérence, de rugosité et de confort. La couche de roulement est la partie la plus exposée de la chaussée à la charge verticale du trafic, à l’effort d’accélération des véhicules et aux effets climatiques. L’enrobé le plus utilisé en couche de surface est l’enrobé semi-grenu 0/10 ou 0/14 (1.1.7).

1.1.2 Les granulats

Les granulats (composants minéraux) représentent environ 95% de la masse totale de l’enrobé et environ 80 à 85% de son volume selon la masse volumique des granulats. C’est un ensemble de particules de tailles et de formes variées. Selon le mode de gisement ou d’extraction, les granulats peuvent présenter un aspect de surface roulé et lisse ou anguleux et concassé.

Les granulats sont composés de différentes fractions granulaires homogènes. Chaque fraction est caractérisée par une taille minimale « d » et une taille maximale « D », correspondant aux différentes ouvertures de tamis utilisées pour l'analyse de la distribution de la taille des

particules (analyse granulométrique). Les fractions granulaires sont choisies de telle sorte que le rapport D/d soit limité à 1,4, afin d'éviter une dispersion de taille excessive au sein de chaque fraction. La définition des fillers peut varier selon les pays, par exemple en Europe les fillers représentent les fractions granulaires passant au tamis 80 µm ou 63µm et au Québec, ils représentent les passant au tamis 315 µm.

Les granulats se répartissent suivant leur granulométrie en plusieurs catégories dont les diamètres minimaux et maximaux sont normalisés (Tableau 1-1) :

Tableau 1-1 Classes granulaires

	Type de composants	**Classe granulaire**
Filler	Fines	diamètre < 315, 80 ou 63 µm
Granulats	Sable	0 < diamètre < 2 mm
	Gravillons ou pierres	diamètre > 2 mm

Le squelette granulaire constitué par le contact des particules transmet et redistribue les charges dans les couches inférieures de la chaussée et sur le sol. Afin d'assurer de bonnes performances mécaniques et la durabilité, les granulats doivent répondre à des exigences spécifiques en termes de :

- Résistance mécanique
- Résistance à la fragmentation et au polissage
- Résistance au gel / dégel
- Compatibilité liant

Les fines représentent la fraction granulaire avec un diamètre inférieur à 63 µm. On distingue deux grandes familles de fines :

- Les fines naturelles, fabriquées lors du concassage ou du broyage des matériaux et contenues principalement dans le sable. Elles représentent, par exemple, de 4 à 6% du mélange en poids dans les formules de bétons bitumineux (Delaporte 2006).

- Les fines d'apport, introduites dans le mélange au niveau de la centrale d'enrobage à raison de 1 à 6% suivant les formules. Elles viennent en complément de fines naturelles apportées par les autres fractions granulaires afin d'atteindre le dosage requis.

Les principales fines d'apport sont :

- Les fines calcaires obtenues par le broyage d'une roche calcaire. Ce produit inerte possède une bonne adhésivité avec le bitume et joue un rôle de remplissage dans le mélange.
- La chaux obtenue par cuisson d'une pierre calcaire
- Les fines de matériaux recyclés comme par exemple fillers de verre post-consommation (Boussabnia 2018, Lachance Tremblay 2018).

1.1.3 Le bitume

Le bitume est un matériau hydrocarboné issu de la distillation du pétrole, il représente la fraction lourde de celui-ci. Il est employé pour sa majeure partie dans l'industrie routière (90%) pour la réalisation principalement d'enrobés bitumineux, mais également dans d'autres domaines industriels en raison de ses qualités d'étanchéité et d'isolation (bâtiment). Au niveau de sa composition élémentaire, le bitume est constitué principalement de carbone (80 à 87 % massique) et d'hydrogène (8-12 %), mais aussi de soufre (1-9 %), d'azote (0-1.5 %) d'oxygène (0.5-1.5 %) et des traces de métaux tels que le fer, le vanadium ou le nickel ; cette composition dépend essentiellement de l'origine de son brut. Les composés chimiques du bitume sont classés en deux grandes familles génériques :

- Les asphaltènes : ils représentent la fraction lourde du bitume, c'est un solide friable brun et insoluble, composé principalement de carbone et d'hydrogène.
- Les maltènes : ils représentent la fraction soluble dans un alcane. Ils sont constitués principalement d'huiles (saturées et aromatiques) et de résines.

Le bitume est un matériau qui possède un grand pouvoir agglomérant en particulier avec les minéraux. Il est thermo-susceptible : sa consistance est sensible aux variations de la

température. Cette propriété est exploitée dans son application en technique routière. Solide à température ambiante, le bitume se fluidifie avec une augmentation de la température. Ce comportement permet de réaliser, à des températures choisies de mise en œuvre, un mélange intime avec le squelette granulaire au moment de la fabrication de l'enrobé puis d'assurer à l'ouvrage, aux températures de service, une stabilité sous sollicitations mécaniques et thermiques, et cela, malgré sa faible concentration dans l'enrobé (< 6% massique). De plus, le bitume possède de bonnes propriétés d'étanchéité vis-à-vis de l'action de l'eau. Cette dernière caractéristique est notamment exploitée dans le domaine de l'étanchéité pour l'imperméabilisation des toitures (RGRA 2001, RGRA 2003).

Le bitume est un matériau évolutif pouvant être soumis à des altérations physiques et chimiques tout au long de sa vie ; dans les enrobés bitumineux à chaud, cette évolution s'effectue généralement en deux phases : tout d'abord lors de son conditionnement à court terme regroupant la fabrication à haute température, transport, répandage et compactage puis une fois en place, il subit un vieillissement causé par le climat et le trafic. Dans le domaine de l'étanchéité, le bitume subit également une évolution lors de la fabrication puis sur toiture lors de son exposition aux rayons ultraviolets du soleil (UV). Cette évolution du bitume, dans le domaine routier ou de l'étanchéité, dépend de différents facteurs (nature du liant, domaine d'utilisation, temps d'exposition, région ….) et dans tous les cas, elle se traduit par un durcissement et une fragilisation du bitume (Karlsson *and* Isacsson 2006).

1.1.4 Le mastic bitumineux

Le mastic bitumineux est un mélange de bitume et de filler. Du fait de la différence de taille entre les particules de ses constituants (fillers quelque µm et asphaltènes inférieures à 30 nm nm) le mastic bitumineux peut être considéré comme une simple suspension, mais cela n'est plus valable dans le cas d'utilisation des fillers ayant des interactions chimiques avec le bitume. Selon plusieurs auteurs (Olard 2003, Delaporte 2006, Boussabnia 2018), le mastic représente le liant réel dans les enrobés. Il agglomère l'ossature granulaire de l'enrobé et par conséquent, les propriétés thermomécaniques du mastic bitumineux ont une influence significative sur les

propriétés thermomécaniques de son enrobé correspondant (résistance aux déformations permanentes, vieillissement, contrainte de rupture aux basses températures, module complexe, tenue à l'eau) (Paradis 1995, Lesueur *and* Little 1999, Lamothe 2004, Lachance Tremblay 2018).

Selon (Delaporte 2006), les fillers jouent un rôle de renforcement du bitume. Ce renforcement dépend de la taille des fillers, de la température et des interactions entre le bitume et les fines. Plus de détails par rapport à ce sujet sont présentés dans la section (1.3.2.1).

1.1.5 Les matériaux bitumineux de recyclage : RAP et RAS

Outre les matériaux neufs utilisés dans la formulation des enrobés bitumineux, des matériaux bitumineux de recyclage sont couramment utilisés en technique routière pour l'élaboration d'enrobé dit « recyclé ». Nous pouvons les classer en deux catégories selon leur provenance.
Les RAP appelés également granulats bitumineux recyclés au Québec (GBR) ou agrégats d'enrobés (AE) en France (Figure 1-2 a) sont des matériaux qui proviennent principalement des anciennes chaussées à la fin de leur durée de vie (Al-Qadi, Elseifi *et al*. 2007). Ils sont obtenus après fraisage puis souvent concassage et criblage. Ce sont des enrobés décohésionnés, composés de granulats et d'une précieuse ressource en bitume. Cette dernière a poussé l'industrie des chaussées bitumineuses, particulièrement après la crise du pétrole de 1973, à augmenter progressivement l'exploitation des RAP qui est actuellement devenu une solution largement adoptée pour la construction et l'entretien des structures routières pour raisons principalement économiques et environnementales. À titre d'exemple, selon *the European Asphalt Pavement Association* (EAPA) environ 51% des 49 millions de tonnes de RAP qui ont été disponibles en 2018 en Europe ont été recyclés dans des enrobés à chaud. Dans certains pays (Belgique, Pays-Bas) ce pourcentage a atteint 100% et plus de 70% dans des pays comme l'Allemagne, l'Espagne et la France.

Par rapport à la teneur en RAP, il s'agit généralement du pourcentage massique du matériau RAP par rapport à la masse totale de l'enrobé. Cependant, certaines agences Américaines

parlent du pourcentage du bitume RAP par rapport la teneur totale en bitume dans l'enrobé (Ratio de Bitume Recyclé RBR). Il est important de le préciser compte tenue de la variabilité de la teneur en bitume qu'on peut avoir dans les RAP. D'un point de vue économique et environnemental, il est plus intéressant de fixer la teneur en RAP en se basant le RBR et non pas sur la masse totale du matériau RAP. Par exemple, si la teneur en RAP est fixée à 20% par rapport à la masse d'enrobé, pour la fabrication d'un enrobé contenant 5% (en masse) de bitume et en incorporant un RAP contenant 3% (en masse) de bitume, le RBR est à seulement 12%. Par contre si le RBR est fixé 20%, on peut recycler jusqu'à 34% par rapport à la masse totale de l'enrobé de ce même RAP.

La norme canadienne LC 4202 (Québec 2005) permet l'utilisation de RAP en combinaison avec des matériaux neufs à un pourcentage maximum de 20% par rapport à la masse totale de l'enrobé; ce pourcentage est abaissé à 10% pour les enrobés de couche de surface d'autoroutes y compris les bretelles, les collecteurs et les accotements. Toujours selon cette norme, le granulat provenant de RAP est exempté du contrôle des caractéristiques intrinsèques, de même que la classe PG du bitume RAP qui n'est pas prise en considération. Cependant, le fabricant est tenu de fournir la densité brute et la teneur en bitume de son RAP.

En France, l'utilisation du RAP est généralement limitée à des pourcentages ne dépassant pas 30% par rapport à la masse totale de l'enrobé, principalement en raison des limites pratiques et techniques des centrales de production. Cependant, de nouvelles installations ont été conçues pour traiter des contenus RAP jusqu'à 70% (Planche 2008, Olard, Beduneau *et al*. 2009, McDaniel, Shah *et al*. 2012).

Les bardeaux d'asphalte sont à la base l'un des matériaux les plus utilisés pour l'étanchéité des toitures des bâtiments au Québec. Ils sont composés de bitume relativement très dur et différent par sa nature par rapport aux bitumes routiers classiques, de fines de (50 à 60% en masse) et de fibres (1 à 12% en masse) *(*Noël, Perraton *et al*. 2006). Deux types de bardeaux d'asphaltes sont utilisés comme matériaux recyclés dans la fabrication des enrobés à chaud (Grzybowski 1993, Sengoz *and* Topal 2005, Zhou, Li *et al*. 2014) : Les RAS (*reclaimed asphalt shingles*)

(Figure 1-2 b) appelés également bardeaux d'asphalte de post consommation et les bardeaux d'asphalt de post-fabrication.

Selon le type de bardeaux d'asphalte, la teneur en bitume peut varier entre 30 à 36% pour les bardeaux en fibre organique et 19 à 22% pour les bardeaux en fibre de verre. Ce bitume est probablement un bitume soufflé (très peu d'informations existent par rapport à ce sujet) en intégrant de l'oxygène et augmentant ainsi la viscosité pour le rendre plus adapté à une utilisation sur les toitures(Mannan 2012, Zhou, Chen *et al*. 2014).

Ces matériaux sont très courants en Amérique du Nord, à titre d'exemple près de 12 millions de tonnes de RAS sont générés chaque année aux États-Unis. À la fin de leur cycle de vie sur les toitures, ils sont récupérés, déchiquetés et broyés (Figure 2b) et ils peuvent être recyclés en étant introduits avec des matériaux neufs dans la fabrication des enrobés bitumineux à chaud. La norme canadienne LC 4202 (Québec 2005) permet d'utiliser jusqu'à 5% en masse dans une couche de base et jusqu'à 3% dans une couche de surface.

La norme 4202 permet l'utilisation jusqu'à 20 % de la masse du combiné granulométrique d'un mélange constitué de granulats bitumineux recyclés RAS et de bardeaux d'asphalte en combinaison avec des matériaux neufs (10% pour couche de surface des autoroutes).

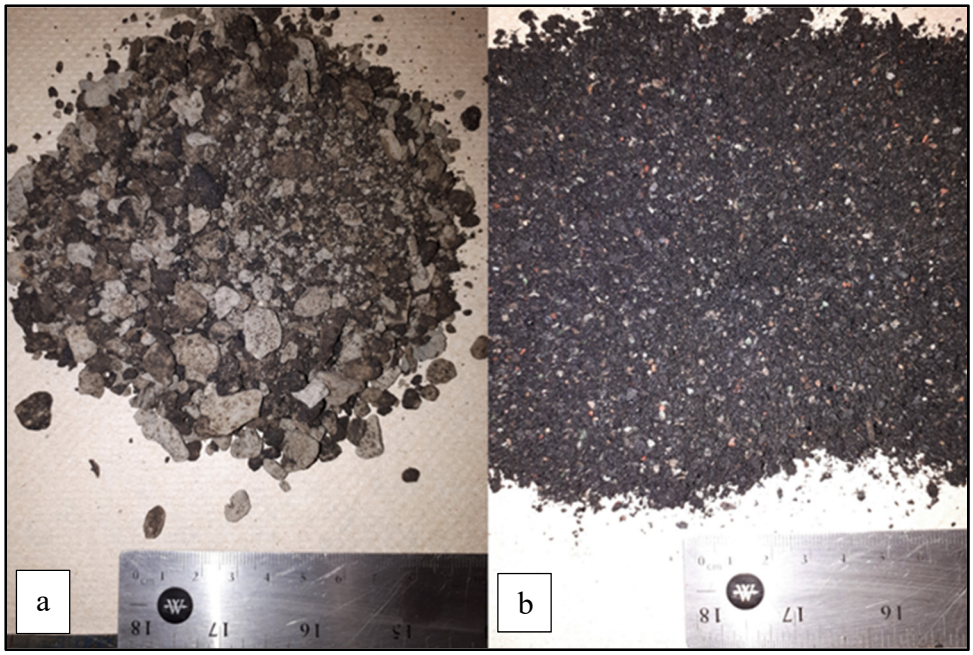


Figure 1-2 a) Granulats bitumineux recyclés (RAP) et b) bardeaux d'asphalte de post-consommation (RAS)

1.1.6 La méthode de formulation Québécoise

La formulation de l'enrobé est une étape importante qui doit permettre au technicien de valider sa composition selon l'usage choisi par rapport à un référentiel donné. Celle développée au Québec appelée méthode de formulation LC (laboratoire de chaussée) (LANGLOIS 1999) (Figure 1-3) s'appuie principalement sur deux méthodes antérieures à savoir, la méthode du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) développée en France et reposant sur 4 niveaux (Delorme, De La Roche *et al*. 2007) et la méthode Superpave des États-Unis d'Amérique (Kennedy, Huber *et al*. 1994). Elle consiste à l'optimisation de la granulométrie du squelette minéral de l'enrobé pour répondre aux spécifications des vides interstitiels (Vi) à une énergie de compactage déterminée. Ensuite, un volume de bitume effectif (Vbe exprimé en pourcentage) est fixé selon le type d'enrobé à formuler. Ce volume correspond au pourcentage de bitume non absorbé par les granulats par rapport au volume total de l'enrobé. La méthode exige la connaissance des caractéristiques des granulats (granulométrie, densité brute, densité apparente et pourcentage d'absorption) et du bitume (le grade de performance (PG), la viscosité, la densité).

Après avoir choisi le type de granulats à utiliser et le type d'enrobé à formuler (choix dépendant de l'épaisseur de mise en place et la densité de circulation), le mélange des classes granulaires homogènes (le combiné granulométrique) doit répondre obligatoirement à des fuseaux granulométriques établis par le MTQ.

L'étape suivante consiste à calculer la densité brute, le pourcentage d'absorption en eau et le pourcentage d'absorption en bitume du combiné granulaire. Ensuite, un volume de bitume effectif est fixé selon le type d'enrobé (Tableau 1-2). Par exemple, pour un enrobé de type semi-grenu 0/10, le Vbe correspondant est fixé à 12.2%.

Deux niveaux de validation de formulation sont demandés :

- Niveau 1 vérification de l'aptitude au compactage et de la tenue à l'eau
- Niveau 2 vérification vis-à-vis de la résistance à l'orniérage

La vérification à l'aptitude au compactage (LC 26-003) se fait par l'essai à la presse à cisaillement giratoire (1.2.2.1). Elle consiste à répondre à des spécifications en terme de pourcentage de vides en fonction d'un nombre de giration donné (Tableau 1-3). La tenue à l'eau ou la stabilité conservée (LC 26-001) est associée à la perte de résistance et de durabilité suite à un conditionnement dans l'eau dans des conditions de température bien définies (60 °C). Les propriétés mécaniques et de durabilités sont assurées principalement par les propriétés cohésives du liant, la qualité de l'adhésion entre le bitume et les granulats et la stabilité du squelette granulaire. La tenue à l'eau est le résultat comparatif de la valeur de stabilité Marshall (2.4.2.2) (résistance mécanique en traction indirecte) des éprouvettes d'enrobé qui ont subi un trempage dans l'eau par rapport à celles qui n'en ont pas subi. Cette valeur doit être supérieure à 70 %.

Le niveau 2 vise à vérifier la résistance mécanique de l'enrobé face aux déformations permanentes à hautes températures de service (entre 52 °C à 60 °C). L'enrobé formulé doit

répondre à des exigences en matière de profondeur d'ornière à l'issue de l'essai de résistance à l'orniérage (LC 26-410).

Tableau 1-2 Caractéristiques granulométriques des enrobés mis au point selon la méthode de formulation Québécoise (Québec 2005)

Types d'enrobés	GB-20	ESG-14	ESG-10	EG-10	EGA-10	ESG-5	EG-5
Tamis	Passant (%)						
28 mm	100						
20 mm	95-100	100					
14 mm	67-90	95-100	100	100	100		
10 mm	52-75	70-90	92-100	90-100	90-100	100	100
5 mm	35-50	50-95	52-65	40-48	40-50	85-100	95-100
2,5 mm*	—	39,2	46,1	46,1	46,1	50-70	40-50
1,25 mm*	—	25,7-31,7	30,7-36,7	30,7-36,7	30,7-36,7	—	—
630 µm*	—	19,1-23,1	22,8-26,8	22,8-26,8	22,8-26,8	—	–
315 µm*	—	15,4	18,1	18,1	18,1	—	—
160 µm	—	—	—	—	—	—	—
80 µm	4,0-8,0	3,0-8,0	4,0-10,0	4,0-10,0	4,0-10,0	4,0-12,0	6,0-12,0
Fibres (%)	—	—	—	—	1,3	—	—
V_{be} (%)	10,2	11,4	12,2	12,4	14,6	14,0	13,5
Nb min cl. gran.**	3	3	2	2	2	2	2

* Zone de restriction recommandée.

** Nombre minimal de classes granulaires dont les dénominations ne se recoupent pas et devant composer au moins 85 % des granulats formant l'enrobé.

Tableau 1-3 Exigences pour l'essai à la PCG des enrobés mis au point selon la méthode de formulation Québécoise (Québec 2005)

Enrobé	Nombre de girations		
	N_{ini}	N_{des}	N_{max}
	$V_i \geq 11$ %	$V_i = 4 - 7$ %	$V_i \geq 2$ %
GB-20	10	120	200
ESG-14	10	100	200
ESG-10	10	80	200
EG-10	10	80	200
EGA-10	10	80	200
ESG-5	6	50	75
EG-5	6	50	75

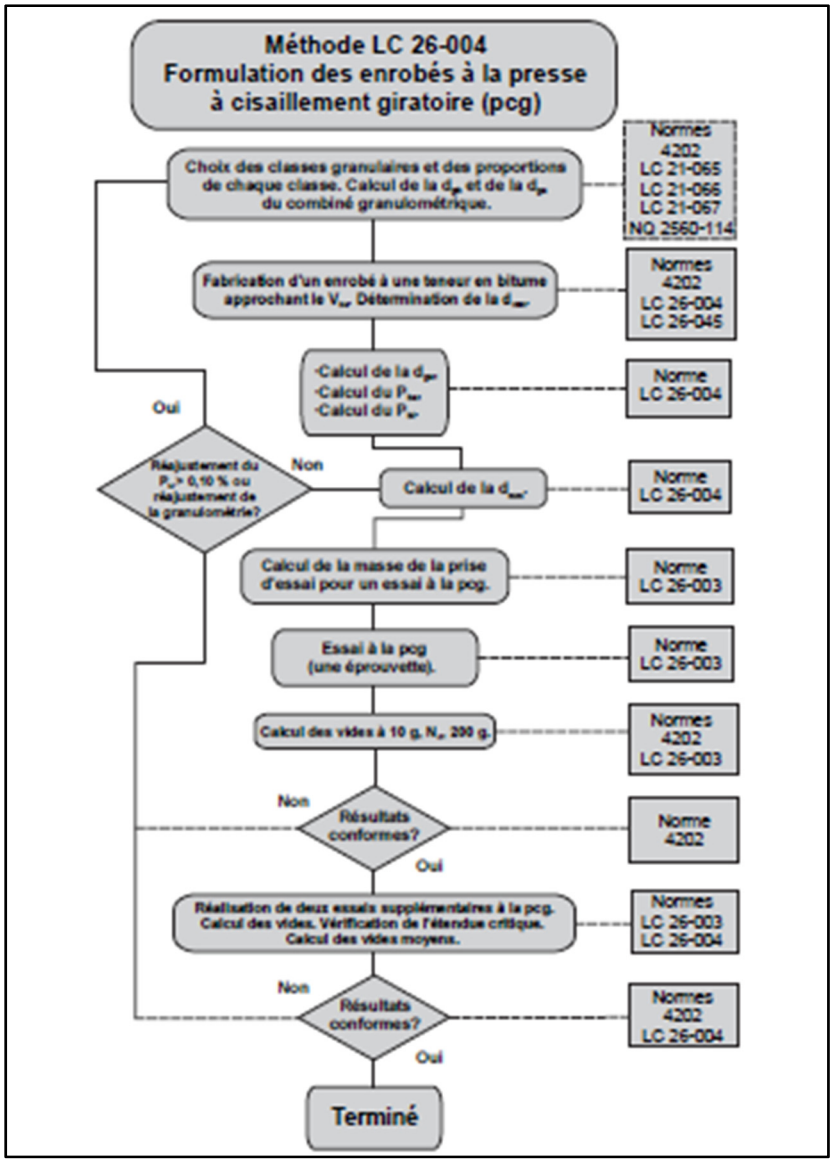


Figure 1-3 Schéma de la méthode de formulation du Québec (Québec 2005)

1.1.7 L'enrobé semi-grenu ESG-10

L'enrobé ESG-10 est l'enrobé le plus utilisé au Québec avec 55.7% des enrobés produits (MTQ, 2016). Il présente une bonne macrotexture et est couramment appliqué en couche de surface. Pour sa formulation, un volume de bitume effectif (Vbe) égal à 12,2% est utilisé. L'ESG-10 peut être formulé avec tous les grades de bitume (PG). En plus des spécifications

en termes de granulométrie et pourcentage de vide à la presse à cisaillement giratoire (mentionnées dans les Tableaux 1-2 et 1-3 respectivement), l'ESG-10 doit répondre à des exigences en matière de tenue à l'eau (au moins 70% en terme de stabilité conservée) et de résistance à l'orniérage (< à 20% après 3000 cycles).

1.2 La caractérisation des matériaux bitumineux

1.2.1 Échelle liant

1.2.1.1 La caractérisation conventionnelle Européenne

La caractérisation des bitumes se fait par le biais de plusieurs essais normalisés dont les deux principaux en Europe sont la pénétrabilité et le point de ramollissement bille et anneau.

La pénétrabilité permet de classer les bitumes en fonction de leur dureté. Elle représente la profondeur d'enfoncement d'une aiguille aux dimensions imposées dans les conditions de température, de charge et de temps. Elle s'exprime en dixième de millimètre (1/10 mm) (Figure 1.6). La classe d'un bitume indique la limites haute et basse de pénétrabilité en 1/10 mm.

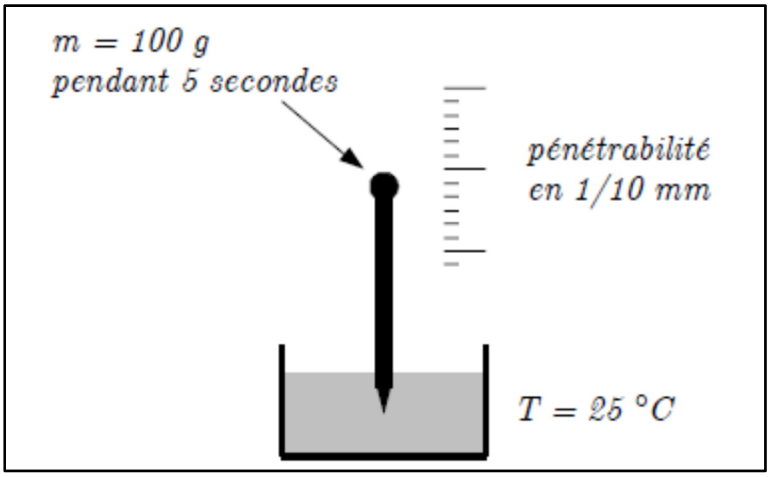


Figure 1-4 Schéma principe d'essai de pénétrabilité

La température de ramollissement bille et anneau (ou T.B.A) représente la température pour laquelle un anneau de bitume supportant une bille d'acier se déforme en s'allongeant jusqu'à atteindre un repère situé à une distance prédéterminée (Figure 1-5). Ce test est effectué dans des conditions normalisées d'élévation de température.

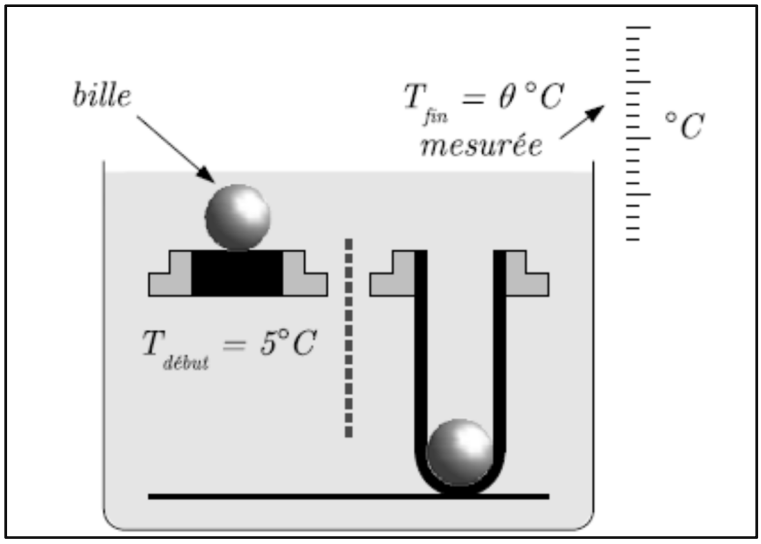


Figure 1-5 Schéma principe d'essai bille et anneau

Ces deux caractérisations sont imposées sur les bitumes purs routiers en Europe et se pratiquent également après une simulation du vieillissement lors de l'enrobage (appelé essai RTFOT, Rolling thin film oven test). Les bitumes purs doivent répondre à des caractéristiques définies dans une norme européenne, NF EN 12591, publiée en France en décembre 2009 (« Bitumes et liants bitumineux – Spécifications des bitumes routiers »), qui définit en particulier les classes de pénétrabilité allant de 20/30 à 160/220 (classes usuellement utilisées en France).

1.2.1.2 La caractérisation mécanistique- empirique

Au Canada, les bitumes sont classifiés par la méthode des grades de performance (PG) développée aux États-Unis par l'*American Association of State Highway and Transportation Office* (AASHTO). Cette classification se base sur le principe de la température critique, elle

représente la température extrême pour laquelle les caractéristiques viscoélastiques du bitume peuvent soulager les contraintes spécifiques aux chaussées bitumineuses.
Les bitumes sont classés avec deux valeurs de température « H » et « L », correspondant aux températures critiques haute et basse. La température haute de caractérisation « H » représente la température maximale pour laquelle le bitume résiste bien à l'orniérage. La température basse de caractérisations représente la température minimale pour laquelle le bitume présente suffisamment de fluage pour soulager la contrainte thermique.

La détermination de la température haute de caractérisation se fait par le rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) (Figure 1-6) afin de mesurer le module complexe en cisaillement G* et l'angle de phase φ. L'essai consiste à appliquer une charge sinusoïdale sur une pastille de bitume placé entre une plaque fixe et une autre plaque oscillante selon des conditions de fréquences et de températures bien déterminées. Les mesures s'effectuent sur le bitume d'origine et sur le bitume artificiellement vieilli à court terme par l'essai « Rolling Thin Film Oven » (essai RTFO).

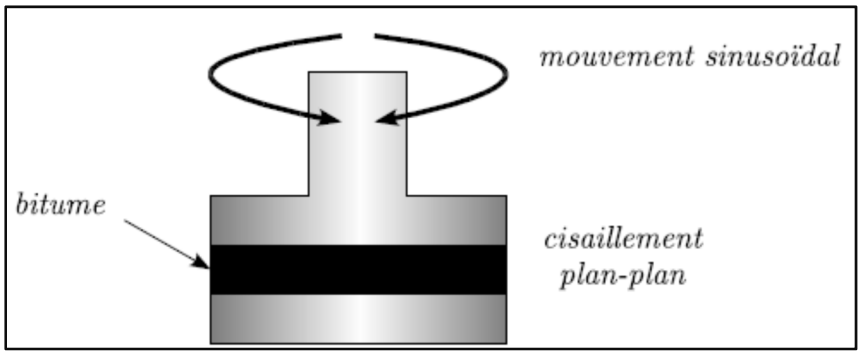


Figure 1-6 Schéma essai au DSR (Delaporte 2006)

Pour la détermination de la température basse, l'essai au rhéomètre à flexion de poutre (BBR) (Figure 1-7) est généralement utilisé. Il permet de mesurer la rigidité du bitume à basse température. Cet essai consiste à appliquer une charge de flexion sur une poutre en bitume. La rigidité au fluage S(t) et le taux de fluage (m (t)) sont mesurés à t = 60 secondes.

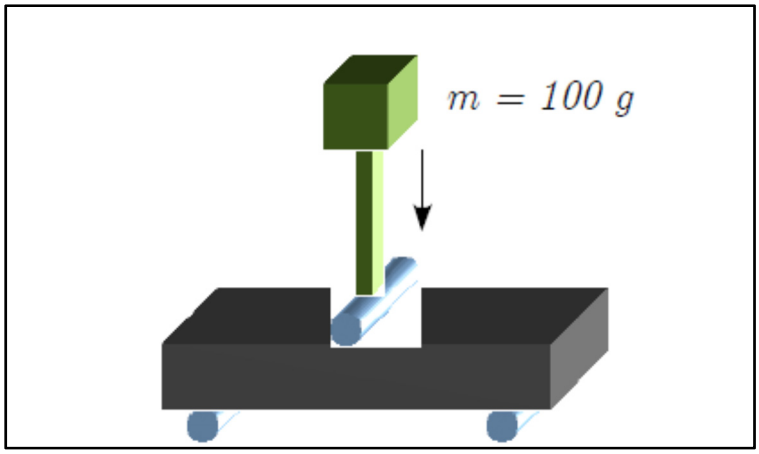


Figure 1-7 Schéma essai au BBR (Mangiafico 2014).

Deux niveaux de vieillissement sont proposés, un vieillissement à court terme par l'essai RTFO permettant de simuler le vieillissement après la fabrication de l'enrobé à chaud et un vieillissement à long terme par l'essai PAV afin de simuler le vieillissement durant le service de la chaussée.

La rigidité du liant bitumineux augmente avec le vieillissement, cela conduit à une amélioration de la résistance aux déformations permanentes à hautes températures et une fragilisation aux basses températures. De ce fait, l'orniérage se produit plus facilement juste après la mise en service de la route, où le liant n'a pas encore subi un vieillissement important à long terme. Aussi, le risque de fissurations thermiques à basses températures augmente avec la durée de service de la chaussée. Pour ces raisons, les critères pour déterminer les températures de caractérisation sont établis respectivement sur le liant d'origine et après un vieillissement à court terme pour la température haute et après un vieillissement à long terme pour la température basse. La température haute du PG est égale à la température minimale pour laquelle |G *| / sinφ à 10 rad / s est supérieure ou égale à 1,0 kPa et 2,2 kPa respectivement pour le liant non vieilli et après un vieillissement à court terme. La température basse de caractérisation est la température minorée de 10°C pour laquelle m(t=60s) est supérieure ou égale à 0.300 et S(t = 60s) est inférieure ou égale à 300 MPa.

Dernièrement, Le MTQ a introduit la méthode de caractérisation dite *Multiple Stress Creep Recovery* ou MSCR proposée par les normes AASHTO (M 332 et T 350). Cette méthode permet de corriger certaines lacunes présentées par le système PG notamment l'utilisation du grade *bumping* qui applique une correction de la température haute selon la vitesse de roulement des véhicules. Ainsi, la température haute de caractérisation du système PG « H » est déterminée à une fréquence de sollicitation de 1.59 Hz (10 rad/s), c'est-à-dire, ce critère est valable pour un trafic roulant à 90 Km/h. Pour les vitesses de roulement plus lentes ou stationnaires, il est proposé d'utiliser un bitume plus rigide à haute température (majoration de la température haute de caractérisation de 6°C ou de 12°C) appelé grade *bumping*.

L'essai MSCR consiste à appliquer 20 cycles de contrainte et de recouvrance successives. La contrainte est appliquée à une vitesse de chargement d'une seconde, puis elle est suivie d'une période de recouvrance de neuf secondes. L'essai est réalisé à une température constante et à deux niveaux de contraintes (10 cycles à 0.1 kPa et après la contrainte est augmentée à 3.2 kPa pour 10 cycles de plus). Au cours de l'essai, la variation de la déformation est enregistrée en fonction de la variation de la contrainte appliquée, et deux paramètres sont déterminés :

- La complaisance en fluage non récupérable (J_{nr} (kPa^{-1}) : *non-recoverable creep compliance*) représentant l'indice de potentiel d'orniérage dans l'essai MSCR, qui est égal à la déformation moyenne non récupérée pour les 10 cycles de contrainte/recouvrance divisée par la contrainte correspondante (0.1 ou 3.2 kPa).
- Le pourcentage de retour élastique (R (%)) représentant l'élasticité du liant bitumineux, qui est égale au ratio entre la déformation moyenne récupérée et la déformation maximale.

Une valeur faible de J_{nr} combinée à une valeur élevée de R correspond à une meilleure performance vis-à-vis l'orniérage.

Un niveau de résistance à la sollicitation induite par le trafic est attribué à la température haute de caractérisation « H » en se basant sur le J_{nr} et le R. Les niveaux de résistance sont : « S » pour une sollicitation standard, « H » pour une sollicitation forte, « V » pour une sollicitation très forte et « E » pour une sollicitation extrême (Figure 1-8). Une nouvelle nomenclature est

alors adoptée en passant d'une caractérisation de type PG H-L à une caractérisation de type PG HN -L, avec :

H : température haute de caractérisation, 3 températures sont proposées au Québec en fonction des zones climatiques (52, 58 et 64) (Tableau 1-4).

N : niveau de sollicitation (S, H, V ou E).

L : la température basse de caractérisation, 3 températures sont proposées au Québec en fonction des zones climatiques (-28, -34 et -40) (Tableau 1-4).

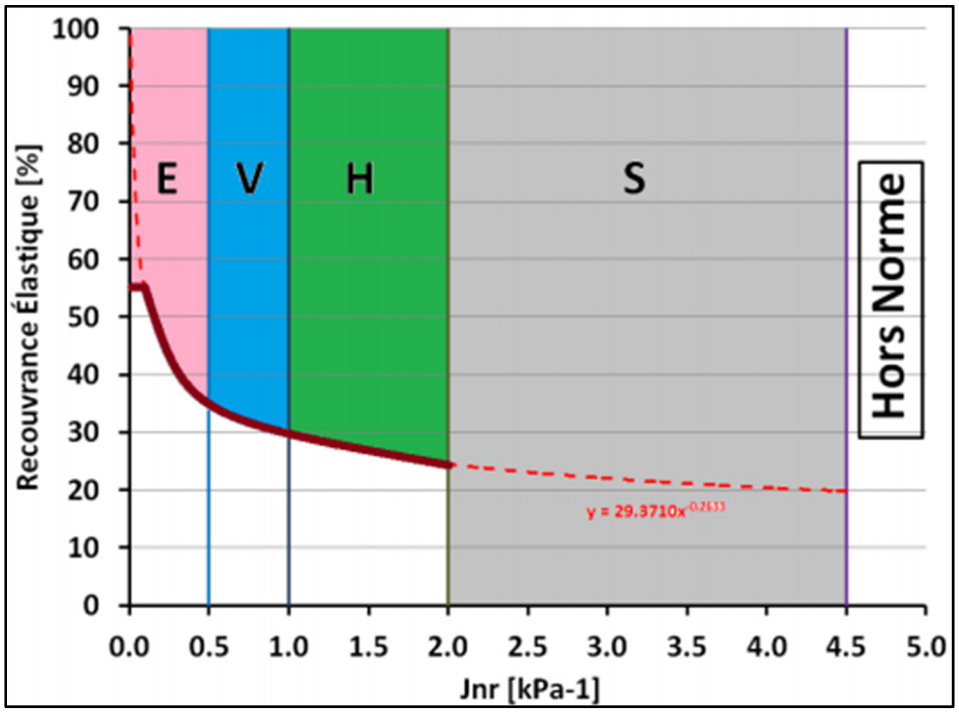


Figure 1-8 Différents niveaux de sollicitation en fonction de la complaisance en fluage non récupérable et du pourcentage de retour élastique (Dufresne 2015) .

Tableau 1-4 Bitumes utilisés au Québec selon la classification MSCR en fonction des zones climatiques (LC 4101).

Zone	**Température d'essai MSCR (°)**	**Bitumes utilisés**
1	64	64H-28 64E-28
2	58	58H-34 58E-34
3	52	52V-40
1 et 2	58	58S-28

1.2.1.3 La caractérisation physico-chimique

De manière générale, la caractérisation physico-chimique des bitumes se fait par l'étude chimique du vieillissement et par la détermination de la température de transition vitreuse (T_G). L'étude chimique du vieillissement se fait classiquement par la technique de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Cette technique est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau. Elle permet de mesurer les absorbances d'énergie des liaisons chimiques des composants présents dans les produits analysés. Les différentes liaisons moléculaires sont caractérisées par des modes de vibration et de rotation à des longueurs d'onde spécifiques. Lorsque le faisceau de rayonnement traverse l'échantillon, il conduit à une diminution de l'intensité lumineuse transmise à des longueurs d'onde proches des longueurs d'onde caractéristiques de la liaison moléculaire. Le spectre FTIR du bitume présente des bandes d'absorption attribuées à des liaisons bien déterminées. Le vieillissement du bitume est lié à l'oxydation due à la présence d'oxygène dans l'air qui conduit à la formation de molécules polaires comme les groupements carbonyles (C = O) et sulfoxydes (S = O). Cela conduit à l'apparition de pics caractéristiques dans le spectre FTIR identifié dans la littérature à la

longueur d'onde 1700 cm^{-1} et 1032 cm^{-1} respectivement pour le pic C=O et le pic S=O (Lamontagne, Dumas *et al*. 2001, Lu *and* Isacsson 2002, Feng, Bian *et al*. 2016).

Mécaniquement parlant, la température de transition vitreuse est la température pour laquelle le comportement du bitume devient fragile. C'est-à-dire, le matériau présente très peu, voire aucune déformation plastique avant sa rupture durant un essai de traction directe. Plusieurs méthodes existent dans la littérature pour la détermination de ce paramètre notamment la technique d'analyse calorimétrique (DSC). Elle permet de mesurer les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence. D'un point de vue thermodynamique, la transition vitreuse se caractérise par une baisse de capacité thermique lors d'un refroidissement.

1.2.2 Échelle enrobé

1.2.2.1 Les caractéristiques aux températures de mise en œuvre

Les températures de mise en œuvre se situent généralement entre 150 °C et 100 °C ; dans cette plage de température, l'enrobé bitumineux doit présenter de bonnes caractéristiques en terme de maniabilité et de compactibilité facilitant ainsi sa mise en place.

La maniabilité est la capacité d'un enrobé bitumineux à être mis en place facilement à la main. Cette caractéristique est très significative lors des opérations de répandage de l'enrobé avec plus ou moins d'importance en fonction du chantier et du degré d'effort manuel requis. Dans les chantiers urbains, cette maniabilité est essentielle, car les travailleurs doivent souvent utiliser une pelle ou un râteau. D'autre part, la compactibilité d'un enrobé bitumineux est la facilité avec laquelle l'enrobé peut être compacté, mécaniquement, pour atteindre une densité de référence avec un effort de compactage donné (énergie de compactage).

L'évaluation de la maniabilité et de la compactibilité commence sur l'enrobé foisonné, mais leur détermination est différente. La maniabilité peut être évaluée par plusieurs méthodes, comme la mesure d'un couple ou la mesure d'une force de cisaillement. Une norme d'essai

avec un dispositif spécifique est disponible en Europe (NF EN 12697-53). La méthode d'essai consiste à mesurer la force de poussée maximale nécessaire pour cisailler un échantillon d'enrobé bitumineux confiné dans un moule. Fabre des Essarts (Fabre des Essarts 2016) a étudié le comportement des enrobés aux températures de mise en œuvre et a comparé plusieurs approches et critères avec ce dispositif. Enfin, elle a proposé un mode opératoire à densité contrôlée pour caractériser et évaluer la maniabilité des enrobés bitumineux (Fabre des Essarts 2016).

L'objectif d'un essai de compactibilité est de déterminer la capacité du mélange à atteindre une teneur en vides cible à l'issue des opérations de compactage mécanique selon le type d'enrobé (Fabre des Essarts, Dony *et al*. 2013, Fabre des Essarts 2016, Fabre des Essarts, Dony *et al.* 2016). L'évaluation de la compactibilité sert de point initial pour plusieurs méthodes de formulation d'enrobé telle que la méthode Canadienne Québécoise et la méthode Française. L'essai à la presse à cisaillement giratoire (PCG) est classiquement utilisé à cet effet. Il consiste à mettre une masse bien déterminée d'enrobé foisonné dans un moule incliné (environ 0,82 ° à 1.25 °), puis le compactage est réalisé à la fois par une force de cisaillement en rotation et une force résultante axiale appliquée par une tête mécanique. La force horizontale appliquée est de 11,7 kN, soit une contrainte de 0,6 MPa pour un moule de 150 mm de diamètre. L'analyse classique des résultats de l'essai à la presse à cisaillement giratoire consiste à répondre à des spécifications en matière de pourcentage de vide (Vi) pour un nombre de giration bien déterminé. Par exemple, pour un enrobé de type ESG-10, la norme Québécoise demande d'avoir : $Vi \geq 11\%$ à 10 girations, $4\% \geq Vi \geq 7\%$ à 80 girations et $Vi \geq 2\%$ à 200 girations. La norme française demande pour un enrobé équivalant à l'enrobé ESG-10 (BBSG-10) d'avoir entre 5% à 10% de pourcentage de vide à 60 girations.

La méthode classique d'analyse des résultats de la PCG est très utile pour valider une combinaison granulaire. Cependant, selon plusieurs études, cette méthode est insensible aux variations de la température d'essai surtout entre 160 °C à 110 °C. Pour pallier ce problème, plusieurs méthodes d'analyse sont proposées spécialement dans le cadre des enrobés bitumineux tièdes (*cf.* CHAPITRE 7).

Enfin, une possible confusion est notée dans la littérature entre les notions de maniabilité et de compactibilité, cela est étudié en détail dans le chapitre (*cf.* CHAPITRE 7).

1.2.2.2 Les caractéristiques aux températures de service

La route est soumise principalement à des sollicitations mécaniques et thermiques. Pour accroitre sa durée de vie, l'enrobé bitumineux doit avoir les bonnes caractéristiques viscoélastiques en matière de résistance à la déformation permanente, de module complexe et résistance à la fatigue. De manière générale, l'amélioration de la résistance à l'orniérage va à l'encontre de la résistance à la fatigue et surtout à la résistance à la fissuration thermique. Ainsi, une bonne formulation constitue en quelque sorte un compromis entre ces différentes caractéristiques, on cherche à améliorer un caractère sans trop influencer l'autre.

Pour plusieurs méthodes de formulation d'enrobé, la résistance à la déformation permanente ou la résistance à l'orniérage fait partie des épreuves de validation. Par exemple, pour les méthodes de formulation québécoise et française, la détermination de la résistance à l'orniérage constitue le niveau 2 de validation après l'évaluation de la compactibilité et de la tenue à l'eau. Le module complexe fait partie du troisième niveau des épreuves de validation dans la méthode française. C'est un paramètre fondamental pour les méthodes de dimensionnement mécanistique empirique, il sert à calculer la réponse mécanique face aux sollicitations imposées. La résistance à la fatigue fait partie du quatrième niveau des épreuves de formulation de la méthode française et sert aussi comme critère très important à satisfaire pour la majorité des méthodes de dimensionnement des chaussées.

1.2.2.1 Les caractéristiques aux basses températures

À basses températures (refroidissement de la chaussée), la chaussée se contracte. Or, les mouvements de contraction sont empêchés dans le sens longitudinal créant ainsi une contrainte de traction dans ce sens. Cela se manifeste par l'amorçage éventuel de fissures transversales.

Ces dernières sont ensuite susceptibles de se propager à travers la structure lors de cycles thermiques (journaliers ou autres).

Principalement, deux essais sont proposés pour caractériser le comportement des enrobés à basses températures : l'essai de retrait thermique empêché et l'essai de fluage en traction indirecte.

L'essai de retrait thermique empêché (TSRST) est un essai développé par *the Strategic Highway Research Program* (SHRP) (Arand 1990, Jung *and* Vinson 1994, Kanerva, Vinson *et al*. 1994). Différentes recherches sont menées à l'aide de cet essai et confirment son bon potentiel pour bien évaluer la résistance à la fissuration thermique des enrobés bitumineux (Arand 1990, Isacsson *and* Zeng 1998, Shen *and* Kirkner 2001, Olard 2003, Pucci, Dumont *et al*. 2004, Dave, Buttlar *et al*. 2013, Ghabchi, Singh *et al*. 2015, Tapsoba, Baaj *et al*. 2016). Il consiste à appliquer un chargement thermique de refroidissement (classiquement 10°C/heure) sur une éprouvette cylindrique tout en bloquant la déformation. Des contraintes de traction se créent au sein de l'enrobé menant à la rupture quand la limite de résistance est atteinte. La rupture apparaît à la température dite de rupture. Selon des études en interne à ETS, elle correspond à la température basse de caractérisation du bitume « L ». Les résultats de cet essai se présentent sous forme d'évolution de la contrainte de traction en fonction de la variation de la température, et ils ne sont pas intégrables dans les logiciels de dimensionnement de chaussées mécanistiques-empiriques.

À la rupture, la contrainte atteint sa valeur maximale, elle est appelée contrainte de rupture (σ_f). La température correspondante est définie comme la température de rupture (T_f). La pente de la variation de la contrainte en fonction de la température augmente progressivement jusqu'à une certaine température où elle reste quasi constante. Pour estimer la valeur de la pente quasi-constante, le paramètre $d\sigma / dT$ est calculé à l'aide d'une régression linéaire entre la température de rupture (T_f) et la température de transition (T_T). Cette dernière est souvent prise pour la température pour laquelle la contrainte atteint la moitié de la contrainte de rupture σ_f.

Selon (Tapsoba, Baaj *et al*. 2016) T_T correspond à la température à laquelle l'enrobé passe d'un comportement ductile à fragile (transition vitreuse) (Figure 1-9).

Des études ont montré que l'ajout de matériaux bitumineux recyclés (RAP et/ou RAS) conduit à une augmentation de la température de rupture. Par contre, pour de faibles teneurs (inférieure à 30% pour le RAP et inférieure à 8% pour RAS), l'impact n'est pas très significatif (Baaj *and* Paradis 2008, Ma, Bahia *et al*. 2010, Baaj, Ech *et al*. 2011, You, Mills-Beale *et al*. 2011, Arnold, Behnia *et al*. 2014, Tapsoba, Sauzéat *et al*. 2014, Tapsoba, Baaj *et al*. 2016).

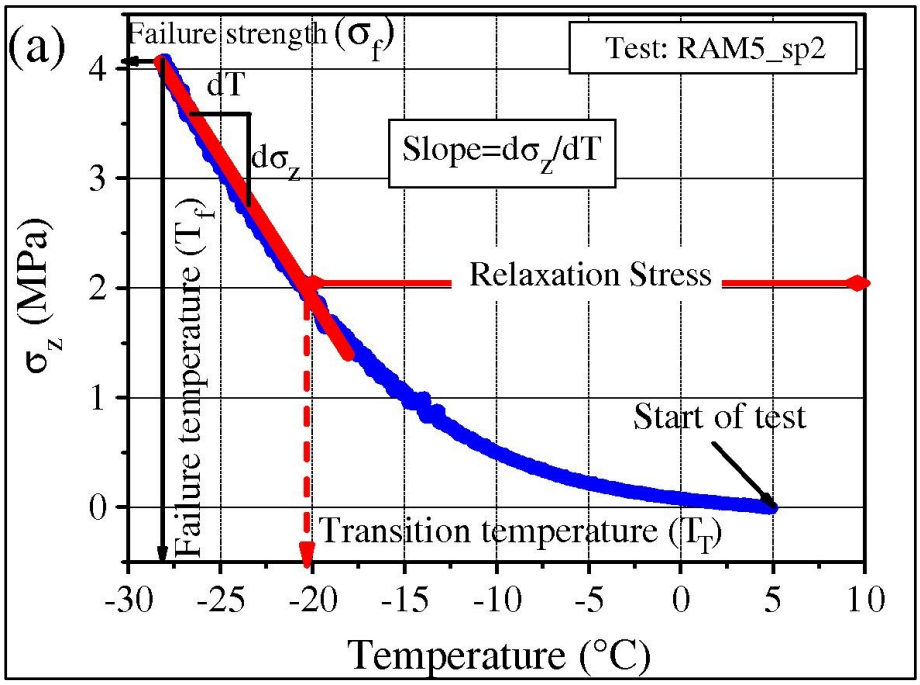


Figure 1-9 Résultats type de l'essai de retrait thermique empêché (Tapsoba, Baaj *et al*. 2016)

L'essai TSRST propose un couplage thermomécanique. Pour cet essai, la déformation totale (ε_{tot}) qui égale à la somme entre la déformation mécanique ($\varepsilon_{méc}$) et la déformation thermique (ε_{ther}) est nulle. C'est-à-dire, l'application de la sollicitation thermique ($\varepsilon_{ther} = \alpha\,\Delta T$) induit une sollicitation mécanique selon les équations (Eqs 1.1 et 1.2).

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{méc} + \varepsilon_{ther} = 0 \quad (1.1)$$

$$\varepsilon_{méc} = -\varepsilon_{ther} = -\alpha\Delta T \quad (1.2)$$

Avec :

α : le coefficient de dilatation/ contraction thermique.

ΔT : l'incrément de température.

La variation de température durant l'essai TSRST est monotone ; un seul évènement thermique est donc pris en considération. Cela n'est pas représentatif des cycles journaliers de variation de température. Étant donné que l'essai TSRST cyclique est trop long à réaliser en laboratoire, des chercheurs ont proposés une simulation numérique de l'essai (Olard, Vaniscote *and* Loup 2005, Olard 2009, Tapsoba, Baaj *et al*. 2016)) ; une variation sinusoïdale de la température (entre -20 et + 20 ° C) dans une période de 24 heures a été considérée. Le calcul de la variation de la contrainte en fonction de la température d'essai a été assuré grâce à l'utilisation de modèles rhéologiques du comportement mécanique (viscoélastique ou visco-élasto-plastique). Cette simulation a été améliorée par Tapsoba et al (Tapsoba, Baaj *et al*. 2016) en réalisant les calculs en 3D. On note une bonne correspondance entre les résultats de la simulation numérique et les données expérimentales que ce soit pour les essais monotones ou cycliques, spécialement dans le cas où la plasticité est prise en considération. Dans le cas où le calcul des contraintes a été réalisé dans le domaine viscoélastique, les résultats numériques sont légèrement plus élevés comparativement aux résultats expérimentaux. De plus, les calculs ont montré une forte dissymétrie entre les phases de traction et les phases de compression, due à la variation des propriétés visqueuses du matériau en fonction de la température (Figure 1-10).

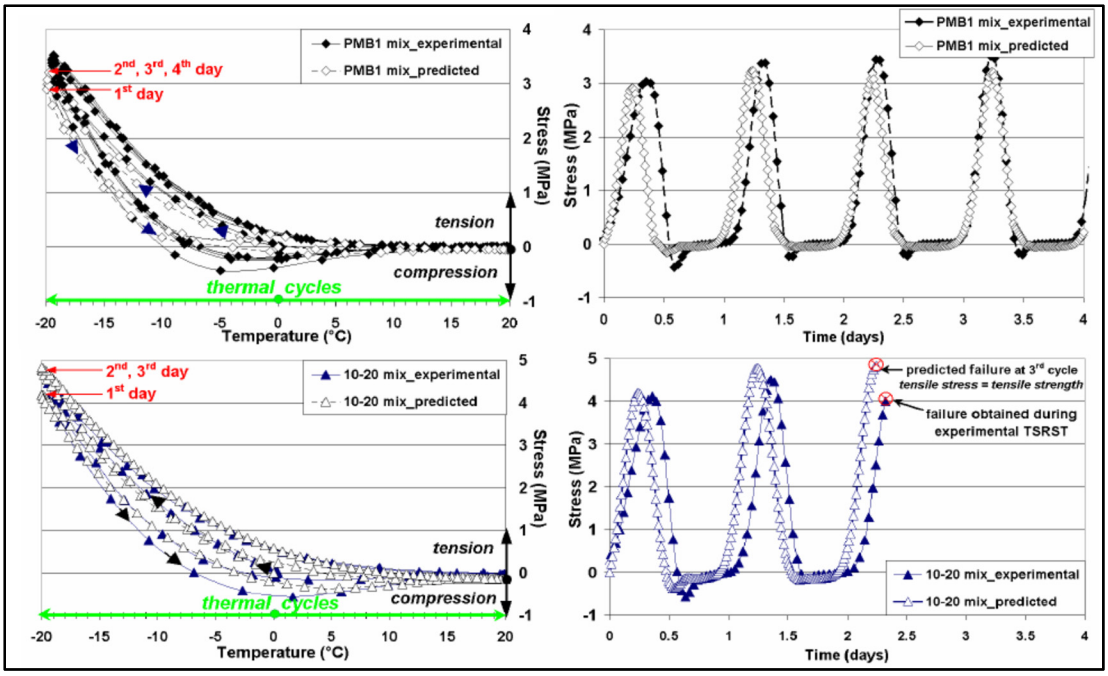


Figure 1-10 Évolution des contraintes thermiques :
résultats expérimentaux vs simulation (Olard, Vaniscote *and* Loup 2005)

Le module de fluage est une entrée dans les logiciels de dimensionnement mécanistique-empirique. Un fluage trop faible peut conduire à des fissures à basse température et un fluage trop élevé peut conduire à un risque élevé d'orniérage aux températures de service. L'essai de fluage décrit par la norme AASHTO (Figure 1-11) propose de travailler en configuration de traction indirecte sur des spécimens de 150 mm de diamètre et de 38 à 50 mm d'épaisseur. Le compactage est assuré par la presse à cisaillement giratoire. L'essai est généralement réalisé à trois températures différentes (entre 10 ° C à -30 ° C selon le grade du bitume). Une contrainte statique est appliquée le long d'un axe diamétral afin d'avoir une contrainte de traction indirecte. Il s'agit d'un essai non destructif, le chargement appliqué doit toujours être dans le domaine viscoélastique linéaire. Cependant, la charge doit être suffisamment élevée pour provoquer une déformation horizontale suffisante de sorte que le bruit dans le processus d'acquisition de données soit non significatif. Pendant l'essai, les déformations verticales et horizontales sont mesurées et la fonction de fluage (le module de fluage) représente le rapport entre la déformation horizontale en fonction du temps et la contrainte statique appliquée (2.4.3.2).

Il est important de noter que la norme ne précise pas une vitesse d'application de la contrainte. Sachant que les enrobés sont des matériaux viscoélastiques, leur réponse aux sollicitations dépend fortement de la vitesse de chargement. Aussi, il est important de noter que le module de fluage mesuré suivant la norme AASHTO est parallèle au sens du compactage. Or, les contractions thermiques sur les chaussées sont souvent perpendiculaires au sens du compactage (*cf*. 6.1) (Olard 2003, Di Benedetto *and* Corté 2004, Daoudi, Perraton *et al*. 2020).

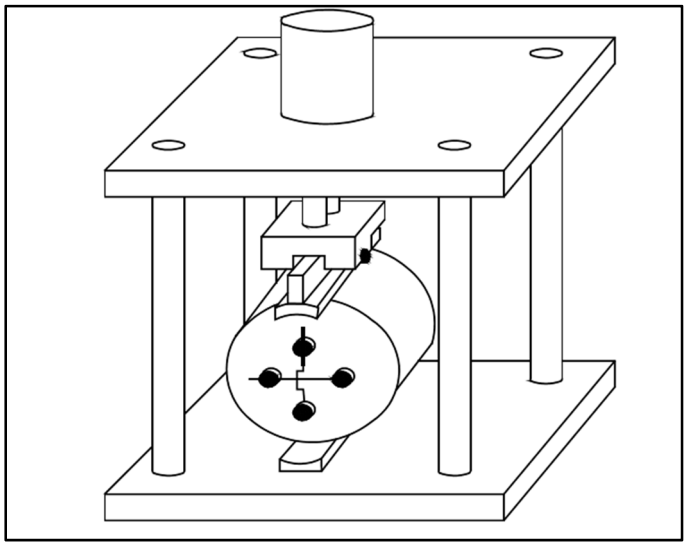


Figure 1-11 Schématisation de l'essai de fluage
(AASHTO T 322)

1.3 Le comportement thermomécanique des matériaux bitumineux

1.3.1 Action des charges sur les structures de chaussées souples

Principalement la structure de chaussée est soumise à des sollicitations imposées par le passage des véhicules (effet de trafic) et aux effets créés par les cycles climatiques (effet de la température). Ces deux effets sont les sollicitations les plus dominantes sur la chaussée et provoquent les dégradations les plus dangereuses loin devant les dégradations causées par le vieillissement du matériau ou par la présence d'eau (Di Benedetto *and* Corté 2004).

1.3.1.1 L'effet du trafic

Le passage des véhicules notamment les poids lourds provoque des efforts verticaux conduisant à des déformations verticales et longitudinales (compression et flexion) (Figure 1-12). Les amplitudes de déformation causées restent faibles (de l'ordre de 10^{-4} m/m). En bas de couche, l'effet de trafic se concrétise par l'apparition de petites tractions répétées. Ceci crée des petites dégradations (micro dégradations) qui s'accumulent et peuvent entrainer la ruine du matériau par la formation de fissures qui se propagent au travers de la chaussée du bas vers le haut (la fatigue). En haut de couches, le trafic provoque de petites déformations permanentes. L'accumulation de ses déformations crée l'orniérage à la surface de la chaussée. Cet orniérage peut être dû au tassement des couches d'enrobés bitumineux, mais également aux déformations des couches non liées inférieures éventuelles (Di Benedetto *and* Corté 2004).

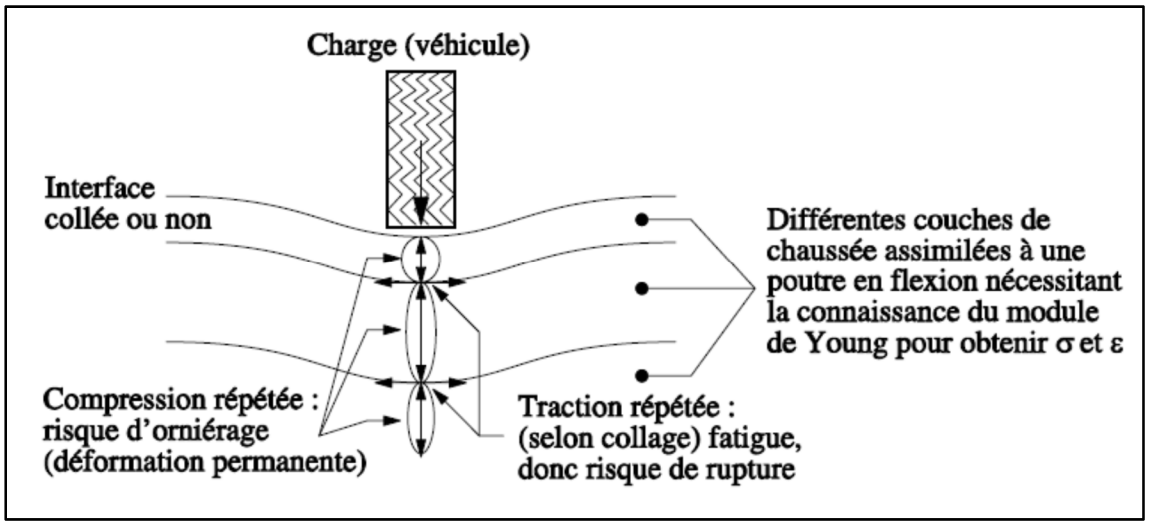


Figure 1-12 Schématisation des sollicitations induites par le trafic
(Di Benedetto *and* Corté 2004)

1.3.1.2 L'effet de la température

Principalement la température provoque deux effets mécaniques :

- Un changement de rigidité. Les matériaux bitumineux sont thermo-susceptibles, à haute température, ils sont plus mous (ou visqueux) et à basse température plus rigide (ou élastique).
- La création de contraintes et déformations au sein du matériau en raison des dilatations-contractions thermiques lors des changements de température (Figure 1-13). Les déplacements sont bloqués dans le sens longitudinal de la chaussée ce qui engendre de la traction (lors d'un refroidissement) ou de compression (lors d'un échauffement) et ainsi, l'apparition de fissures transversales (fissuration thermique) (Di Benedetto *and* Corté 2004).

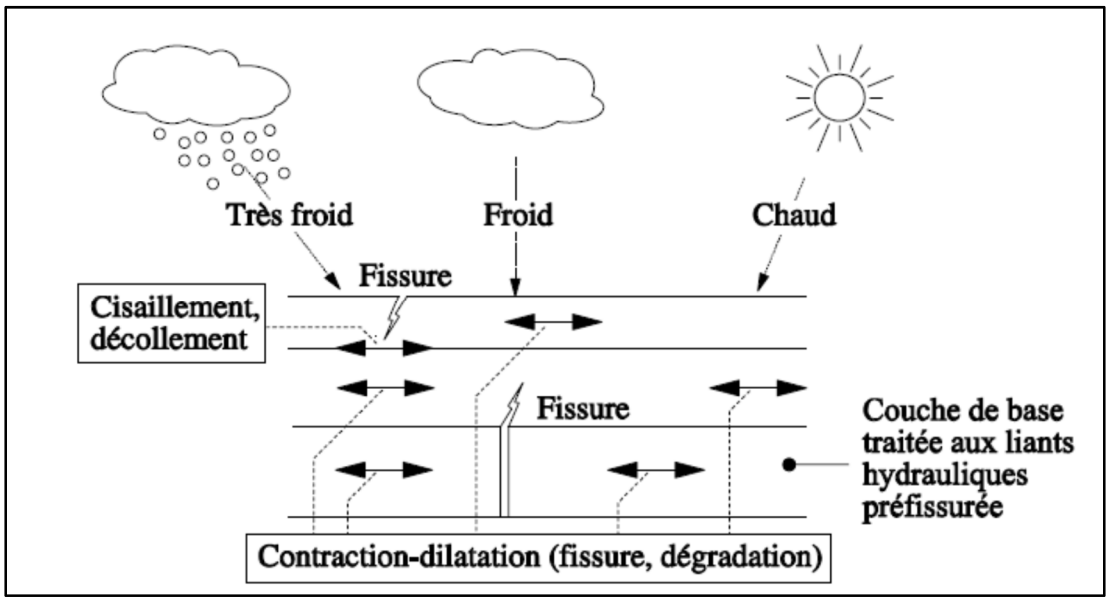


Figure 1-13 Schématisation des sollicitations induites par la température
(Di Benedetto *and* Corté 2004)

1.3.2 Réponse du matériau bitumineux

1.3.2.1 Échelle du liant bitumineux (bitume et mastic)

Le comportement mécanique des bitumes dépend fortement des sollicitations qu'il va subir sur la chaussée à savoir, la fréquence (la vitesse) du chargement, la température et l'amplitude de déformation appliquée (Figures 1-14 et 1-15).

Pour de faibles amplitudes de déformation (domaine des petites déformations), le comportement peut être considéré comme viscoélastique linéaire. Aux basses températures (en dessous de la température de transition vitreuse (Tg)), la composante visqueuse peut être négligée et le comportement est supposé élastique linéaire. Le phénomène de fatigue se manifeste pour une faible amplitude de déformation et nombre de cycles (N) relativement élevé. Pour de grandes amplitudes de déformation, le comportement mécanique devient non linéaire. La valeur seuil, dite "limite viscoélastique linéaire (ε_{lim})", selon le matériau et la température d'essai, est approximativement égale à 1% pour les bitumes (Airey, Rahimzadeh *et al*. 2002, Airey, Rahimzadeh *et al*. 2003a, Airey, Rahimzadeh *et al*. 2003b, Airey *and* Behzad 2004). En fonction de la norme du module complexe (|E*| ou |G*|), lorsque la déformation ε est inférieure à limite de linéarité (ε_{lim}), le module complexe est indépendant de ε. Au-delà de cette valeur, le module diminue lorsque la déformation augmente. La limite de linéarité est définie par la déformation à partir de laquelle le module complexe a atteint 95% de sa valeur initiale (Figure 1-16).

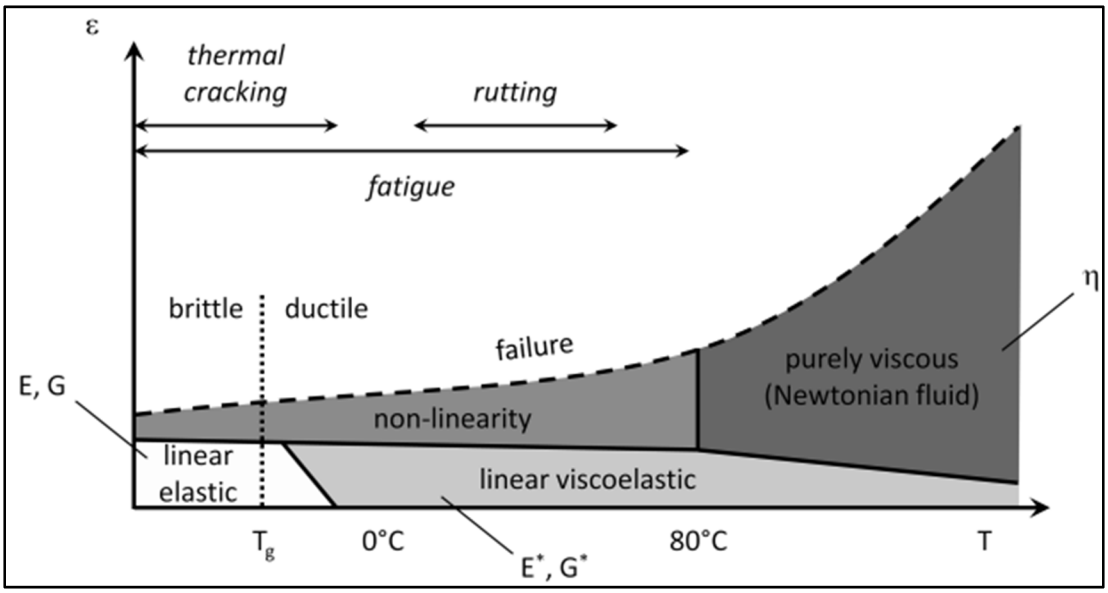


Figure 1-14 Classes de comportement des bitumes en fonction de la température T (TG est la température de transition vitreuse) et de l'amplitude de la déformation |ε| (Olard 2000, Olard 2003, Delaporte 2006)

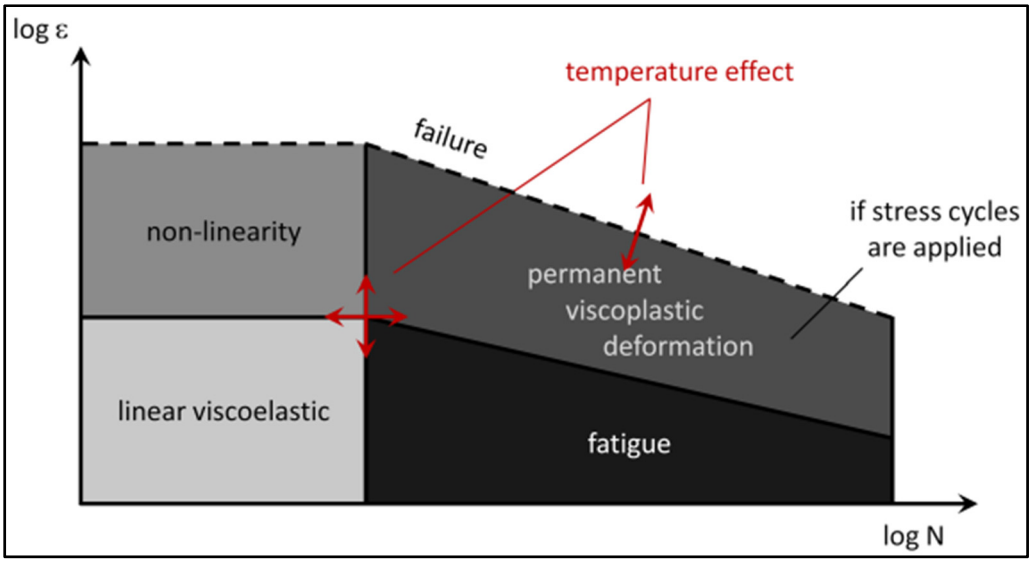


Figure 1-15 Classes de comportement des bitumes en fonction de ε et du nombre de cycles de sollicitation (Delaporte 2006)

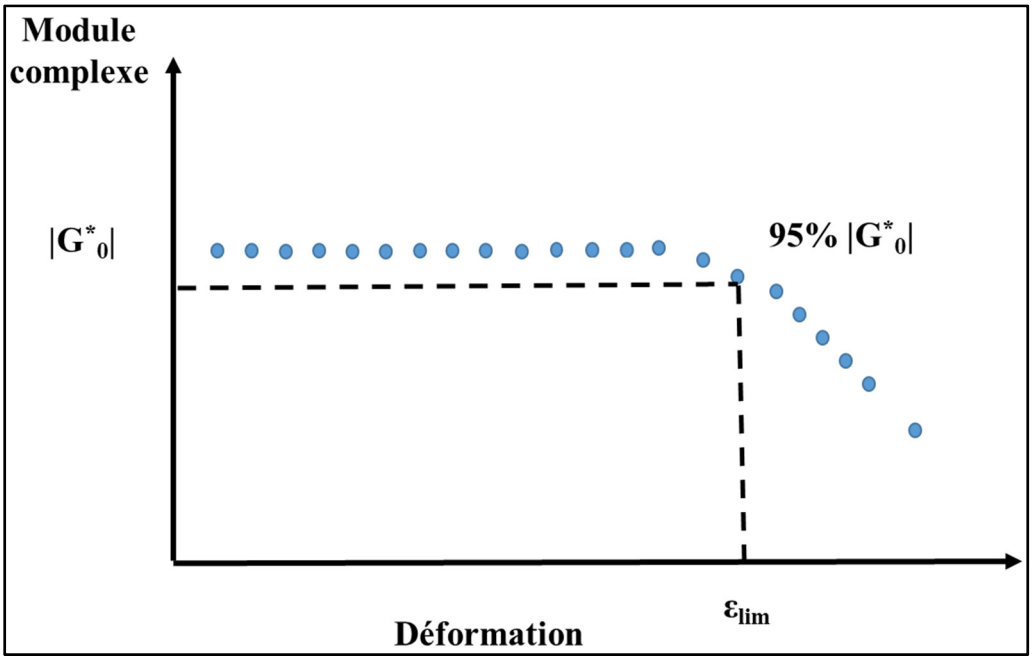


Figure 1-16 Limite de linéarité en déformation

Selon (Airey, Rahimzadeh *et al*. 2002, Airey, Rahimzadeh *et al*. 2003a, Airey, Rahimzadeh *et al*. 2003b, Airey *and* Behzad 2004), cette limite viscoélastique diminue lorsque le module

complexe augmente et elle augmente lorsque la température augmente (faible module complexe). Elle atteint des valeurs très élevées à haute température, supérieures à 10%.

Enfin, une accumulation de déformation viscoplastique permanente se produit lorsque des cycles de contraintes répétés non centrés sur zéro (cycles déviatoriques) sont appliqués.

Cependant, le mastic bitumineux comme défini précédemment (1.1.4) est admis comme le réel liant enrobant les granulats dans l'enrobé (Delaporte 2006). Il hérite du caractère et des propriétés viscoélastiques du bitume. Selon Anderson et Goetz (Anderson *and* Goetz 1973), la rigidité et la consistance des mastics bitumineux dépendent de la taille, de la concentration des fines, de la température et des interactions entre le bitume et les fines.

Des études antérieures montrent un renforcement du bitume par les particules fines. Soenen et Teugels (Soenen *and* Teugels 1999) observent à partir d'essais rhéologiques que le renforcement dépend principalement de la concentration volumique des fines dans le mastic. À faible teneur (inférieure à 30%), les fines n'interviennent pas significativement dans les propriétés rhéologiques du mastic et le renforcement semble indépendant du type de filler et de l'origine du bitume (particules fines en suspension dans le bitume avec faibles interactions). Pour des concentrations supérieures à 45%, les propriétés rhéologiques sont significativement modifiées notamment aux hautes températures (basses fréquences), les valeurs de module complexe semblent tendre vers une asymptote (Figure 1-17). À partir d'essais rhéologiques avec un rhéomètre à cisaillement annulaire, Delaporte (Delaporte 2006) a remarqué qu'une chute de l'angle de phase (φ) des mastics est observée pour les mastics à forte teneur en fines (> 40%) à basse fréquence et/ou haute température. La signification physique de ce phénomène est probablement l'existence de contacts intergranulaires dans le mastic. De plus, pour des concentrations supérieures à 45%, l'absorbation de la partie « huile » du bitume (partie des maltènes) par les fines devient plus importante et provoque une augmentation de la concentration en asphaltènes dans le bitume et par conséquent une rigidification du liant.

L’augmentation de la concentration des fines conduit à une augmentation de la résistance en déformation, une diminution de la ductilité et une augmentation de la prédominance de la composante élastique (Figure 1-18 et 1-19) (Durand 1997, Rayner *and* Rowe 2004).

La taille et la nature des fines jouent un rôle dans le renforcement du liant spécialement à hautes températures. Plus la taille des particules est petite, plus le renforcement (augmentation de contrainte de rupture du matériau) est grand. Une taille de particules plus fine signifie une grande surface spécifique totale et par conséquent une plus grande surface d’interaction avec le bitume (Chen *and* Peng 1998). Lorsque le diamètre des particules de filler reste supérieur à quelques micromètres, le comportement des mastics est très peu influencé par la taille des fines (Delaporte 2006). La différence de module entre les mastics à base de filler à granulométrie « étalée » et ceux à base de filler à granulométrie « serrée » est faible quelle que soit la concentration et sur une gamme importante de températures et de fréquences (Delaporte 2006).

Les interactions chimiques entre le bitume et les fines diffèrent en fonction de la nature des fines, par exemple, selon (Delaporte 2006), l’auteur a remarqué peu d’écarts entre le comportement des mastics à base de filler calcaire et celui des mastics formulés avec le filler dioritique. En revanche, la fumée de silice entraîne une rigidification importante du matériau à haute température.

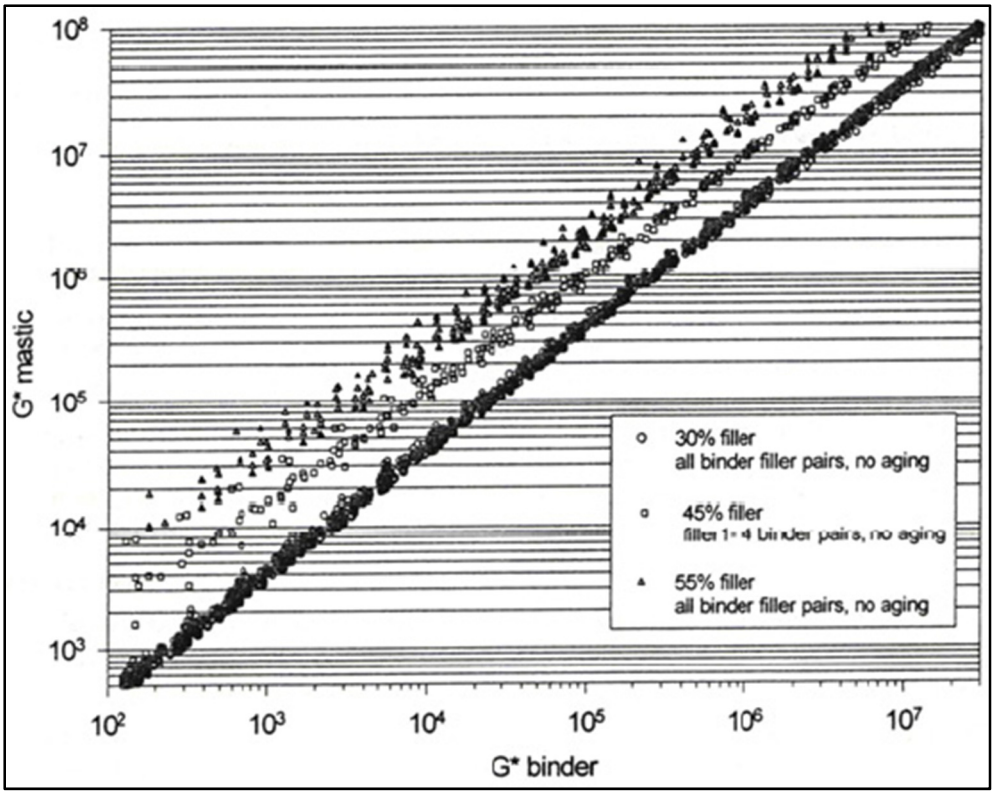


Figure 1-17 Rigidification du bitume par différentes concentrations de fines (Soenen and Teugels 1999).

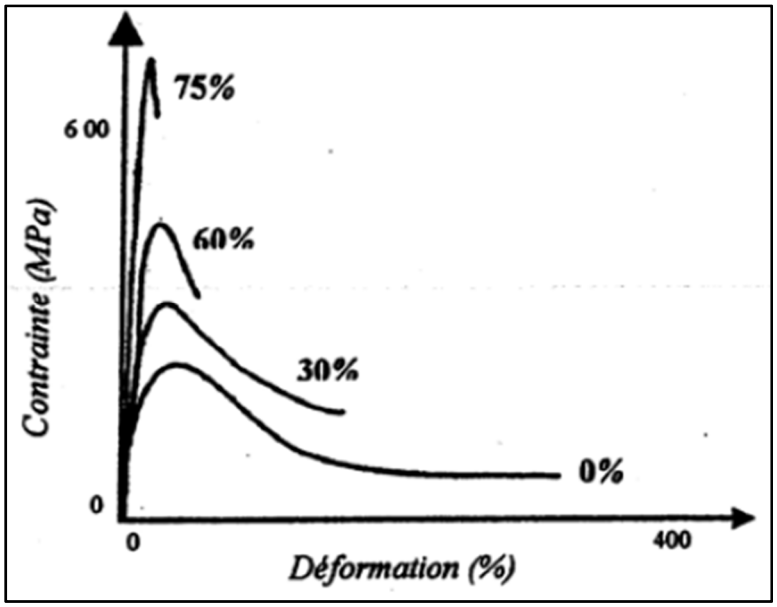


Figure 1-18 Essai de traction simple à 5°C et 250 mm/min sur des mastics à différentes concentrations (Durand 1997)

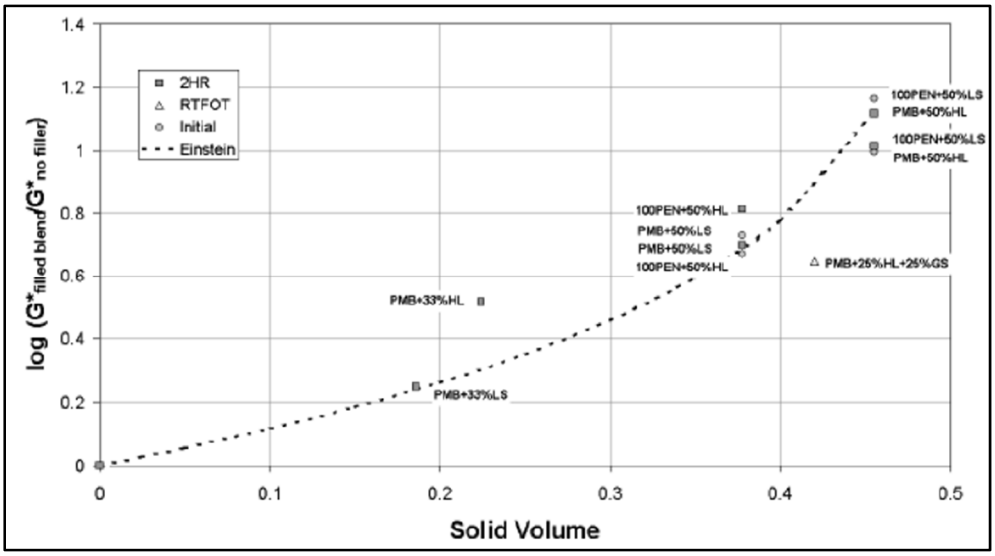


Figure 1-19 Module complexe du mastic par rapport à celui du liant associé en fonction de la fraction volumique du filler introduit.
T = 25°C et fr = 0.4 Hz (Rayner and Rowe 2004).

1.3.2.2 Échelle de l'enrobé

Tout comme le mastic bitumineux, l'enrobé hérite également du caractère viscoélastique du bitume. Cela signifie que la réponse des enrobés face aux sollicitations appliquées dépend de l'amplitude de la déformation, de la fréquence (la vitesse) et de la température. Selon Di Benedetto (Di Benedetto *and* Corté 2004), le comportement mécanique des enrobés peut être classifié en quatre grandes familles (Figure 1-20).

Pour des chargements comprenant quelques centaines de cycles et des déformations « faibles » ($\varepsilon < 10^{-4}$ mm/mm), le comportement est considéré comme viscoélastique linéaire, le phénomène de fatigue se manifeste pour de faibles amplitudes de déformation et un nombre de cycles élevé. Lorsque des cycles déviatoriques en contraintes sont appliqués à partir d'une contrainte nulle, des déformations irréversibles non négligeables se produisent pour des amplitudes de déformation « proches » de la rupture. Leur accumulation crée de l'orniérage. Pour l'application d'une amplitude de déformation proche de celle de la rupture, le comportement observé est fortement non linaire.

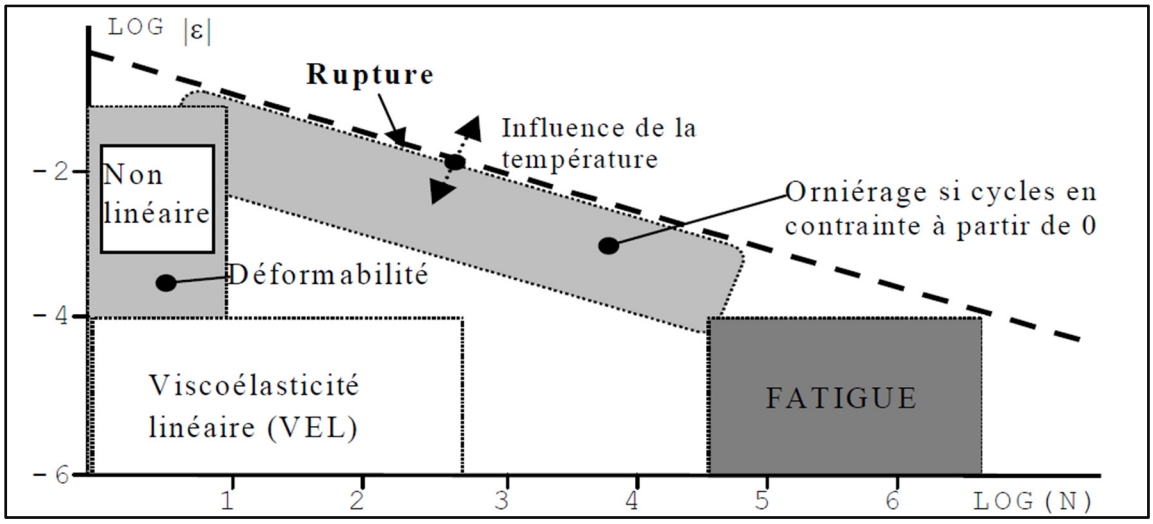


Figure 1-20 Les grandes familles du comportement mécaniques des enrobés (Di Benedetto *and* Corté 2004)

1.4 La théorie viscoélastique

La viscoélasticité est la propriété de matériaux qui présentent des caractéristiques à la fois visqueuses et élastiques lorsqu'ils subissent une déformation (Di Benedetto *and* Corté 2004, Huang 2004, Marques *and* Creus 2012).

1.4.1.1 Le comportement élastique et le comportement visqueux

L'élasticité est la propriété d'un matériau à retrouver sa forme d'origine après avoir été déformé. La déformation élastique est instantanée et réversible, un matériau élastique reprend son état primitif non déformé lors de la suppression des efforts extérieurs ayant provoqué sa déformation (Marques *and* Creus 2012).

La relation entre la contrainte (σ) et la déformation (ε) pour le comportement purement élastique est décrite par la loi de Hooke (Eq.1.3)

$$\sigma = E\,\varepsilon \tag{1.3}$$

Où E représente le module élastique (ou module de Young).

La viscosité est la résistance au mouvement d'un fluide (Marques and Creus 2012). Une déformation visqueuse se manifeste par :

- Un temps de retard entre la contrainte et la déformation
- Une variation de la réponse mécanique en fonction de la variation de la vitesse de sollicitation.
- Le fluage.
- La relaxation.

La relation permettant de décrire le comportement purement visqueux est la suivante (Eq.1.4) :

$$\sigma = \eta \frac{d\varepsilon}{dt} \tag{1.4}$$

Où η représente la viscosité.

1.4.1.2 Le comportement viscoélastique

La réponse à une sollicitation mécanique d'un matériau viscoélastique dépend du temps. Un matériau est dit viscoélastique si l'effacement des contraintes est total lors d'une expérience d'effacement (Figure 1-21). Cette dernière consiste à étudier la réponse en contrainte pour l'application d'un saut instantané de déformation à l'instant t_0. Ensuite, la déformation appliquée est maintenue constante pendant un temps donné, puis ramenée à zéro à l'instant t_1. Pour les matériaux viscoélastiques, un saut instantané en contrainte est observé à t_0 (caractère élastique). Cependant, le niveau de contrainte diminue progressivement, en raison du caractère

visqueux du comportement (relaxation). Lorsque la déformation revient à zéro, à t_1, la contrainte élastique récupérée est supérieure au niveau de contrainte résiduelle, donc la contrainte totale résultante après décharge a un signe opposé par rapport à celle avant la décharge. Après t_1, le niveau de déformation étant maintenu constant (égal à zéro), la contrainte diminue progressivement. Un matériau est défini comme viscoélastique s'il présente une récupération complète des contraintes à un temps infini ($\sigma_{t\to\infty} = 0$).

Si la réponse à une sollicitation composée d'une somme de sollicitations élémentaires est la somme des réponses à chacune des sollicitations (principe de superposition de Boltzmann) le matériau est dit viscoélastique linéaire (Tableau 1-5).

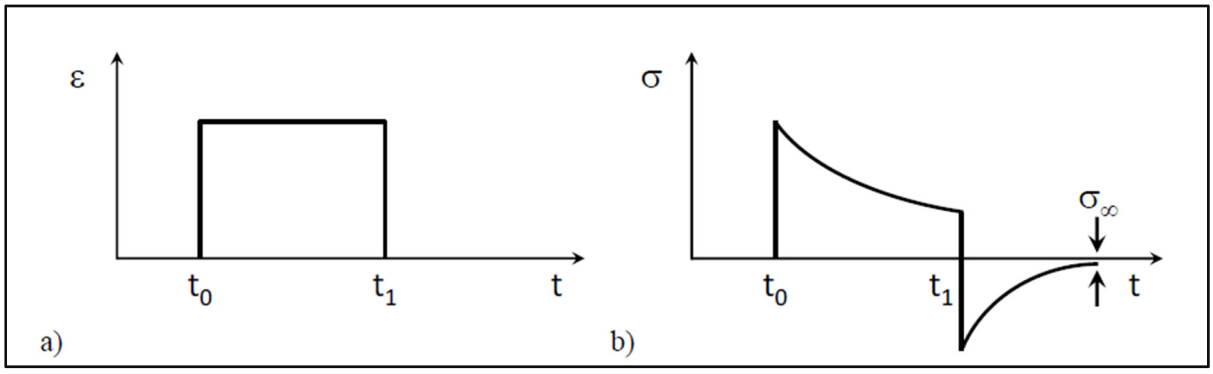


Figure 1-21 Expérience d'effacement : a) créneau de déformation et b) réponse du matériau en contrainte.

Tableau 1-5 Principe de superposition de Boltzmann

La sollicitation	**La réponse**
ε_1	σ_1
ε_2	σ_2
$\lambda\varepsilon_1 + \mu\varepsilon_1$	$\lambda\sigma_1 + \mu\sigma_2$

1.4.1.3 Le fluage (expérience du retard) et La relaxation

Le fluage représente l'évolution de la déformation en fonction du temps (ε (t)) d'un matériau soumis à une contrainte constante (σ) (Figure 1-22).

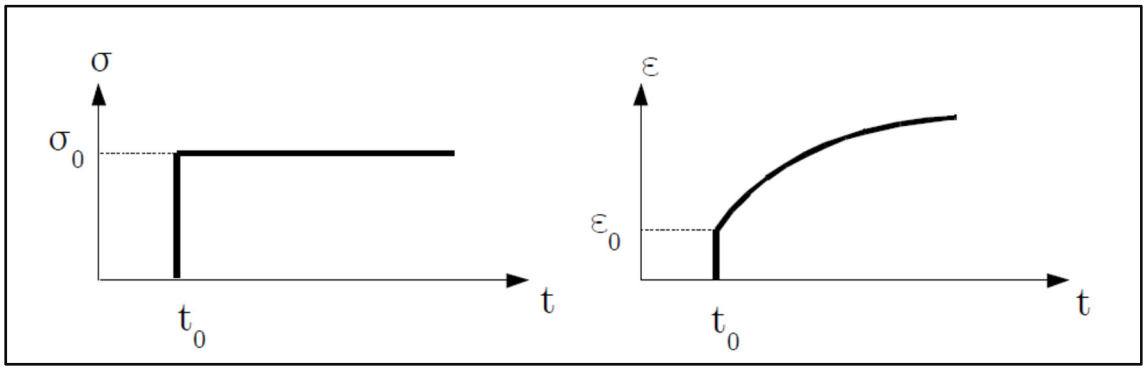


Figure 1-22 Essai de fluage d'un matériau viscoélastique linéaire

La fonction de fluage (D(t)) est déterminée en imposant à température constante, une contrainte σ_0 appliquée instantanément à l'instant t_0, de sorte que la contrainte σ (t) à tout instant t est (Eq.1.5) :

$$\sigma(t) = \sigma_0 H(t - t_0) \tag{1.5}$$

Avec :

H ($t-t_0$) = 0 si $t-t_0 \leq 0$.

H ($t-t_0$) = 1 si $t-t_0 > 0$.

La réponse en déformation est alors sous forme (Eq.1.6) :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 D(t_0, t) \tag{1.6}$$

Où D (t_0, t) est la fonction de fluage du matériau à tout instant t, pour la contrainte appliquée à l'instant t_0.

La notation incrémentale est généralement utilisée lorsque la contrainte appliquée n'est pas constante, mais elle consiste en un historique des contraintes (figure 1-23). Par conséquent, pour une variation de contrainte dσ(τ) appliquée à l'instant τ, la variation de déformation correspondante dε (t) à l'instant t est égale à (Eq.1.7) :

$$d\varepsilon(t) = d\sigma(\tau)D(\tau,t) \tag{1.7}$$

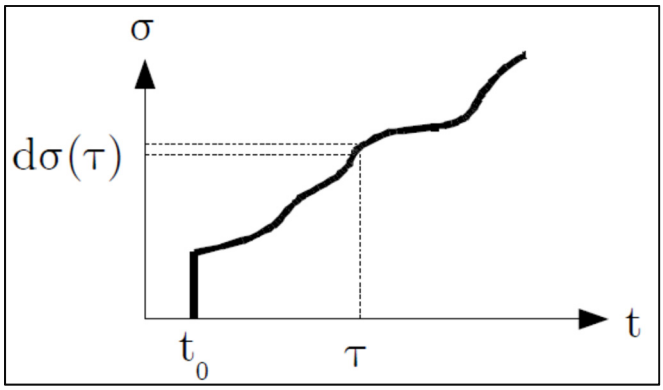


Figure 1-23 Sollicitation à contrainte variable dans le temps.

En appliquant le principe de superposition de Boltzmann (matériaux viscoélastiques linéaires) et si σ (t) est différentiable, la déformation ε(t) est calculée par la somme des réponses à chacune des sollicitations élémentaires selon (Eq.1.8)

$$\varepsilon(t) = \int_{t_0}^{t} D(\tau,t)\, d\sigma(\tau) = \sigma(t_0)D(t_0,t) + \int_{t_0}^{t} D(\tau,t)\dot{\sigma}\,(\tau)\, d\tau \tag{1.8}$$

Pour un matériau non vieillissant (Eq.1.9) :

$$\varepsilon(t) = \sigma(t)D(0) + \int_{t_0}^{t} \sigma(\tau)\, \frac{\partial D}{\partial \tau}(t-\tau)\, d\tau \tag{1.9}$$

Le premier terme désigne la réponse instantanée alors que le second terme représente la réponse différée.

La relaxation représente l'évolution de la contrainte en fonction du temps (σ (t)) d'un matériau soumis à une déformation constante (ε) (Figure 1-24).

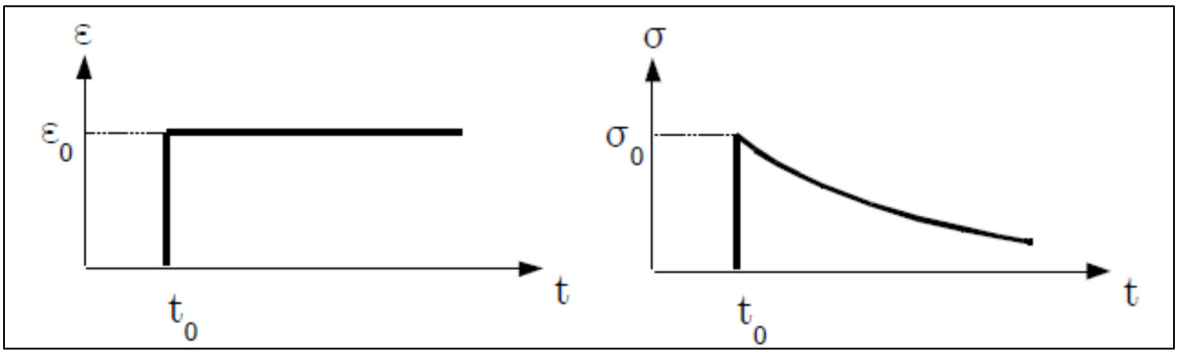


Figure 1-24 Essai de relaxation d'un matériau viscoélastique linéaire.

La fonction de relaxation (R(t)) est déterminée en imposant à température constante, une déformation ε_0 appliquée instantanément à l'instant t_0, de sorte que la déformation ε (t) à tout instant t est (Eq.1.10) :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 H(t - t_0) \tag{1.10}$$

La réponse en contrainte est alors sous forme (Eq.1.11) :

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 R(t_0, t) \tag{1.11}$$

Où R (t_0, t) est la fonction de relaxation du matériau à tout instant t, pour la déformation appliquée à l'instant t_0.

En appliquant le même cheminement que pour le fluage, on obtient (Eq.1.12)

$$\sigma(t) = \varepsilon(t)R(0) + \int_{t_0}^{t} \varepsilon(\tau)\, \frac{\partial R}{\partial \tau}(t - \tau)\, d\tau \tag{1.12}$$

Le premier terme désigne la réponse instantanée alors que le second terme représente la réponse différée.

1.4.1.4 La transformée de Laplace – Carson

L'utilisation de la transformation de Laplace – Carson dans le domaine viscoélastique linéaire a été décrite par Mandel (Mandel 1958, Marques *and* Creus 2012). Cette transformation est un outil mathématique permettant d'aller du temporel au domaine fréquentiel. Les relations intégro-différentielles décrivant la contrainte et la déformation dont les paramètres dépendent du temps (Eqs.1.9 et 1.12) sont difficiles à utiliser. La transformée de Laplace-Carson permet de transformer les équations intégrales en algébriques, simplifiant ainsi les calculs (Di Benedetto *and* Corté 2004, Marques *and* Creus 2012). La transformée de Laplace-Carson (g*) d'une fonction g (t), en fonction du temps t, est définie comme (Eq.1.13) :

$$g^*(p) = p\int_0^{+\infty} e^{-pt} g(t)dt \tag{1.13}$$

Où p est une variable complexe, qui correspond au temps dans le domaine de la transformation. Les équations (Eqs. 1.9 et 1.12 et 16) deviennent alors (Eqs.1.14 et 1.15) :

$$\varepsilon^*(p) = \sigma^*(p)\, D^*(p) \tag{1.14}$$

$$\sigma^*(p) = \varepsilon^*(p)\, R^*(p) \tag{1.15}$$

Où ε*, σ*, D* et R* sont les transformées de Carson respectives de la déformation, de la contrainte, de la fonction de fluage et de la fonction de relaxation. Ces équations liant la déformation à la contrainte ont la même forme que les équations de l'élasticité. Par ailleurs, le produit des transformées de Carson de la fonction de fluage et de la fonction de relaxation est l'unité (Eq.1.16).

$$D^*(p) \times R^*(p) = 1 \tag{1.16}$$

1.4.1.5 Le module complexe

Le module complexe permet d'étudier la réponse des matériaux dans le domaine fréquentiel. Pour l'application d'un chargement sinusoïdal de forme $\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t)$, la réponse en déformation d'un matériau viscoélastique linéaire est de même forme (sinusoïdale) avec un déphasage (temps de déphasage = φ / ω) ; $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t - \varphi)$.

En posant $\sigma^*(t) = \sigma_0 e^{i\omega t}$ et $\varepsilon^*(t) = \varepsilon_0 e^{i\omega t - \varphi}$, on peut écrire $\sigma(t) = [\mathrm{Im}\ \sigma^*(t)]$ et $\varepsilon(t) = \mathrm{Im}\ [\varepsilon^*(t)]$ où «Im» désigne la partie imaginaire de la variable complexe.
Le module complexe s'écrit alors sous la forme (Eq.1.17) :

$$E^*(\omega) = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = \frac{\sigma_0 e^{i\omega t}}{\varepsilon_0 e^{i(\omega t - \varphi)}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} = |E^*| e^{i\varphi} \quad (1.17)$$

Le module $E^*(\omega)$ est un nombre complexe, il peut s'écrire sous une forme algébrique (Eq.1.18) ou sous une forme trigonométrique (Eq.1.19) :

$$E^* = E_1 + i E_2 \quad (1.18)$$

$$E^* = |E^*| (\cos(\varphi) + i \sin(\varphi)) \quad (1.19)$$

Où :
$|E^*|$ est la norme du module complexe.
E_1 est la partie réelle, appelée aussi module élastique.
E_2 est la partie imaginaire, appelée aussi module visqueux.
φ est l'angle de phase.
ω est la pulsation, elle dépend de la fréquence de chargement (fr) ($\omega = 2 \pi fr$).
Le module complexe $E^*(\omega)$ est égale à la transformé de Laplace – Carson de la relaxation (R^*) si $p = i\omega$.

De la même façon que E*(ω), pour l'application d'une contrainte de cisaillement $\tau(t) = \tau_0 \sin(\omega t)$, la réponse d'un matériau viscoélastique linéaire est $\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t - \varphi)$. Le module complexe en cisaillement G*(ω) s'écrit alors (Eq.1.20) :

$$G^*(\omega) = \frac{\tau^*}{\gamma^*} = \frac{\tau_0 \, e^{i\omega t}}{\gamma_0 \, e^{i(\omega t - \varphi)}} = |G^*| e^{i\varphi} = G_1 + iG_2 \\ = |G^*|(\cos(\varphi) + i \sin(\varphi)) \tag{1.20}$$

Pour un matériau isotrope, E* et G* sont liés par le coefficient de Poisson suivant cette équation (Eq.1.21) :

$$G^* = \frac{E^*}{(1 + 2\nu^*)} \tag{1.21}$$

Où ν* est le coefficient de Poisson complexe.

1.4.1.6 Le principe d'équivalence/de superposition temps – températures (PSTT)

Le module complexe dépend de deux variables indépendantes qui sont la fréquence (ou la pulsation) et la température. En traçant les résultats dans un plan log |E*| vs log (fr) pour plusieurs températures T (isothermes) (Figure 1-25), une même valeur de module peut être obtenue pour plusieurs couples (fréquence, température). Cette propriété est appelée principe de superposition temps température (PSTT). Ce principe est exploité pour introduire une seule variable réduite pour décrire la variation du module avec la fréquence et la température. Cela permet de construire une courbe unique (Figure 1-25) (log|E*| ou |G*| vs log(fr) et φ vs log(fr)) pour une température de référence T_{ref} choisie arbitrairement. Cette courbe (courbe maitresse) est obtenue par translation parallèle à l'axe des fréquences de chaque isotherme par rapport à l'isotherme à T_{ref} selon (Eq.1.22) :

$$E^*(\omega_1, T_1) = E^*(\omega_2, T_2) = E^*(a_T \, \omega, T_{ref}) \tag{1.22}$$

Où

$\omega_1 \neq \omega_2$ et $T_1 \neq T_2$.

a_T est un facteur de translation.

Les matériaux vérifiant cette propriété sont qualifiés de thermorhéologiquement simples.

La formule de Williams, Landel et Ferry (loi WLF Eq.1.23) (Ferry 1980) permet d'approcher le facteur de translation a_T .

$$\log a_T = \frac{-C_1(T - T_{ref})}{C_2(T - T_{ref})} \tag{1.23}$$

Où C1 et C2 sont les constantes de la loi WLF et T_{ref} est la température de référence.

La forme de l'équation (1.23) est indépendante du choix de la température de référence T_{ref}. Pour une autre température de référence T'ref. La loi WLF est associée aux constantes C1' et C2' par (Eqs. 1.24 et 1.25) (Jongepier, Kuilman *et al*. 1969).

$$C_2 = C'_2 + T_{ref} - T'_{ref}. \tag{1.24}$$

$$C_1 = C'_1 C'_2 / C_2. \tag{1.25}$$

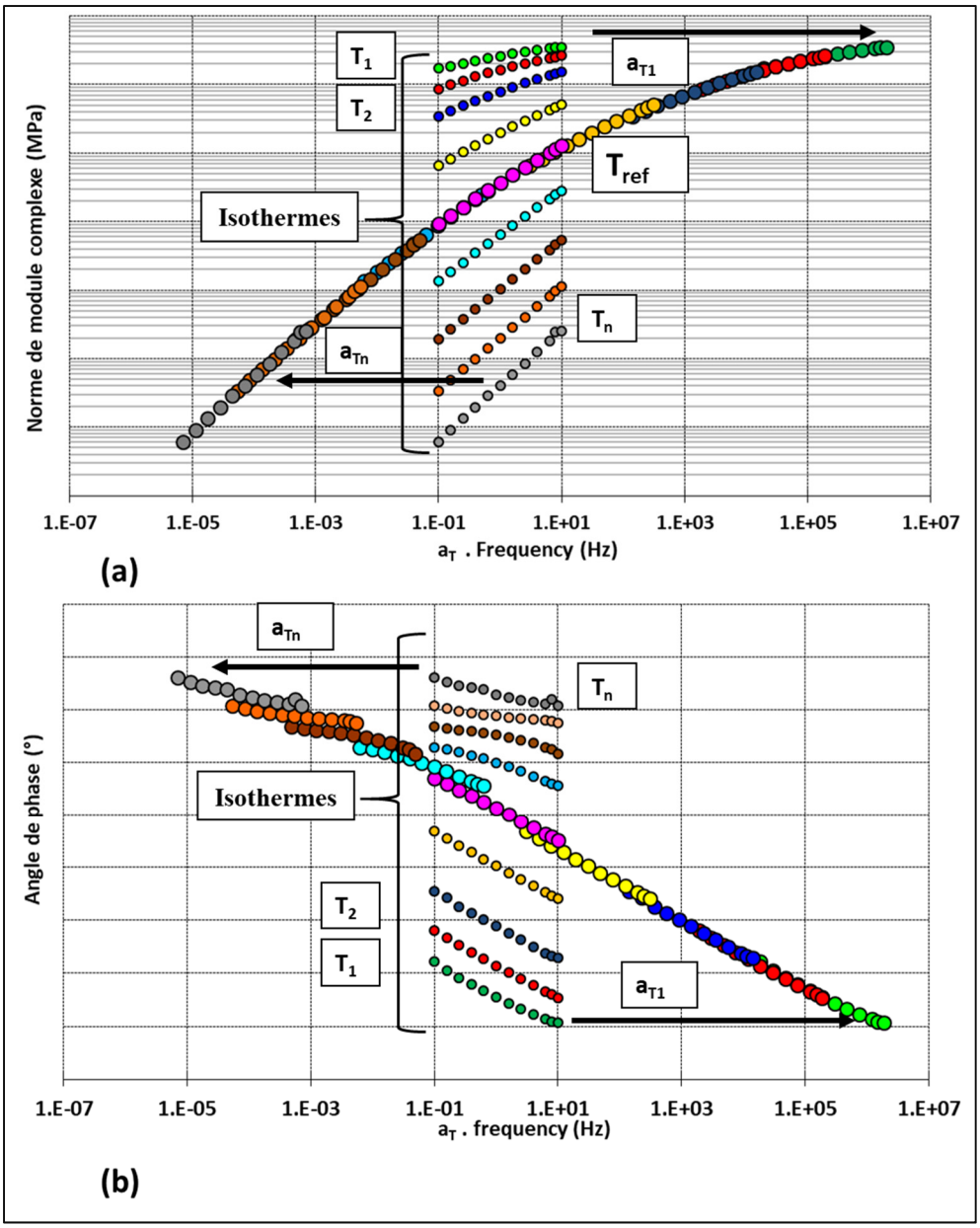


Figure 1-25 Construction de la courbe maitresse a) pour la norme du module complexe b) pour l'angle de phase

1.4.1.7 Le passage du comportement viscoélastique linéaire du liant au comportement viscoélastique linéaire de l'enrobé

Des travaux entrepris principalement à L'École Nationale des Travaux Publics de l'État (ENTPE) (Olard 2003, Di Benedetto, Olard *et al*. 2004, Riccardi, Falchetto et al. 2018)

montrent que le comportement mécanique des enrobés est fortement lié au comportement rhéologique de leurs bitumes correspondants. La notion de module normalisé est introduite (Eq.1.26), et elle montre que les courbe dans le plan Cole-Cole (partie réelle vs partie imaginaire) et dans l'espace de Black (norme de module complexe vs l'angle de phase) du module normalisé des enrobés sont superposées avec celles de leurs bitumes correspondants. En se basant sur ce principe, Di Benedetto, Olard *et al* (Olard 2003, Di Benedetto, Olard *et al*. 2004) ont proposé un outil mathématique simple pour prédire le comportement mécanique des enrobés à partir de leurs liants correspondants et vice-versa (Eq.1.27). Cet outil appelé transformation SHStS (Shift-Homothety-Shift, in time-Shift) correspond à une simple transformation homothétique du spectre du liant (Figure 1-26).

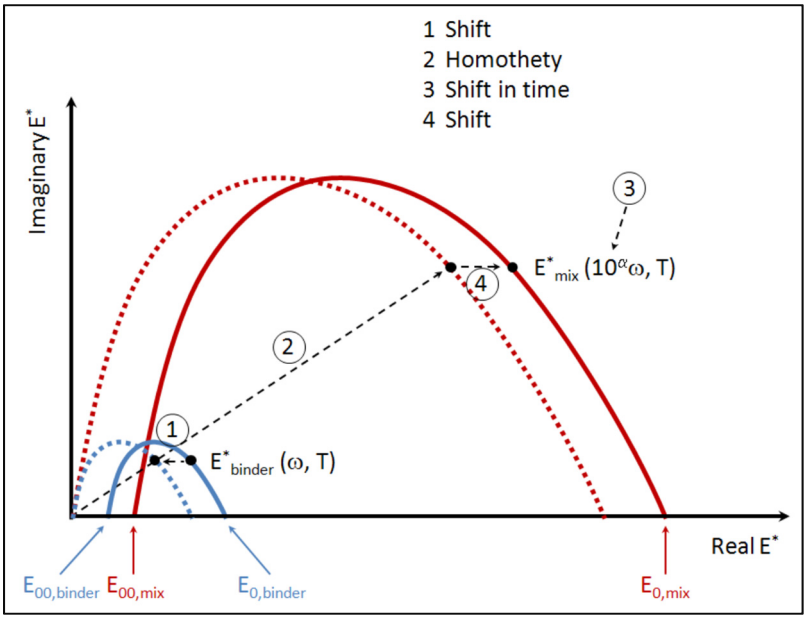


Figure 1-26 Représentation schématique de la transformation SHStS, pour obtenir les propriétés du mélange à partir des propriétés du liant (Mangiafico 2014).

La transformation dépend des modules asymptotiques E_0 et E_{00} de l'enrobé et du liant, ils correspondent respectivement à la valeur du module complexe quand ω tend vers ∞ et vers 0, et d'un paramètre α. Selon Di Benedetto et Olard (Olard 2003, Di Benedetto, Olard *et al*. 2004), α ne dépend que du squelette granulaire et du degré de vieillissement après fabrication de

l'enrobé. Pour la détermination de α, plusieurs études proposent d'analyser la variation du temps caractéristique (Log ($\tau_{0\ enrobé}$)) des enrobés bitumineux qui ont un même squelette granulaire, mais fabriqués à base de liant différent, en fonction du temps caractéristique de leur bitume correspondant (Log ($\tau_{0\ Bitume}$)) (Di Benedetto, Olard *et al*. 2004, Pouget, Sauzéat *et al*. 2010, Nguyen, Di Benedetto *et al*. 2013a, Mangiafico, Sauzéat *et al*. 2016, Riccardi, Falchetto *et al*. 2018). La relation obtenue est de la forme (Eq.1.28) :

$$E^*_{normalisé} = \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \tag{1.26}$$

$$E^*_{Enrobé} = E_{00\ enrobé} + [E^*_{Bitume}(10^{\alpha}\omega, T) - E_{00\ Bitume}]\frac{(E_0 - E_{00})_{Enrobé}}{(E_0 - E_{00})_{Bitume}} \tag{1.27}$$

$$\tau_{0\ Asphalt\ mix} = 10^{\alpha}\tau_{0\ Bitumen} \tag{1.28}$$

Où τ_0 est le temps caractéristique à la température de référence (1.5.6).

1.5 La modélisation rhéologique du comportement viscoélastique linéaire

La modélisation rhéologique consiste à décrire, par l'intermédiaire de combinaison d'éléments rhéologiques simples, un comportement mécanique plus complexe comme le comportement viscoélastique linéaire. Les éléments rhéologiques les plus simples sont le ressort et l'amortisseur permettant de décrire respectivement un comportement élastique linéaire et un comportement visqueux (Marques *and* Creus 2012).

1.5.1 Le ressort et l'amortisseur



Figure 1-27 Schématisation de l'élément ressort

L'élément ressort (Figure 1-27) permet de décrire une réponse purement élastique et instantanée. La fonction de relaxation (R), la fonction de fluage (D) et le module complexe E* du ressort sont donnés par (Eq.1.29) :

$$R(t) = \frac{1}{F(t)} = E^*(\omega) = E \tag{1.29}$$

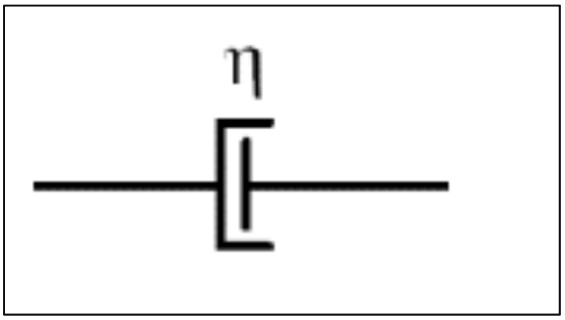


Figure 1-28 Schématisation de l'élément amortisseur

L'élément amortisseur (Figure 1-28) permet de décrire une réponse purement visqueuse. La fonction de relaxation (R), la fonction de fluage (D) et le module complexe E* de l'amortisseur sont donnés par (Eqs.1.30 - 1.32)

$$R(t) = \eta\delta(t) \tag{1.30}$$

$$D(t) = \frac{t}{\eta} \tag{1.31}$$

$$E^*(\omega) = i\omega\eta \tag{1.32}$$

Où i est le nombre complexe ; $i^2 = -1$; $\delta(t)$ est la fonction de Dirac qui est exprimée par :

$\delta(t) = 0$ si $t > 0$

$\delta(t) = \infty$ si $t = 0$

1.5.2 Le modèle de Maxwell et le modèle de Kelvin-Voigt

Les modèles les plus simples pour décrire un comportement viscoélastique se présentent par un assemblage en série (Modèle de Maxwell) ou en parallèle (Modèle de Kelvin-Voigt) d'un ressort et un amortisseur (Figure 1-29) (Maxwell 1867, Voigt 1892, Di Benedetto *and* Corté 2004, Marques *and* Creus 2012).

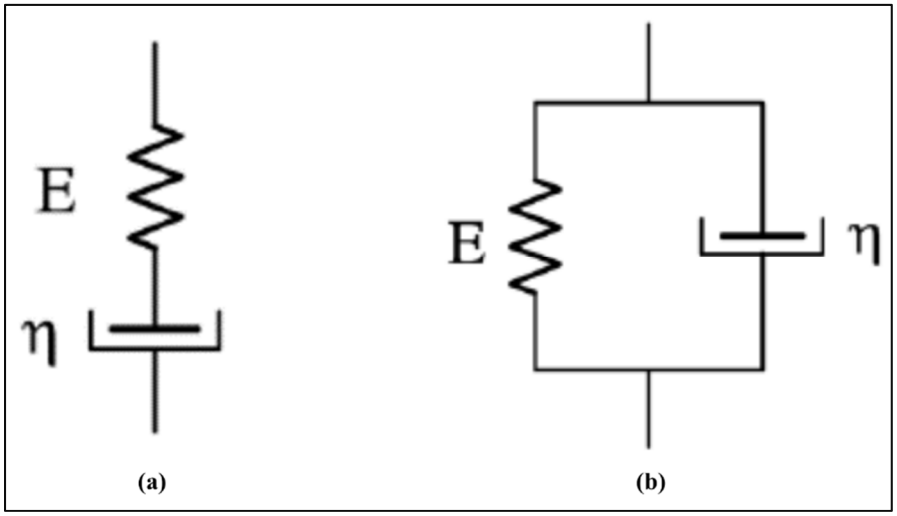


Figure 1-29 Schématisation de a) modèle de Maxwell et
b) modèle de Kelvin-Voigt

La fonction de relaxation (R), la fonction de fluage (D) et le module complexe E* du modèle de Maxwell sont donnés par (Eqs.1.33 - 1.35) :

$$R(t) = Ee^{-t/\tau} \tag{1.33}$$

$$D(t) = \frac{1}{E} + \frac{t}{\eta} \tag{1.34}$$

$$E^*(\omega) = E\frac{i\omega\tau}{1+i\omega\tau} \tag{1.35}$$

La fonction de relaxation (R), la fonction de fluage (D) et le module complexe E* du modèle de Kelvin-Voigt sont donnés par (Eqs.1.36 - 1.38)

$$R(t) = E + \eta\delta(t) \tag{1.36}$$

$$D(t) = \frac{1}{E}(1 - e^{-t/\tau}) \tag{1.37}$$

$$E^* = E + i\omega\eta \tag{1.38}$$

Où E représente le module du ressort, η est la viscosité de l'amortisseur, τ est le temps de relaxation, $\tau = \eta / E$ et δ(t) est l'impulsion de Dirac.

Les modèles Maxwell et Kelvin-Voigt ne peuvent pas décrire correctement le comportement viscoélastique linéaire des matériaux bitumineux. Cependant, ils sont des éléments de base de modèles plus complexes.

1.5.3 L'élément parabolique

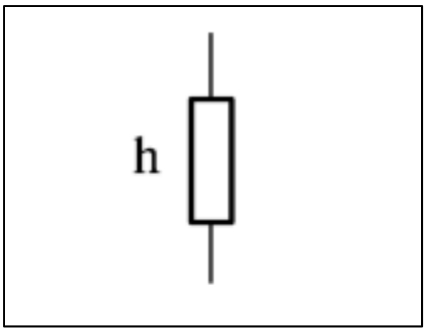


Figure 1-30 Schématisation
de l'élément parabolique

Il s'agit d'un élément visqueux possédant un fluage parabolique sous la forme (Eq.1.39) (Figure 1-30) :

$$D(t) = a\, t^{h}. \tag{1.39}$$

Où a est une constante sans dimension et h est un exposant tel que 0 <h <1. Si h = 0, l'élément parabolique devient un ressort et si h = 1, l'élément parabolique devient un amortisseur.
Le module complexe E* de l'élément parabolique est donnés par (Eq.1.40) :

$$E(\omega) = \frac{i\omega^{h}}{a\Gamma(1+h)} \tag{1.40}$$

Où Γ est la fonction d'Euler de deuxième espèce.

Cet élément a un spectre continu i.e. ; il peut être représenté par une infinité d'éléments de Kelvin-Voigt en série ou par une infinité d'éléments de Maxwell en parallèle (Di Benedetto *and* Corté 2004).

1.5.4 Le modèle d'Huet

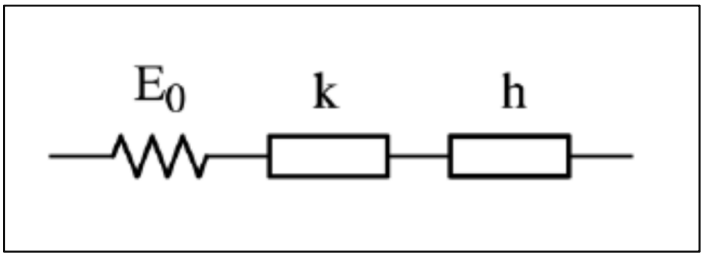


Figure 1-31 Schématisation du modèle d'Huet

Le modèle d'Huet est constitué de deux éléments paraboliques associés en série avec un ressort (Figure 1-31) (Huet 1965, Di Benedetto *and* Corté 2004). C'est un modèle à spectre continu possédant quatre paramètres (E_0, k, h, τ). La fonction de fluage D(t) et le module complexe E* (ω) du modèle d'Huet sont donnés par (Eqs.1.41 et 1.42) :

$$D(t) = \frac{1}{E_0}\left(1 + \delta\frac{\left(t/\tau\right)^k}{\Gamma(k+1)} + \frac{\left(t/\tau\right)^h}{\Gamma(h+1)}\right) \tag{1.41}$$

$$E^*(\omega) = \frac{E_0}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-k}} \tag{1.42}$$

Où k et h sont les paramètres des éléments paraboliques du modèle, avec $0 < k < h < 1$ pour les matériaux bitumineux, δ est une constante sans dimension, E_0 est le module instantané du modèle obtenu lorsque ωτ tend vers l'infini (pour les fréquences élevées et/ou les basses températures).

Aucune expression analytique n'est disponible pour la fonction de relaxation.

Le modèle d'Huet ne décrit pas bien le comportement viscoélastique linéaire des enrobés à basse fréquence / hautes températures. Dans cette région du spectre ($\omega\tau \rightarrow \infty$), l'expression du module complexe du modèle Huet tend vers zéro, or, en raison de la présence d'un squelette granulaire, le module complexe des enrobés tend vers une asymptote (E_{00}) (Figure 1.41).

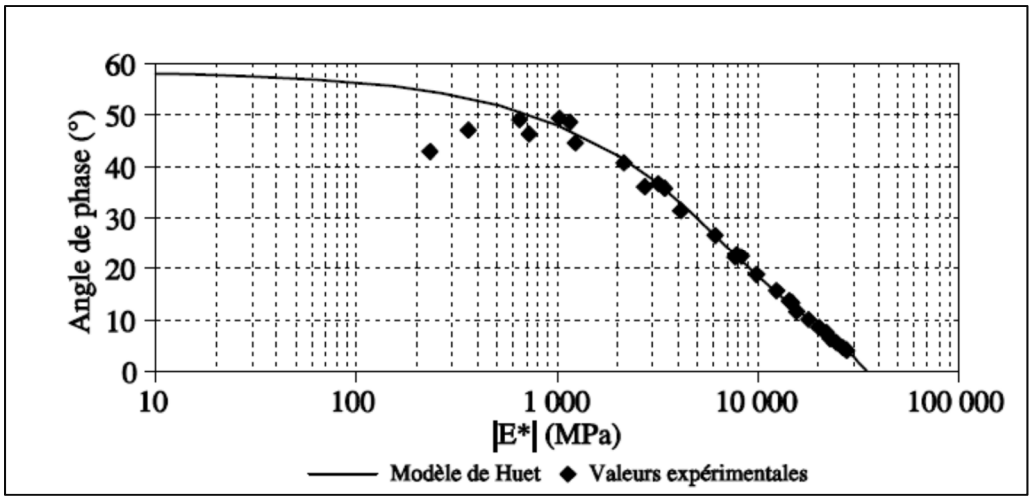


Figure 1-32 Modélisation du module complexe selon le modèle de Huet (Di Benedetto and Corté 2004)

1.5.5 Le modèle d'Huet – Sayegh

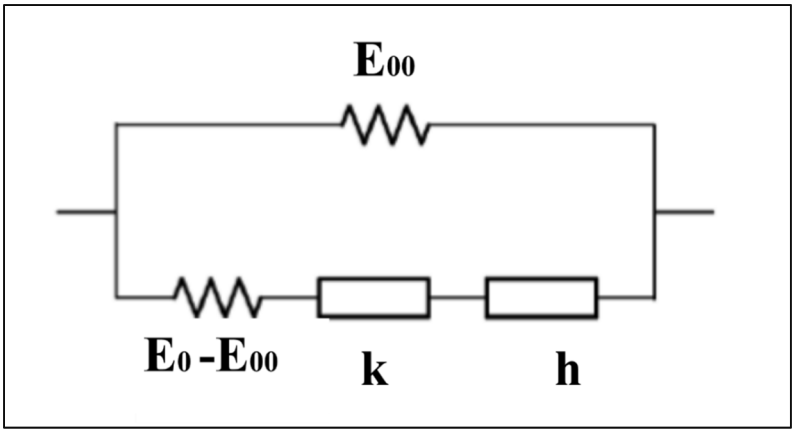


Figure 1-33 Schématisation du modèle Huet-Sayegh

Introduit pour pallier les problèmes du modèle d'Huet aux hautes températures pour les enrobés bitumineux, le modèle d'Huet-Sayegh est une généralisation du modèle d'Huet. Un second ressort de module E_{00} (avec $E_0 >> E_{00}$) est associé en parallèle avec le modèle d'Huet (Figure 1-33). L'expression du module complexe de ce modèle est donnée par (Eq.1-41) :

$$E^*(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-k}} \quad (1\text{-}41)$$

E_{00} est le module statique du modèle obtenu lorsque $\omega\tau$ tend vers zéro.

Le modèle d'Huet-Sayegh traduit correctement le comportement linéaire des enrobés bitumineux dans le domaine des petites déformations, quel que soit l'intervalle de fréquence et de température considéré. Cependant, ce modèle ne peut pas décrire correctement le comportement des bitumes à hautes températures et basses fréquences. En effet, dans ce domaine, la réponse mécanique du bitume est purement visqueuse (newtonienne), donc similaire à celle d'un amortisseur linéaire, alors que le modèle d'Huet-Sayegh est caractérisé par une fonction de fluage parabolique.

Il n'est pas possible d'utiliser le modèle d'Huet dans le domaine temporel, aucune expression analytique n'existe. Pour une modélisation dans le domaine temporel, il est proposé de prendre $E_{00} = 0$ (modèle d'Huet) à condition de ne pas se placer dans le domaine des faibles modules (basses fréquences/ hautes températures).

1.5.6 Le modèle 2S2P1D

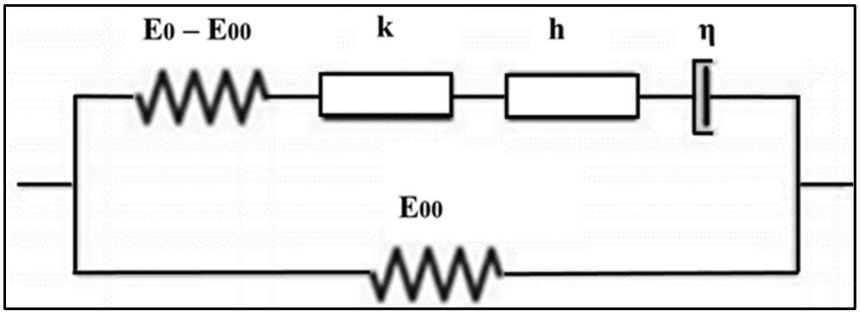


Figure 1-34 Schématisation du modèle 2S2P1D

Le modèle 2S2P1D est constitué de deux éléments paraboliques associés en série avec un modèle de Maxwell, le tout lié en parallèle avec un ressort de faible module E_{00} (Figure 1-34) (Olard *and* Di Benedetto 2003). Il est proposé comme solution face au problème à hautes températures présentées par le modèle d'Huet-Sayegh pour les bitumes.

2S2P1D est un modèle rhéologique à spectre continu. Il est largement utilisé dans la littérature pour sa capacité à décrire le comportement viscoélastique linéaire des matériaux bitumineux avec une très grande précision (Figure 1-35) (Yusoff *and* Airey 2010, Yusoff, Mounier *et al*. 2013, Nguyen, Di Benedetto *et al*. 2013a, Aidara, Ba *et al*. 2015, Mangiafico, Sauzéat *et al*. 2019, Tai Nguyen, Nguyen *et al*. 2020). Ce modèle est en fonction de sept paramètres (E_0, E_{00}, k, h, δ, β et τ) selon l'expression (Eq.1.43) (Figure 1-35).

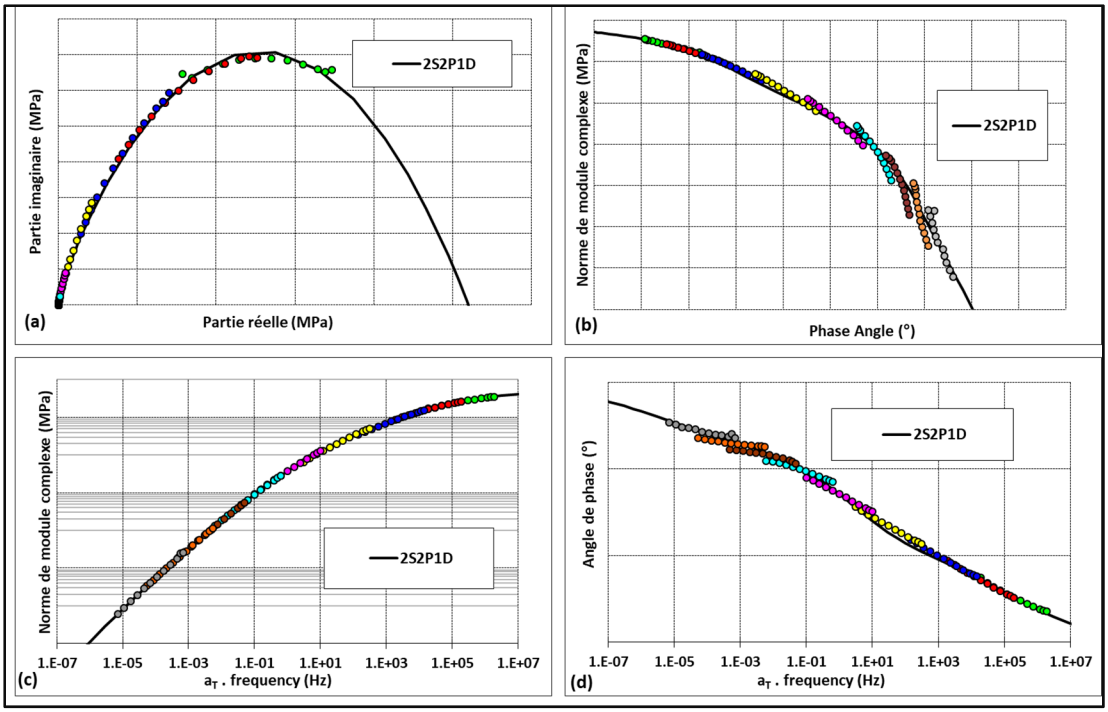


Figure 1-35 Modélisation 2S2P1D a) plan Cole-Cole b) espace de Black
c) courbe maitresse de la norme de module complexe
d) courbe maitresse de l'angle de phase

$$E^*(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \tag{1.43}$$

Où k, h exposants sans dimension tels que $0 < k < h < 1$, δ est une constante sans dimension, E_0 est le module instantané du modèle obtenu lorsque $\omega\tau$ tend vers l'infini (pour les fréquences élevées et/ou les basses températures), E_{00} est le module obtenu lorsque $\omega\tau$ tend vers zéro (pour les fréquences faibles et/ou les hautes températures), η est la viscosité newtonienne, $\eta = (E_0 - E_{00})\beta\tau$, β est une constante sans dimension, τ est le temps caractéristique (dépendant de la température).

τ est le seul paramètre dépendant de la température (tout comme pour les modèles Huet et Huet-Sayegh) et qui suit le PSTT, donc les paramètres C1 et C2 de la loi WLF peuvent être utilisés pour modéliser la susceptibilité à la température du matériau. Notamment, l'évolution

de τ avec la température est décrite par (Eq.1.44) (Nguyen, Di Benedetto *et al*. 2013b, Mangiafico, Sauzéat *et al*. 2019):

$$\log a_T = \frac{-C_1(T - T_{ref})}{C_2(T - T_{ref})} = \log \frac{\tau}{\tau_0} \tag{1.44}$$

Où τ_0 est le temps caractéristique à la température de référence.

Plusieurs études démontrent que les paramètres de forme (k, h, δ et β) dépendent uniquement du bitume utilisé. Pour différents enrobés bitumineux fabriqués à la base d'un même bitume, les paramètres de forme restent inchangés et sont identiques aux paramètres de forme du bitume. Pour deux bitumes de même origine mais vieillis différemment, les paramètres de formes restent aussi inchangés. Seule une translation de la courbe maitresse, caractérisée par une évolution du paramètre τ_0 (le temps caractéristique à la température de référence) est observée.

Dans sa version 3D, deux autres paramètres sont introduits (Eq.1.45). Il s'agit de ν_{00} et ν_0 correspondant respectivement à la valeur du coefficient de Poisson quand ωτ tend vers zéro et quand ωτ tend vers l'infini.

$$\nu^* = \nu_{00} + (\nu_0 - \nu_{00}) \frac{E^*(\omega) - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \tag{1.45}$$

Comme le modèle d'Huet-Sayegh, le 2S2P1D ne possède pas d'expression analytique dans le domaine temporel.

1.5.7 Les modèles à spectres discrets

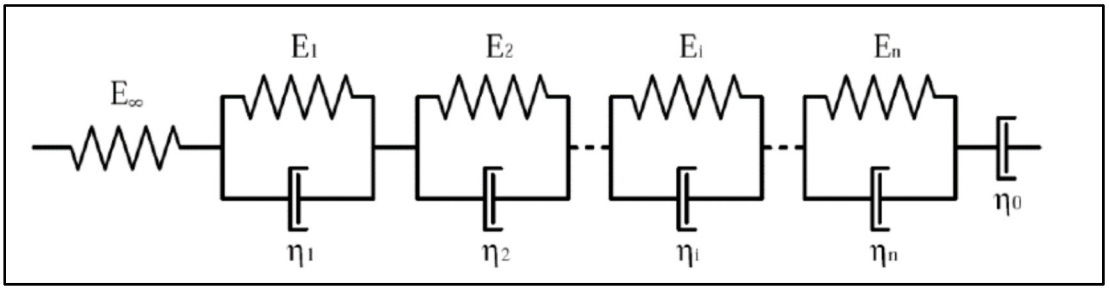


Figure 1-36 Schématisation du modèle de Kelvin-Voigt généralisé

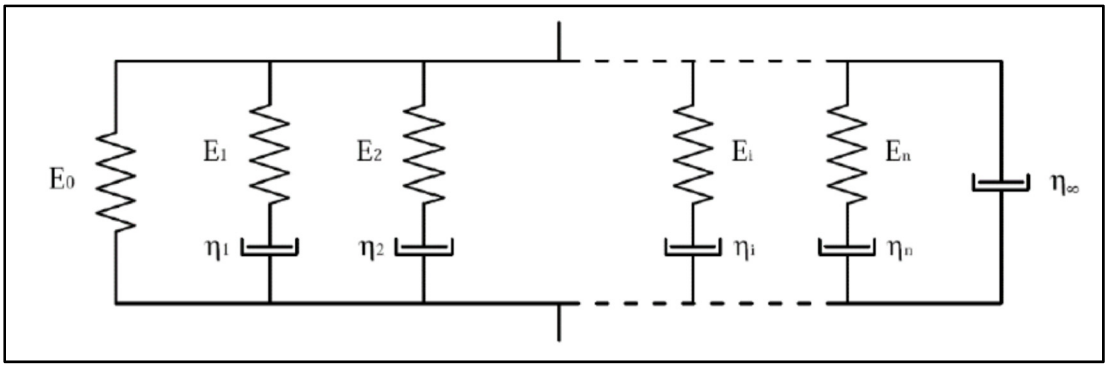


Figure 1-37 Schématisation du modèle de Maxwell généralisé

Les modèles à spectres discrets sont constitués d'un nombre « n » fini de modèles de Kelvin-Voigt (modèle de Kelvin-Voigt généralisé « GKV ») placés en série (Figure 1-36) ou de modèles de Maxwell (modèle de Maxwell généralisé « MG ») placés en parallèle (Figure 1-37). Ces modèles généralisés permettent de décrire tout type de comportement viscoélastique linéaire lorsque n tend vers l'infini. Pour bien modéliser le comportement viscoélastique linéaire des matériaux bitumineux, (Tiouajni, Di Benedetto *et al*. 2011), proposent d'utiliser au minimum 15 (n=15) branches de modèle de Kelvin-Voigt ou de Maxwell.

La fonction de fluage (D(t)) et la fonction du module complexe E*(ω) du modèle GKV sont données par (Eqs. 1.46 et 1.47) :

$$D(t) = \frac{1}{E_{00}} + \sum_{i=1}^{n-1} \frac{1}{E_i}\left(1 - e^{\frac{t}{\tau_i}}\right) \tag{1.46}$$

$$E^*(\omega) = \left(\frac{1}{E_{00}} + \frac{1}{i\omega\eta_0} + \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{E_i + i\omega\eta_i}\right)^{-1} \tag{1.47}$$

La fonction de relaxation (R(t)) et la fonction du module complexe E*(ω) du modèle MG sont données par (Eqs. 1.48 et 1.491.48) :

$$R(t) = E_0 + \eta_\infty \delta(t) + \sum_{i=0}^{n} E_i e^{t/\tau_i} \tag{1.48}$$

$$E^*(\omega) = E_0 + i\omega\eta_\infty + \sum_{i=0}^{n} E_i \frac{i\omega\tau_i}{1 + i\omega\tau_i} \tag{1.49}$$

Où :

E_0 est le module instantané (quand ωτ tends vers l'infini). E_i, η_i et τ_i sont respectivement le module élastique, la viscosité et le temps de relaxation ($\tau_i = \eta_i / E_i$) de chaque branche i de GKV ou de MG.

1.6 Caractéristiques des matériaux bitumineux contenant des matériaux recyclés

De nombreux travaux existent dans la littérature sur l'incorporation des RAP ou/et des RAS dans les enrobés recyclés. Certains travaux sont faits à l'échelle des liants bitumineux (principalement avec les RAP et peu avec les RAS dont il est particulièrement difficile d'extraire le bitume très vieilli). On peut alors référencer deux grands questionnements scientifiques qui ont été abordés par les chercheurs lors de travaux sur les matériaux bitumineux avec recyclés (Johnson, Johnson *et al*. 2010, Mogawer, Austerman *et al*. 2011, Swiertz and Bahia 2011, Zhou, Li *et al*. 2012, Baaj, Ech *et al*. 2013, Mangiafico, Di Benedetto

et al. 2014, Morari 2014, Falchetto, Moon *et al*. 2016, Ghabchi, Barman *et al*. 2016, Ghabchi, Singh *et al*. 2016, Stroup-Gardiner 2016).

1.6.1 Le degré de mobilisation

Tel qu'abordé précédemment, les liants bitumineux constituant les RAP ou les RAS sont des bitumes plus ou moins vieillis (et donc durs), que le formulateur va chercher à réutiliser dans son enrobé recyclé ; il convient alors de définir le degré de mobilisation de ce liant vieilli vis-à-vis du liant neuf d'ajout. Plusieurs termes sont utilisés dans la littérature pour cette notion et certains parlent de bitume actif, de bitume re-activé ou encore de bitume transféré (Orešković, Pires *et al*. 2020). Dans cette thèse, on définit le bitume mobilisé comme le bitume inclus dans les matériaux bitumineux recyclés (RAP et RAS) et qui peut s'interagir avec le liant neuf. Le degré de mobilisation représente le rapport entre le bitume mobilisé des matériaux recyclés et le bitume total mobilisé présent dans l'enrobé (bitume d'ajout neuf et bitumes mobilisables des matériaux recyclés) (Zhao 2014, Stimilli, Virgili *et al*. 2015, Sreeram, Leng *et al*. 2018). Selon des études (Navaro, Bruneau *et al*. 2010, Hettiarachchi, Hou *et al*. 2020), le degré de mobilisation dépend fortement des conditions de fabrication d'enrobé à savoir la température et le temps de malaxage et du taux de matériaux recyclés incorporés. Selon la norme LC 4202 du MTQ le degré de mobilisation est fixé à 100% pour les RAP et 25% pour les RAS. Ces pourcentages ont été fixés en se basant sur des planches d'essai par comparaison des performances aux températures de mise en œuvre et aux températures de service des enrobés avec matériaux recyclés et sans.

Plusieurs chercheurs se sont intéressés à la détermination de ce paramètre. Différentes approches existent dans la littérature s'appuyant sur des différences de caractérisations entre bitume neuf et vieilli; elles sont regroupées en quatre macro-domaines liés à leur approche (Orešković, Pires *et al*. 2020). L'approche chimique couvre les techniques de spectroscopie infrarouge et de chromatographie (Zhao, Huang *et al*. 2015, Hettiarachchi, Hou *et al*. 2020) ; l'approche de visualisation couvre la microscopie et la tomodensitométrie (Poulikakos and Partl 2010, Rinaldini, Schuetz *et al*. 2014, Ding, Huang *et al*. 2017, Ding, Huang *et al*. 2018)

; l'approche de critère de performance comprend le malaxage mécanique à sec, les performances mécaniques sur liant et les performances mécaniques sur enrobé (Malo 2013, Saliani, Carter *et al*. 2016) et enfin, l'approche mécanistique comprend des techniques de simulation numérique et des techniques de modélisation (Bonaquist 2005, Booshehrian, Mogawer *et al*. 2013, Mogawer, Booshehrian *et al*. 2013, Zhang, Wen *et al*. 2015).

La chromatographie par perméation sur gel (GPC) est une technique utilisée pour séparer les molécules d'une solution en différentes tailles. Typiquement, le poids moléculaire relatif et la distribution des poids moléculaires sont déterminés à l'issue de cette technique. En raison de la plus grande quantité de grosses molécules présentes dans le bitume recyclé vieilli, cette technique représente un outil permettant de distinguer le bitume recyclé du bitume neuf (VB). Ceci est fréquemment réalisé en utilisant un paramètre nommé (*Large Molecular Size Percentage* « LMSP »). Il représente l'aire des cinq premières tranches par rapport à l'aire des 13 autres tranches sous le chromatogramme dérivé du GPC. Ce paramètre a été corrélé avec la viscosité absolue du bitume et le module complexe G*, montrant son potentiel d'utilisation pour étudier le degré de mobilisation des matériaux recyclés (Kim, Kim *et al*. 2006, Zhao, Bowers *et al.* 2014).

Zhao et all (Zhao, Huang *et al*. 2015) ont étudié le degré de mobilisation des RAP et RAS en utilisant cette technique. Dans leur étude, des enrobés bitumineux étaient fabriqués avec une teneur en matériaux bitumineux allant jusqu'à 80% pour l'utilisation des RAP et jusqu'à 10% pour l'utilisation des RAS. Ensuite, les granulats vierges d'apport étaient isolés du mélange grâce à leur forme spécifique (utilisation de granulats vierges roulés). Puis, le liant enrobant les granulats vierges était récupéré par des solvants et analysé par GPC. En se basant sur des corrélations entre les LMSP calculés, d'une part à partir des bitumes récupérés et d'autre part à partir de mélanges de bitumes fabriqués en laboratoire, l'auteur arrive à déterminer la proportion du bitume recyclé par rapport au bitume vierge. Les résultats montrent une diminution du degré de mobilisation avec l'augmentation du pourcentage de matériaux bitumineux recyclés dans le mélange. Le taux de mobilisation est proche de 100% pour les mélanges contenant jusqu'à 20% de RAP et diminue jusqu'à 24% avec une teneur en RAP de

80%. Pour l'utilisation du RAS, le taux de mobilisation augmente puis diminue en fonction de la teneur en RAS, avec un optimum de mobilisation d'environ 61% remarqué pour une teneur en RAS de 5%. Cependant, l'extraction du liant enrobant les granulats vierges nécessite un passage par des solvants chimiques, qui, selon plusieurs études (Wakefield, Anderson *et al*. 2018, AbuHassan, Alin *et al*. 2019), peut conduire à un durcissement du liant. Cela présente une limitation pour cette méthode et peut influencer l'analyse.

Les techniques de visualisation, proposées également pour juger du degré de mobilisation, se basent sur l'utilisation de la microscopie telle que, la microscopie optique, électronique à balayage, à fluorescence. Généralement, ces méthodes ne sont pas basées sur les propriétés physiques, mécaniques ou chimiques du matériau, mais elles sont utilisées comme méthodes auxiliaires principalement pour décrire le degré d'homogénéité, c'est-à-dire, étudier l'uniformité des enrobés avec matériaux recyclés à l'aide d'observations réalisées à différentes échelles plutôt que quantifier le ratio de bitume recyclé présent dans le mélange (Mohajeri, Molenaar *et al*. 2014, Rinaldini, Schuetz *et al*. 2014, Xu, Hao *et al*. 2018).

Le malaxage mécanique à sec consiste à mélanger la fraction granulaire fine du matériau bitumineux recyclé avec de gros granulats vierges ou l'inverse sans rajouter un bitume d'apport et dans des conditions de malaxages bien déterminées (température et temps de malaxage). Après le malaxage, les deux fractions sont séparées par tamisage. Le but est d'estimer la quantité de bitume mobilisé à partir des particules du matériau recyclé vers les particules vierges en utilisant uniquement l'action mécanique de malaxage. Huang *et al* (Huang, Li *et al*. 2005) ont utilisé cette technique avec une teneur en matériaux recyclés (RAP) variant de 10% à 30%, une température de malaxage de 190°C et un temps de malaxage de trois minutes. Les résultats montrent que le pourcentage de mobilisation n'est que de 11% quelle que soit la teneur en recyclés. D'autres recherches similaires indiquent toutes des pourcentages de mobilisation bas et souvent bien inférieur à 35% (Shirodkar, Mehta *et al*. 2011, Gottumukkala, Kusam *et al*. 2018). Cela s'explique par le fait que le rôle du bitume vierge (qui peut favoriser l'activation du liant sur RAP ou RAS) dans le processus de mobilisation est négligé. Cela constitue une limitation de cette technique.

L'approche par critère de performances consiste d'abord, à fabriquer plusieurs enrobés avec les mêmes granulats et la même teneur en matériaux bitumineux recyclés, mais avec des réductions en bitume vierge d'apport. Ensuite, les performances thermomécaniques et de mises en œuvres de chaque enrobé sont comparées avec les performances d'un enrobé équivalent de référence sans matériaux recyclés (même granulats et sans réduction en bitume d'apport). Le but est de déterminer la réduction maximale en bitume d'apport permettant de garder voire d'améliorer les performances. Malo (Malo 2013) a étudié le degré de mobilisation en utilisant cette technique. L'auteur a cherché à cerner les performances des enrobés incorporant des particules de RAS en matière d'aptitude au compactage, de résistance à l'orniérage, de résistance aux basses températures (TSRST) et de module complexe (E*). En se basant sur différents pourcentages de mobilisation théorique en bitume RAS, différents dosages en bitume d'apport ont été fixés. Il conclut qu'il est possible de se permettre jusqu'à 60% de mobilisation (pour une teneur en RAS de 3%) en considérant les performances de mise en œuvre (presse à cisaillement giratoire), de résistance à l'orniérage et de tenue à l'eau, mais pas plus de 20% de mobilisation en considérant les performances aux basses températures. Cette méthode conduit à avoir des degrés de mobilisation pour chaque caractéristique testée et ne permet pas d'avoir le taux de mobilisation réel.

L'approche mécanistique se base sur l'utilisation de modèles micromécaniques comme le modèle de Hirsh (Christensen Jr, Pellinen *et al*. 2003, Christensen *and* Bonaquist 2015) ou le modèle de Witczak (Witczak *and* Fonseca 1996, Bari 2005). Initialement, le module complexe de l'enrobé contenant des matériaux bitumineux recyclé est déterminé expérimentalement. Ensuite, le liant est récupéré à partir du même mélange et son module complexe |G *| est mesuré. Puis, les caractéristiques rhéologiques du liant ainsi que les propriétés volumétriques du mélange sont injectées au modèle pour estimer le module complexe |E*| du mélange. Enfin, les valeurs sont comparées aux valeurs mesurées |E *|, où une corrélation élevée des données indique un degré d'homogénéité élevé.

1.6.2 Le comportement mécanique

L'influence de l'ajout des RAP et RAS sur le comportement mécanique des enrobés bitumineux a été étudiée également par plusieurs chercheurs (Foxlow, Sias Daniel *et al*. 2011, Malo 2013, Mogawer, Booshehrian *et al*. 2013, Yang, Ddamba *et al*. 2014, Mangiafico, Sauzéat *et al*. 2016, Nazzal, Holcombe *et al*. 2018). De manière générale, l'ajout de ces matériaux conduit logiquement à une augmentation du module complexe, lié à une rigidification du bitume vierge causée par un mélange avec le bitume vieilli présent dans les matériaux recyclés utilisés. Selon ces mêmes études, l'augmentation n'est pas très importante pour des pourcentages inférieurs à 20% en masse. D'autres études démontrent que l'ajout des RAP et RAS a une influence significative sur le fluage. Une amélioration de la résistance à l'orniérage et une perte de la résistance à la fissuration thermique sont observées respectivement à hautes et à basses températures. Cela signifie que le matériau devient plus dur et perd de sa capacité à soulager les contraintes (Ghabchi, Singh *et al*. 2015, Ghabchi, Singh *et al*. 2016, Zhang, Simate *et al*. 2017, Sreedhar *and* Coleri 2018).

À l'échelle du liant, l'ajout de bitume provenant des matériaux recyclés a une influence significative sur les caractéristiques conventionnelles, rhéologiques et physico-chimiques. Plusieurs études montrent que l'ajout du bitume de RAP conduit à un durcissement du bitume vierge, ce qui se traduit par une diminution de la pénétrabilité et une augmentation de la température de ramollissement bille et anneau, une augmentation du module complexe souvent plus marquée pour les hautes températures, et une augmentation de l'indice de vieillissement (mesuré par l'indice carbonyle C=O) (Swiertz, Mahmoud *et al*. 2011, Swiertz *and* Bahia 2011, You, Mills-Beale *et al*. 2011, Dony, Colin *et al*. 2013, Zhou, Li *et al*. 2013).

L'évolution des paramètres conventionnels est proportionnelle avec la quantité de bitume recyclé ajouté. Les tendances observées sont linéaires dans une échelle logarithmique et linéaire classique respectivement pour la pénétrabilité et la température de ramollissement bille et anneau. Shell propose deux équations (lois de mélange Eqs 1.50 et 1.51.) pour la prédiction des caractéristiques conventionnelles (pénétration (P) et température de ramollissement bille

anneau T) pour le mélange de deux bitumes neufs issus du même pétrole brut, mais de grades différents :

$$\text{Log}(P) = a \times \text{Log}(P1) + b \times \text{Log}(P2) \quad (1.50)$$

$$T = a \times T1 + b \times T2 \quad (1.51)$$

Où a et b sont respectivement les proportions massiques des bitumes de base 1 et 2.

La norme Européenne NF-EN 13108-1 propose la même loi log-log (Eq.1.50) pour prédire la pénétrabilité d'un mélange entre un bitume vierge neuf (A) et un bitume de RAP (B).

Une loi similaire à la deuxième proposée par Shell (Eq.1.51) est proposée par NCHRP dans son rapport 452 pour la prédiction du PG d'un mélange entre bitume vierge et bitume de RAP. À titre d'exemple, Im et Zhou (Im *and* Zhou 2014) ont étudié la variation de la température du PG H-L avec l'ajout du bitume RAP et RAS. Différents pourcentages de bitume vierge, bitume RAP et bitume RAS ont été mélangés puis les températures H et L du PG ont été évaluées. Les résultats montrent une augmentation linéaire des températures de caractérisation.

Des travaux ont été menés également en matière de modèles rhéologiques de comportement mécanique. Ainsi Mangiafico et al (Mangiafico, Di Benedetto *et al*. 2014) ont étudié, par des démarches expérimentales et de modélisations, la variation des paramètres du modèle 2S2P1D avec l'ajout de bitume RAP. Deux lois de mélange proportionnelles à la quantité de bitume recyclé sont proposées à l'issue de cette étude. Une, linéaire classique pour décrire l'évolution des paramètres de forme et les modules asymptotiques (k, h, δ, β, G_{00} et G_0) (Eq.1.52) et l'autre logarithmique pour le paramètre τ_0 (Eq.1.53).

$$A_{x\%} = A_{0\%} + x\,[A_{RAP} - A_{0\%}] \quad (1.52)$$

$$\text{Log}(B_{x\%}) = \text{Log}(B_{0\%}) + x\,[\text{Log}(B_{RAP}) - \text{Log}(B_{0\%})] \quad (1.53)$$

A et B sont des termes génériques représentant les différents paramètres 2S2P1D suivant les tendances linéaires (G0, k, h, δ, β) et logarithmiques (τ). x est la proposition massique de bitume RAP dans le mélange.

1.7 Conclusion

Cette étude bibliographique présente principalement le cadre général de la thèse, les différents matériaux utilisés et leurs comportements dans des enrobés bitumineux ainsi que les outils d'analyses pour les caractériser. Certains chapitres complètent par la suite certains aspects bibliographiques spécifiques.

À travers les travaux identifiés dans la littérature, il ressort que les matériaux bitumineux présentent un comportement thermomécanique complexe à différentes échelles. L'ajout de matériaux bitumineux recyclés à une influence significative sur les caractéristiques finales de l'enrobé. En matière de formulation d'enrobé avec matériaux recyclés, la maitrise du degré de mobilisation et des interactions entre le bitume neuf et le(s) bitume(s) recyclé(s) présente un enjeu majeur. Pour le technicien, sa connaissance permet de bien ajuster la formulation. En général, deux lois sont utilisées pour étudier le mélange entre le bitume neuf et le bitume recyclé. Ces lois sont souvent utilisées pour prédire les paramètres de caractérisation et de modélisation. Il est donc intéressant d'étudier leur validité pour prédire d'autres caractéristiques comme le module complexe ou encore les caractéristiques physicochimiques spécialement dans le cas d'une interaction entre trois bitumes. En ce qui concerne l'étude du degré de mobilisation, les approches identifiées dans la littérature présentent des faiblesses et nécessitent parfois l'utilisation d'outils très spécifiques qui ne sont pas très répondus dans les laboratoires de matériaux bitumineux, par conséquent, il est intéressant de proposer une méthode d'analyse simple et efficace avec des outils relativement classiques permettant d'étudier le degré de mobilisation.

Les enrobés contenants des matériaux bitumineux recyclés présentent des faiblesses aux basses températures, la recherche bibliographique a permis d'identifier quelques verrous technologiques concernant les outils et les méthodes de caractérisation.

À l'échelle des températures de mises en œuvre, il est très intéressant d'étudier l'impact de l'ajout des matériaux bitumineux recyclés sur la compactibilité.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE DE TRAVAIL

2.1 Démarche générale de thèse

L'objectif principal de ce travail de recherche est de comprendre les effets de l'ajout d'un combiné de matériaux bitumineux recyclé (RAP + RAS) sur le comportement thermomécanique des enrobés et notamment de comprendre le rôle des liants RAP et RAS : leur degré de mobilisation, comment ils se mélangent avec le bitume neuf et l'incidence sur les propriétés finales de l'enrobé. La recherche bibliographique a permis d'identifier des objectifs spécifiques de la recherche, notamment les problématiques liées aux problématiques aux degrés de mobilisation, au mélange entre les bitumes, à la caractérisation des enrobés à basse température et à l'effet de l'ajout des matériaux recyclés sur les caractéristiques de mise en œuvre.

Afin de bien appréhender les effets des matériaux recyclés, le travail de thèse a été organisé sur deux échelles principales (Figure 2-1) : l'échelle liant (bitume et mastic) et l'échelle l'enrobé. Cela permet, en utilisant des modèles de passage multi-échelle, d'expliquer, de décrire et de lier les différents phénomènes observés à l'échelle du matériau final (enrobé) par les observations réaliser à l'échelle la plus basse (le bitume) en passant par une échelle intermédiaire (mastic).

L'échelle enrobé est une première phase préalable, car, la formulation est une étape indispensable pour caler et valider les différentes proportions de matériaux selon un référentiel. De plus, le travail à cette échelle va nous aider à comparer le comportement thermomécanique des enrobés avec et sans matériaux recyclés. Ce comportement thermomécanique expérimental va nous servir de référence par rapport aux différentes modélisations et passages multi-échelle qu'on propose.

L'échelle liant bitumineux consiste à étudier la variation des caractéristiques conventionnelles, physico-chimiques et rhéologiques avec la variation de la nature (neuf, issue de RAP ou issue de RAS) et du taux de bitume recyclé, permettant de décrire le mélange entre les bitumes. De plus, et à l'aide de la transformation homothétique (SHStS) (*cf.* 1.4.1.7), permettra de comparer le comportement mécanique prédit avec le comportement mécanique réel à l'échelle enrobé afin d'étudier la remobilisation des bitumes recyclés.

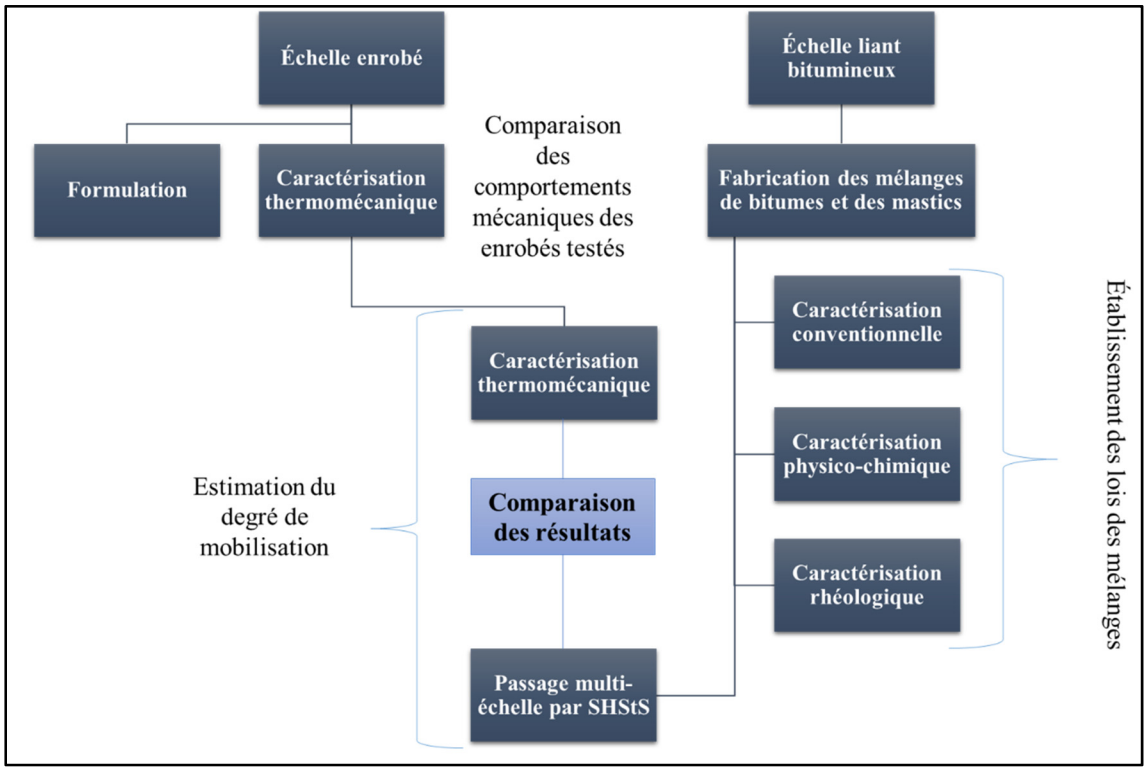


Figure 2-1 Schéma récapitulatif de la méthodologie de travail

2.1.1 Échelle enrobé

L'étude à l'échelle de l'enrobé (Figure 2-2) est expliquée dans les détails ci-dessous (*cf.* 2.1.1.1 et 2.1.1.2)

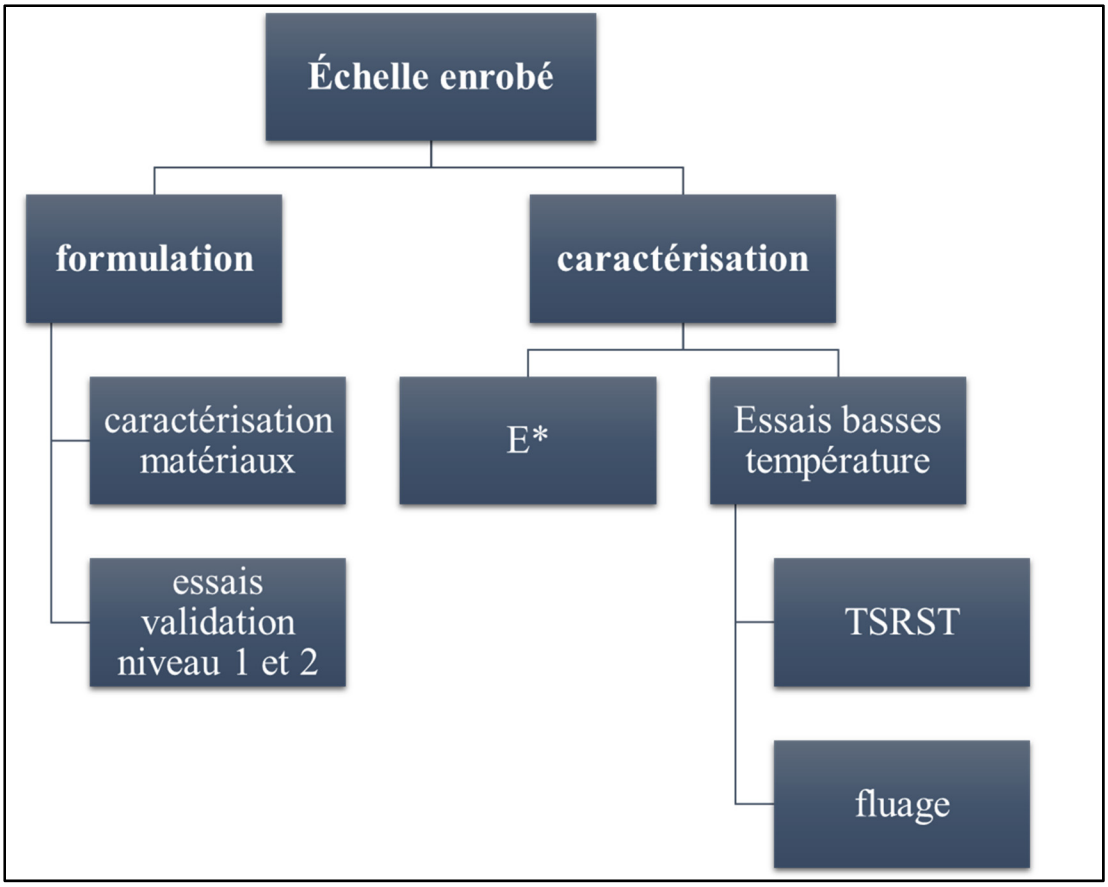


Figure 2-2 Schéma récapitulatif de la méthodologie de travail à l'échelle enrobé

2.1.1.1 Étude de formulation

Cette étape consiste à formuler des enrobés avec matériaux bitumineux recyclés selon la méthode de formulation LC (*cf.* 1.1.6) (LANGLOIS 1999). Les différentes formulations doivent répondre aux spécifications niveau 1 (caractéristique de mise en œuvre et tenue à l'eau) et niveau 2 (résistance à l'orniérage) telles qu'exigées par la norme LC 4202 du ministère de transport de Québec.

D'abord, une caractérisation des matériaux de base utilisés a été effectuée. Les granulats ont été caractérisés en termes de granulométrie, densités brute et apparente, et de pourcentage d'absorption en eau selon les méthodes d'essai LC 21-040, 060, 066 et 067. Le bitume utilisé a été caractérisé en termes de grade de performance, de densité et de viscosité selon les

méthodes d'essai AASHTO T 313, 315 316 et ASTM D70-9e1 (ANNEXE I). Les matériaux bitumineux recyclés ont été caractérisés en termes de teneur en liant, granulométrie avant et après four à ignition et densité maximale selon LC 21-040, LC 26-006 et 045. Ensuite, le calcul théorique des proportions de chaque constituant a été effectué. Le type d'enrobé sélectionné pour l'étude est l'enrobé semi-grenu 0/10 (ESG-10) pour couche de surface, le volume de bitume effectif (V_{be}) correspondant est fixé par la norme à 12,2 % (LANGLOIS 1999). Pour les formules avec matériaux bitumineux recyclés, les hypothèses proposées par le MTQ concernant le degré mobilisation des RAP et RAS ont été respectés. Comme précisé dans la norme, le degré de mobilisation pour les RAP a été considéré 100 % et pour le RAS 25 %. En plus de la formule de référence sans matériaux recyclés, huit formules sont proposées contenant différents pourcentages de RAP et /ou RAS. Le ratio massique de matériaux bitumineux recyclés par rapport à la masse totale de l'enrobé varie de 0 % à 40 %. Après fabrication, la densité maximale des enrobés a été déterminée selon la méthode d'essai LC 26-045. Enfin, les performances en termes d'aptitude au compactage (compactibilité), de tenue à l'eau et de résistance à l'orniérage ont été vérifiées (méthodes d'essais LC 26-003, LC 26-001 et LC 26-410) afin de valider les formules.

À cette échelle, il est très important de bien évaluer l'effet de l'ajout des matériaux bitumineux recyclés sur le comportement des enrobés aux températures de mises en œuvre et notamment sur leur compactibilité. Classiquement la compactibilité est évaluée par l'essai à la presse à cisaillement giratoire (PCG) et plusieurs méthodes d'analyses sont proposées dans la littérature. Une comparaison entre les différents outils d'analyse des résultats de la PCG est proposée dans les chapitres (*cf*. CHAPITRE 7 et CHAPITRE 8) afin d'étudier les plus pertinents d'entre eux pour étudier la compactibilité.

Figure 2-3 résume cette étape de formulation.

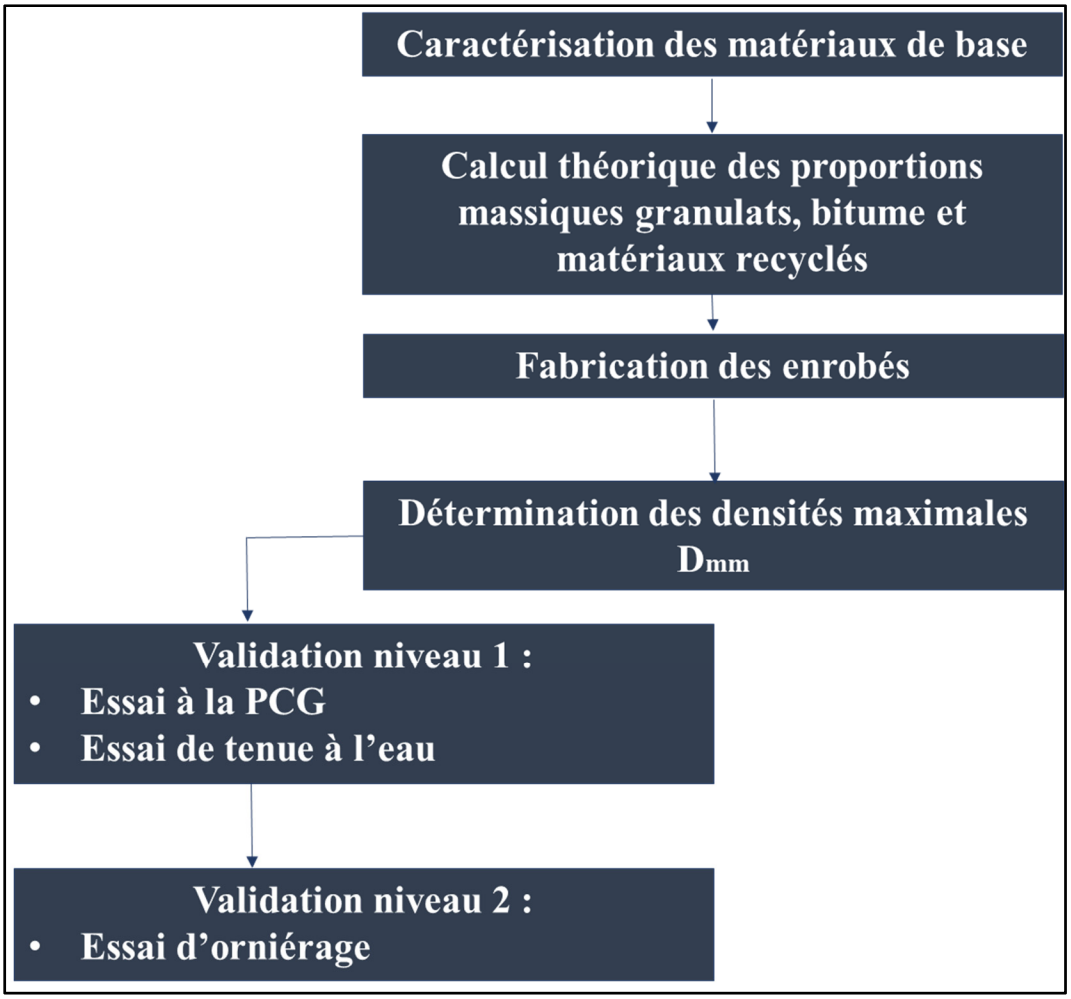


Figure 2-3 Schéma récapitulatif de la formulation et la validation des enrobés.

2.1.1.2 Caractérisation mécanique

Cette partie consiste à étudier l'influence de l'ajout des matériaux bitumineux recyclés sur le comportement thermomécanique des enrobés. Les performances mécaniques des huit enrobés avec matériaux bitumineux recyclés ont été comparées avec l'enrobé de référence. Les caractérisations sont menées aux températures de service et notamment un focus sur les basses températures, plus critiques pour les enrobés recyclés (Figure 2-4).

Comme précisé dans le chapitre précédent (*cf.*CHAPITRE 1), l'essai de retrait thermique empêché est utilisé classiquement pour cette caractérisation à basse température. Il permet de déterminer la température de rupture pour laquelle l'éprouvette cylindrique d'enrobé n'est plus capable de résister aux efforts de contraction thermique. Cet essai permet d'étudier l'évolution de cette température en fonction du taux de matériaux bitumineux recyclés. Cependant, les résultats de cet essai ne sont pas intégrables dans les logiciels de dimensionnement de chaussée mécanistique-empirique. L'alternative proposée par la norme AASHTO T 322 -07 (AASHTO 2007) est d'étudier le module de fluage. AASHTO propose de caractériser le module de fluage à basse température par une configuration d'essai en traction indirecte (mode brésilien) sur des éprouvettes cylindriques compactées par la presse à cisaillement giratoire. Par contre, ce mode de compactage n'est pas représentatif au mode de compactage sur chantier. De plus, la configuration d'essai permet de mesurer un module de fluage parallèle au sens de compactage alors que les fissurations thermiques observées sur la chaussée sont perpendiculaires au sens de compactage (*cf.* CHAPITRE 6). De ces faits, parallèlement à l'essai de fluage en traction indirecte, on propose de réaliser l'essai de fluage en traction directe et en compression directe sur des éprouvettes cylindriques compactées par le compacteur MLPC.

La théorie viscoélastique (transformé de Laplace-Carson) et l'utilisation des modèles rhéologique semblent être des bons outils permettant de prédire le comportement en fluage directement des essais de modules complexes (Olard, Di Benedetto *et al*. 2004, Tiouajni, Di Benedetto *et al*. 2011, Daoudi, Perraton *et al*. 2020). Une analyse dans ce sens est proposée dans le chapitre (*cf.* CHAPITRE 6).

Les essais de module complexe servent également à étudier les effets de la variation de la teneur en matériaux recyclés sur E* en matière d'effet mécanique, d'évolution des paramètres décrivant le principe d'équivalence temps température et en matière d'évolution des paramètres de modélisation. Le modèle 2S2P1D (*cf.* 1.5.6) est utilisé dans cette étude et la calibration de ces paramètres est faite selon la méthode proposée par (Nguyen, Di Benedetto *et al*. 2013a, Nguyen, Di Benedetto *et al*. 2013b).

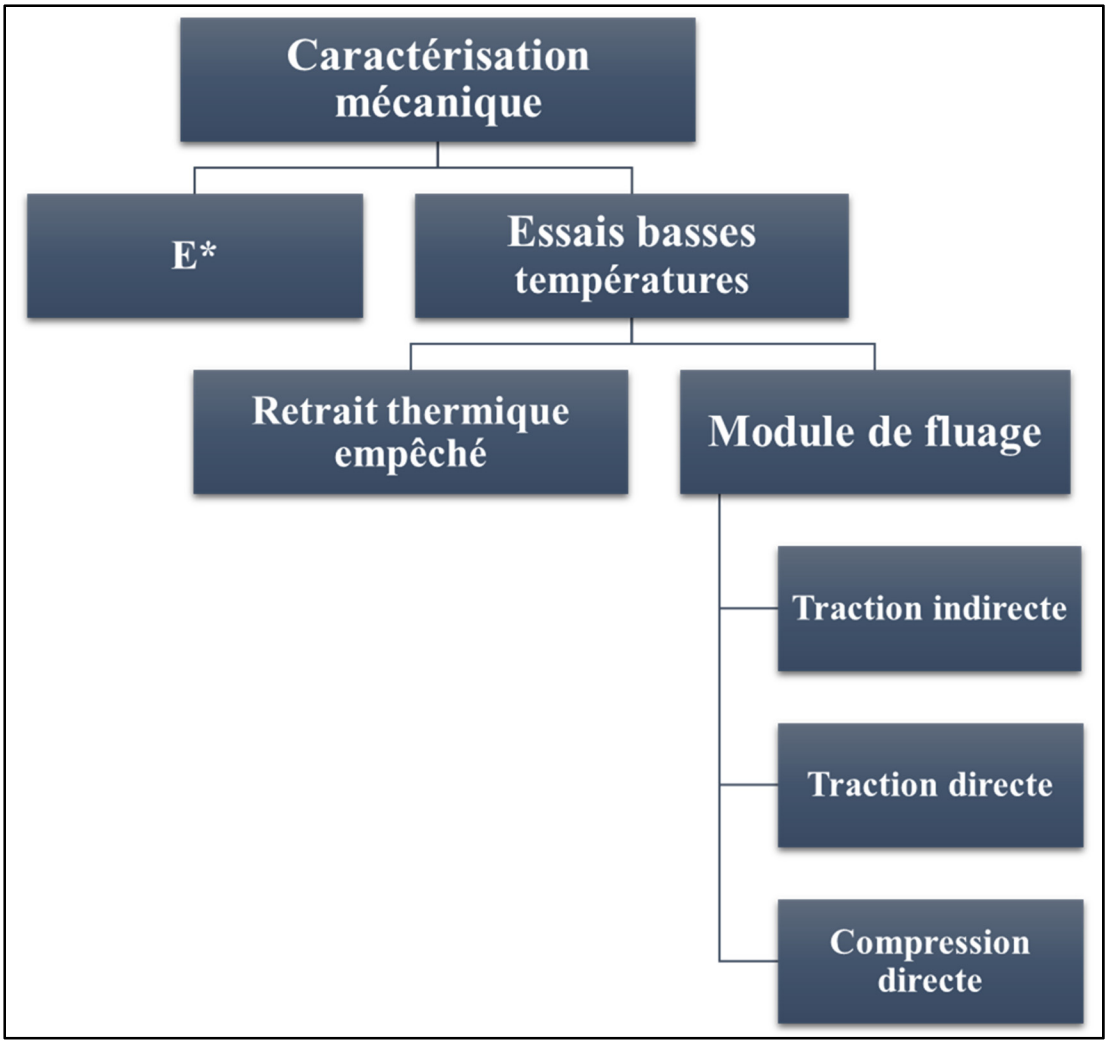


Figure 2-4 Schéma récapitulatif de la caractérisation mécanique des enrobés

2.1.2 Échelle liant bitumineux (bitume et mastic)

Cette partie du travail a pour but de déterminer le degré de bitume mobilisé provenant des matériaux recyclés et d'étudier le mélange entre le bitume d'apport et les bitumes recyclés (proposition de loi de mélange).

Après extraction (en utilisant un solvant chimique) et récupération des bitumes des matériaux bitumineux recyclés, différents mélanges entre le bitume neuf et les bitumes issus de RAP et RAS sont fabriqués avec un taux de bitume recyclé variant de 0 % à

40 % en masse. Ensuite, les mélanges et leurs bitumes de base (bitume d'apport, bitume RAP et bitume RAS) sont caractérisés en matière de propriétés conventionnelles, physicochimiques et rhéologiques. Les résultats des essais rhéologiques sont modélisés par le modèle 2S2P1D. Le but de ce travail associant l'expérimental et la modélisation est d'analyser l'évolution et les tendances des caractéristiques et paramètres étudiés en fonction de la variation du taux de matériaux recyclés afin d'évaluer leur influence (Figure 2-5).

Une approche rhéologique et multi-échelle est proposée afin d'étudier le degré de mobilisation. Elle consiste à appliquer la transformation SHStS sur les résultats des essais rhéologiques réalisés sur les différents mélanges de bitumes afin de prédire le comportement viscoélastique linéaire de leurs enrobés correspondants. Puis, les résultats de la prédiction sont comparés avec les résultats des essais de module complexe réalisés sur les enrobés fabriqués afin d'estimer le degré de mobilisation. Une étude similaire est réalisée au niveau du mastic afin de valider l'étude à l'échelle du bitume (Figure 2-5).

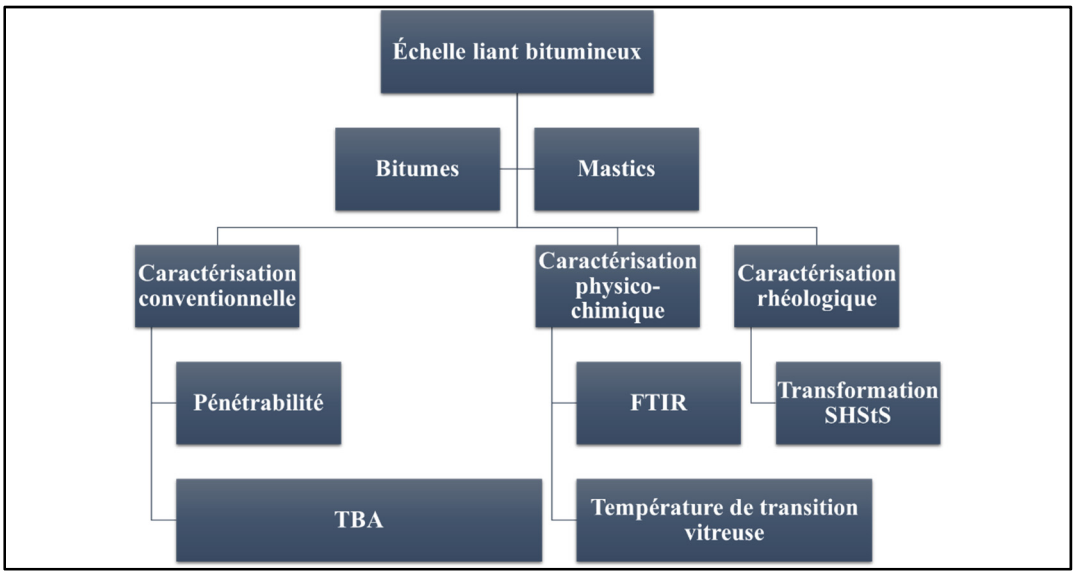


Figure 2-5 Plan d'essai à l'échelle du liant bitumineux

2.2 Essais de caractérisation et formulation des enrobés

2.2.1 Caractérisation des matériaux granulaires

Les granulats d'apport utilisés proviennent du Québec de la carrière Ray-Car. En plus du filler calcaire, trois classes granulaires ont été utilisées. Les granulats ont été caractérisés en termes de granulométrie selon la méthode d'essai LC 21-040, de densité brute et apparente et de pourcentage d'absorption selon les méthodes d'essai LC 21-065, 066 et 067. Les résultats sont présentés dans le tableau 2-1.

Tableau 2-1 Caractérisation des granulats vierges

Tamis (mm)	Pierre concassée (% Passant)	Sable concassé (% Passant)	Sable naturel (% Passant)	Filler (% Passant)
14	100	100	100	100
10	91	100	100	100
5	8,0	100	99	100
2,5	2,0	82	96	100
1,25	1,0	53	88	100
0,63	1,0	35	69	100
0,315	1,0	24	33	100
0,16	0,9	17	8,5	97
0,08	0,5	12	1,6	86
GM	10	2,5	5	0,16
GNM	10	5	2,5	0,16
Densité brute (d_{gb})	2,807	2,803	2,693	2,710
Densité apparente (d_{ga})	2,918	2,925	2,733	2,710
Pourcentage d'absorption en eau P_e (%)	1,35	1,60	0,54	0,00

GM : grosseur maximale. GNM : grosseur nominale maximale.

2.2.2 Caractérisation des matériaux bitumineux recyclés

Deux types de matériaux bitumineux recyclés provenant du Québec ont été utilisés durant le travail de thèse. Deux sources de RAP de granulométrie 0-10 et une source de RAS de granulométrie 0-2,5.

Les matériaux bitumineux recyclés ont été caractérisés en termes de granulométrie avant et après four à ignition (granulométrie noire avec liant bitumineux et blanche sans liant bitumineux respectivement). Leur teneur en liant a été caractérisée par l'essai au four à ignition. Il est à noter que la deuxième source de RAP a été vieillie artificiellement à l'étuve à une température de 85 °C et pour une durée de trois jours (en plateaux à l'état foisonné) ; le but de cette manœuvre est d'avoir deux sources de RAP les plus différentes que possible. Concernant le bitume des matériaux recyclés, seuls le bitume de la deuxième source de RAP et le bitume RAS ont été caractérisés. Les caractérisations des bitumes sont détaillées dans le chapitre (*cf.* 2.3).

Les analyses granulométriques sur RAP et RAS sont présentées sur la figure 2-6 et les résultats d'essai de perte de masse au four à ignition effectué selon la méthode d'essai LC 26-006 sont présentés dans les tableaux 2-2 et 2-3.

Tableau 2-2 Résultats des essais au four à ignition

	RAP 1		**RAP 2**		**RAS**	
	Ech 1	**Ech 2**	**Ech 1**	**Ech 2**	**Ech 1**	**Ech 2**
Masse plateau (g)	2837,0	2850,9	2851,1	2837,2	2837,1	2851,1
Masse plateau + échantillon (g)	3988,3	4011,7	4113,4	4360,7	3588,1	3504,7
Masse après four à ignition (g)	3928,3	3951,3	4045,2	4278,2	3416,5	3354,7
Perte (g)	60,0	60,4	68,2	82,5	171,6	150,0
Teneur en bitume	5,21 % ± 0,01		5,41 % ± 0,01		22,9 % ± 0,01	

Tableau 2-3 Analyse granulométrique des matériaux bitumineux recyclés

Tamis (mm)	Avant four à ignition			Après four à ignition		
	RAP 1 Passant (%)	**RAP 2 Passant (%)**	**RAS Passant (%)**	**RAP 1 Passant (%)**	**RAP 2 Passant (%)**	**RAS Passant (%)**
14	100	100	100	100	100	100
10	100	95 ± 1,3	100	100	98 ± 0,76	100
5	67 ± 0,4	64 ± 1,5	100	76 ± 0,5	74 ± 2,4	100
2,5	42 ± 0,2	40 ± 1,5	99 ± 0,1	57 ± 0,5	56 ± 3,0	100 ± 0,0
1,25	26 ± 0,2	23 ± 1	74 ± 0,4	43 ± 0,3	43 ± 2,6	81 ± 0,2
0,63	15 ± 0,3	13 ± 0,2	42 ± 0,3	33 ± 0,4	32 ± 1,6	51 ± 0,0
0,315	7 ± 0,4	6 ± 0,8	24 ± 0,2	20 ± 0,5	22 ± 0,8	41 ± 0,1
0,16	2.2 ± 0,4	2.9 ± 0,7	5.5 ± 0,1	10.4 ± 0,3	14.6 ± 0,3	32.7 ± 0,1
0,08	1.4 ± 0,1	1.3 ± 0,4	2.3 ± 0,1	5.5 ± 0,2	8.8 ± 0,1	25.0 ± 0,2
GM	10	14	5	10	14	5
GNM	10	10	2,5	10	10	2,5

GM : grosseur maximale. GNM : grosseur nominale maximale.

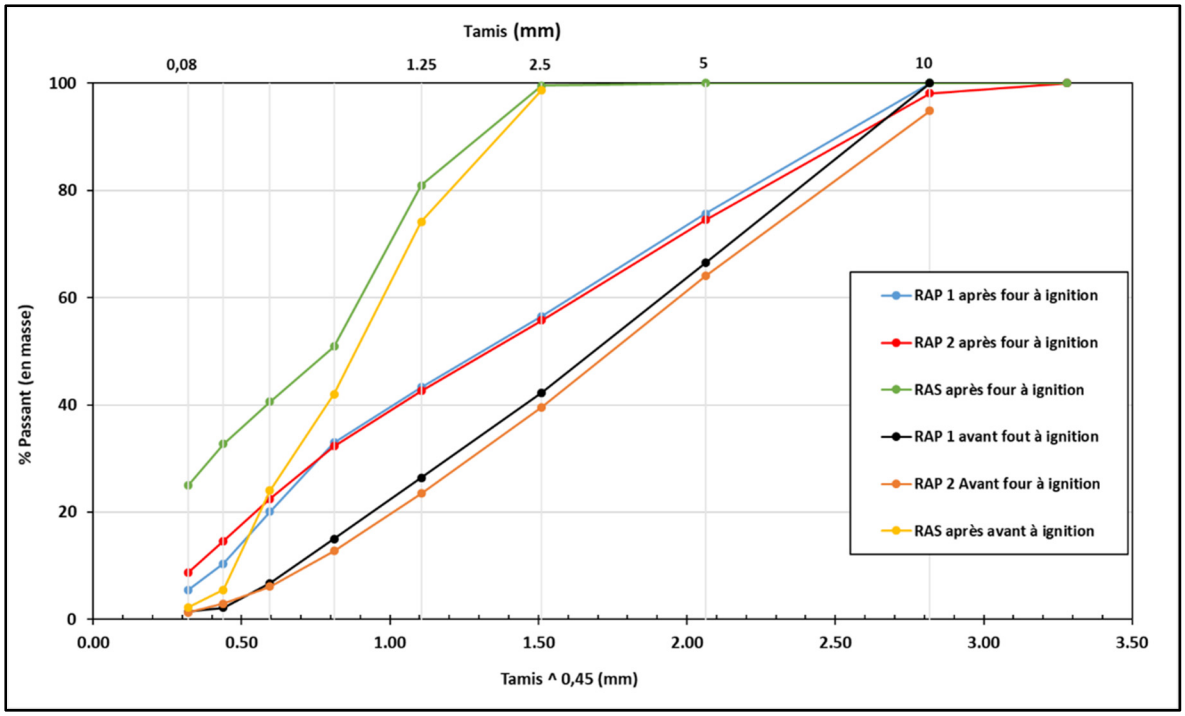


Figure 2-6 Analyse granulométrique des matériaux bitumineux recyclés

2.2.3 Formulation des enrobés

L'enrobé semi-grenu 0-10 pour couche de surface est choisi pour ce travail de thèse. La première étape de formulation était de vérifier si le combiné granulométrique répond aux exigences fixées par le MTQ. La figure 2-7 montre les résultats de la recomposition granulométrique des neuf formules réalisées.

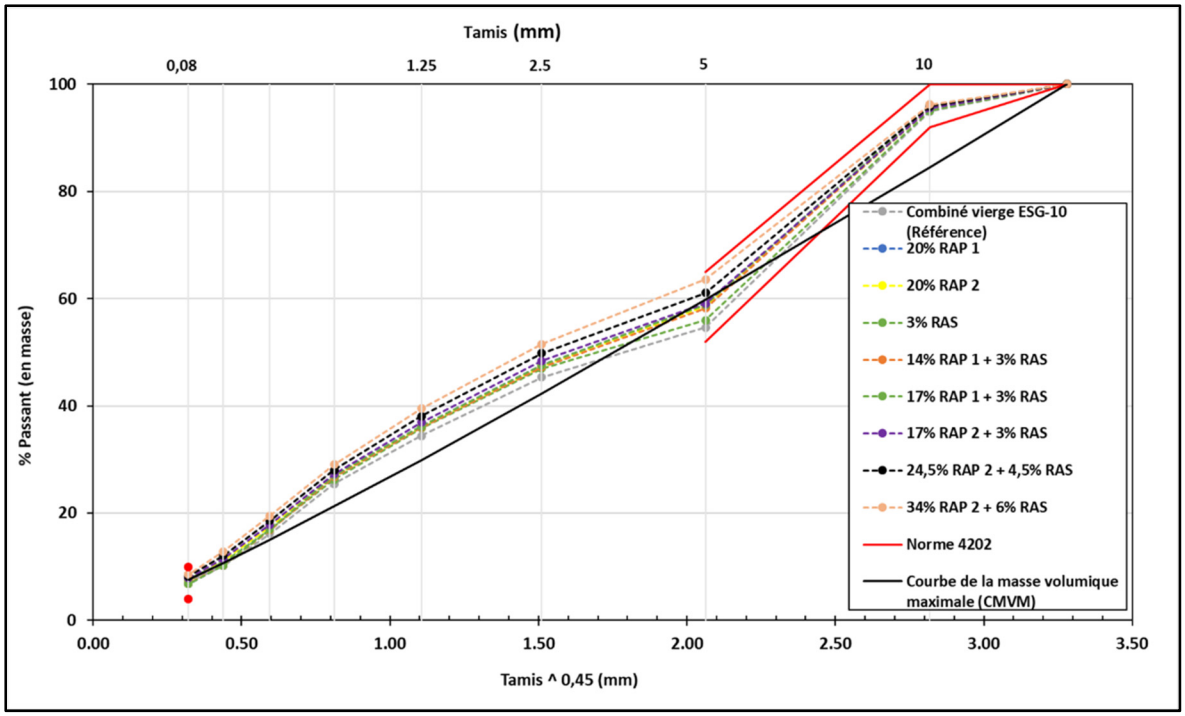


Figure 2-7 Courbes granulométriques des neuf formules recomposées

Pour les huit formules avec matériaux recyclés, la courbe granulométrique blanche des matériaux recyclés a été utilisée. Ensuite, la densité brute D_{gb}, le pourcentage d'absorption en eau P_e et le pourcentage d'absorption en bitume P_{be} (considéré selon la méthode de formulation LC égal à la moitié de l'absorption en eau) du combiné ont été calculés selon les équations (Eqs.2.1-2.3). Enfin, en tenant compte de l'absorption en bitume et de la densité de bitume et celle du combiné granulométrique, le volume de bitume effectif Vbe a été traduit en pourcentage massique de bitume d'apport (P_b) selon la formule (Eq.2.4). Les résultats sont présentés dans le tableau 2-4.

$$D_{gb} = \frac{P_1 + P_2 + \cdots + P_N}{{P_1}/{dgb_1} + {P_2}/{dgb_2} + \cdots + {P_N}/{dgb_N}} \tag{2.1}$$

$$P_e = \frac{P_1 \times P_{e1}}{100} + \frac{P_2 \times P_{e2}}{100} + \cdots + \frac{P_N \times P_{eN}}{100} \tag{2.2}$$

$$P_{ba=0.5\times P_e} \tag{2.3}$$

$$P_b = \left[\frac{V_{be}d_b + P_b D_{gb}(100 - V_{be})/100}{D_{gb}(100 - V_{be}) + V_{be}d_b + P_b D_{gb}(100 - V_{be})/100}\right] \times 100 \quad (2.4)$$

Tableau 2-4 Caractéristiques de l'enrobé de référence.

Densité brute du combiné D_{gb}	2,785
Absorption en eau du combiné P_e (%)	1,271
Absorption en bitume du combiné P_{ba} (%)	0,635
Volume de bitume effectif Vbe (%)	12,2
Teneur en bitume Pb (% par rapport à la masse total d'enrobé)	5,14

Pour les formules contenant des matériaux bitumineux recyclés, la méthode de formulation suivie a été celle décrite dans la méthode d'essai LC26-003 et LC26-004. D'abord, la teneur en matériaux recyclés a été variée de 0 % à 40 % par rapport à la masse totale de l'enrobé. Puis, les quantités massiques de matériaux bitumineux recyclés ont été ajoutées avec les matériaux neufs. Les pourcentages massiques de RAP et/ ou de RAS par rapport à la masse totale de l'enrobé sont présentés dans le tableau 2-5. Les taux de mobilisation des bitumes de RAP et RAS retenu initialement sont ceux indiqués dans la norme LC 4202, à savoir 100 % pour le RAP et 25 % pour le RAS. Les calculs du pourcentage de bitume mobilisé des matériaux recyclés (P_{bm}) par rapport au pourcentage de bitume d'apport sont détaillés par les calculs ci-dessous (Eqs 2.5-2.7).

$$\text{RBR} = \text{P}_{\text{bm (RAP or RAS)}} / \, 5{,}14\% \quad (2.5)$$

$$P_{bm\,RAP} = (\%\, RAP \times 5{,}44\%) \times 100\% \quad (2.6)$$

$$P_{bm\,RAS} = (\%\, RAS \times 22{,}90\%) \times 25\% \quad (2.7)$$

Enfin, le ratio de bitume recyclé (RBR) (Eq.2-5) a été calculé, il est défini comme le pourcentage de bitume mobilisé provenant des matériaux recyclés par rapport à la teneur en

bitume établie par la méthode de formulation (P_b). Les résultats sont présentés dans le tableau 2-5.

Les enrobés formulés ont été par la suite validés par les niveaux 1 et 2 (*cf. 2.4.2*) de la méthode de formulation LC du Québec.

Tableau 2-5 Les enrobés formulés

Enrobés	Teneur en RAP (% en masse)	Teneur en RAS (% en masse)	Bitume d'apport (% en masse)		Bitume RAP (% en masse)	Bitume RAS (% en masse)	RBR (%)
Référence	0	0	**Total**	5,14	0	0	0
			Supposé mobilisé	5,14	0	0	
20 % RAP1	20	0	**Total**	4,10	1,04	0	20,23
			Supposé mobilisé	4,10	1,04	0	
17 % RAP1 + 3 % RAS	17	3	**Total**	4,08	0,89	0,69	20,62
			Supposé mobilisé	4,08	0,89	0,17	
14 % RAP1 + 3 % RAS	14	3	**Total**	4,24	0,73	0,69	17,50
			Supposé mobilisé	4,24	0,73	0,17	
20 % RAP2	20	0	**Total**	4,06	1,08	0	21,01
			Supposé mobilisé	4,06	1,08	0	
17 % RAP2 + 3 % RAS	17	3	**Total**	4,04	0,92	0,69	21,20
			Supposé mobilisé	4,04	0,92	0,17	
25,5 % RAP2 + 4,5 % RAS	25,5	4,5	**Total**	3,50	1,38	1,03	31,90
			Supposé mobilisé	3,50	1,38	0,26	
34 % RAP2 + 6 % RAS	34	6	**Total**	2,95	1,84	1,37	42,41
			Supposé mobilisé	2,95	1,84	0,34	

2.3 Caractérisation du liant bitumineux

2.3.1 Les bitumes

2.3.1.1 Présentation des bitumes de base

Le bitume d'ajout utilisé dans les différentes formulations d'enrobés et mélanges de bitumes et mastics est un bitume pur PG 58-34. Sa caractérisation est présentée dans ANNEXE I.

Pour réaliser les mélanges de bitumes et la fabrication des mastics, les liants RAP et RAS sont extraits et récupérés (*cf.*2.3.1.2). Leur caractérisation est rapportée dans les chapitres suivants (*cf.* CHAPITRE 3).

2.3.1.2 Extraction récupération

L'extraction des bitumes recyclés a été réalisée par un dispositif de dissolution du liant bitumineux à l'aide d'un asphalt-analysateur (*Asphalt analyzer*), cet appareil (Figure 2-8) permet de séparer, en utilisant un solvant, la partie bitume de la partie granulat des matériaux bitumineux recyclés (lavage de l'enrobé, centrifugation de la solution bitume/fine et solvant et obtention d'une solution bitume/solvant). La procédure appliquée est basée sur la norme européenne EN 12697-1 complétée d'une méthode interne du laboratoire ESTP.



Figure 2-8 L Asphalt-analysateur

D'abord, les matériaux bitumineux recyclés sont séchés systématiquement à l'étuve à 60 °C pendant 36 h pour s'assurer d'aucune trace d'eau et sans oxydation supplémentaire du bitume. Les bitumes des matériaux recyclés étant connus comme durs de par leur vieillissement, 12 cycles de lavage au solvant tétrachloréthylène ont été appliqués. Compte tenu des teneurs en bitume et fines différentes entre RAS et RAP, des prises d'échantillons ont été adaptées pour optimiser le lavage sans saturation du solvant :

- La masse introduite dans le panier de lavage a été 1500 g pour le RAP (RAP 2), matériau équivalent à un enrobé bitumineux classique
- Pour le RAS, en raison de sa teneur en bitume et en fines très élevée, un ajout de gros granulats vierges directement dans le panier de récupération (Figure 2-9) a permis de les réduire. Le but a été d'avoir une teneur en bitume dans le panier d'environ 5-6% afin d'éviter le blocage des conduites de la machine de récupération

Enfin, après les cycles de lavage, une centrifugation a été réalisée permettant de séparer la solution (bitume + solvant) des fines.



Figure 2-9 Panier de récupération

Pour la séparation de la partie bitume de la partie solvant, un évaporateur rotatif a été utilisé (Figure 2-10). La méthode utilisée a été celle décrite dans la norme EN 12697-3 complétée d'une méthode interne. Elle est réalisée en trois phases (Tableau 2-6). Pour le RAP, les deux premières phases ont été suffisantes. Pour le RAS contenant un bitume très dur, il a été nécessaire d'effectuer la troisième phase de récupération pour assurer une évaporation complète du solvant. Les conditions de récupération des bitumes sont présentées dans le tableau en termes de températures et de pression appliquées.

Tableau 2-6 Condition de récupération des bitumes (norme EN 12697-3)

Solvant	**Phase 1**		**Phase 2**		**Phase 3**	
tétrachloréthylène	Température (°C)	Pression (kPa)	Température (°C)	Pression (kPa)	Température (°C)	Pression (kPa)
	110	40	160	2	180	2

La récupération du bitume RAS du ballon de récupération a été délicate. À 180 °C le bitume RAS n'était pas assez fluide pour le faire sortir du ballon, et à 200 °C il commençait à bruler.

Donc, il a été décidé de laisser couler le bitume à l'intérieur d'une étuve à 180 ° C pendant 20 minutes.

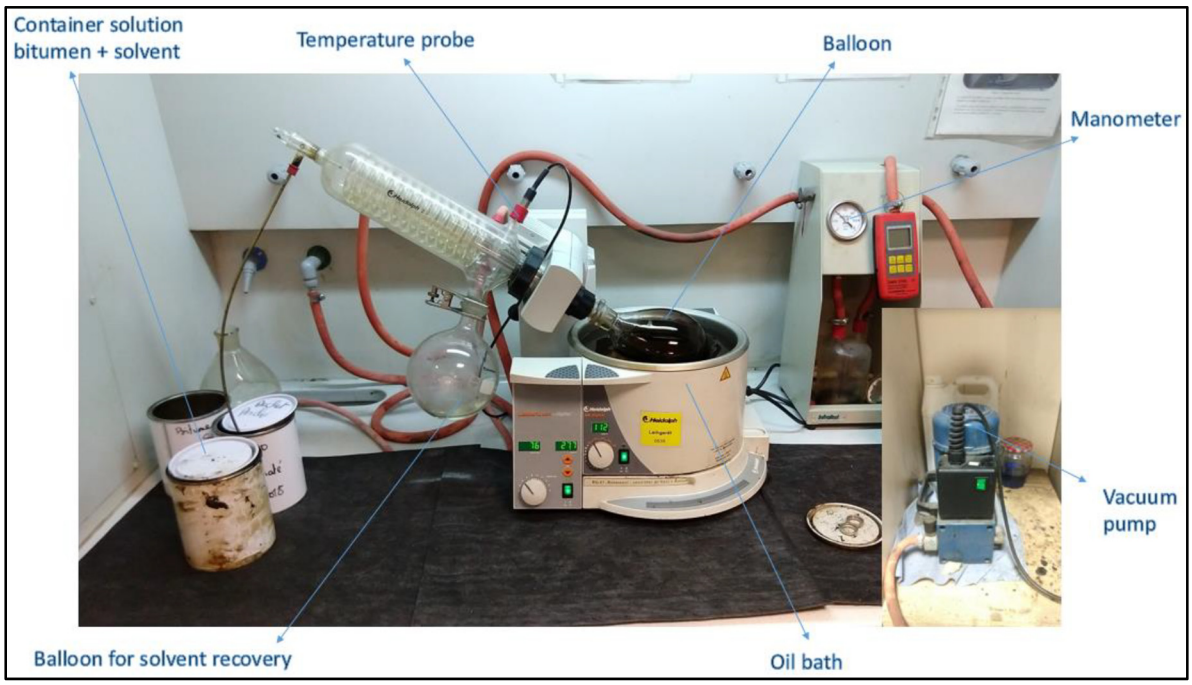


Figure 2-10 L'évaporateur rotatif

Ces étapes d'extraction et récupération de bitumes sont longues notamment pour le RAS. Les quantités récupérées ont donc été optimisées pour la fabrication des mélanges (bitumes et mastics) en fonction des caractérisations à réaliser.

2.3.1.3 Fabrication des mélanges de bitumes

Les bitumes recyclés ont été mélangés en proportion bien définie avec le bitume neuf (Tableau 2-7). Les proportions massiques de bitumes recyclés ont été fixées en se basant sur les ratios de bitume recyclé (RBR) préalablement établis. Au total, 12 mélanges ont été fabriqués selon trois cas :

- Ajout de bitume RAP uniquement : Bitume neuf + bitume RAP (V_B + RAP_B)
- Ajout de bitume RAS uniquement : Bitume neuf + bitume RAS (V_B + RAS_B)

- Combinaison des deux bitumes de RAS et RAP : Bitume neuf + bitume RAP + bitume RAS (V_B + RAP_B + RAS_B)

Les mélanges de bitumes étudiés sont présentés dans le tableau 2-7, les pourcentages de bitume recyclés présentés au tableau sont calculés par rapport à la masse totale du mélange.

Tableau 2-7 Mélanges de bitume

V_B + RAP_B (% en masse)	**V_B + RAS_B (% en masse)**	**V_B + RAP_B + RAS_B (% en masse)**
85 + 15	97 + 3	85 + 13,5 + 1,5
80 + 20	96.5 + 4,5	80+ 17 +3
70 + 30	94 + 6	70 + 25,5 + 4,5
60 + 40	-	65 + 30 + 5
-	-	60 + 34 + 6

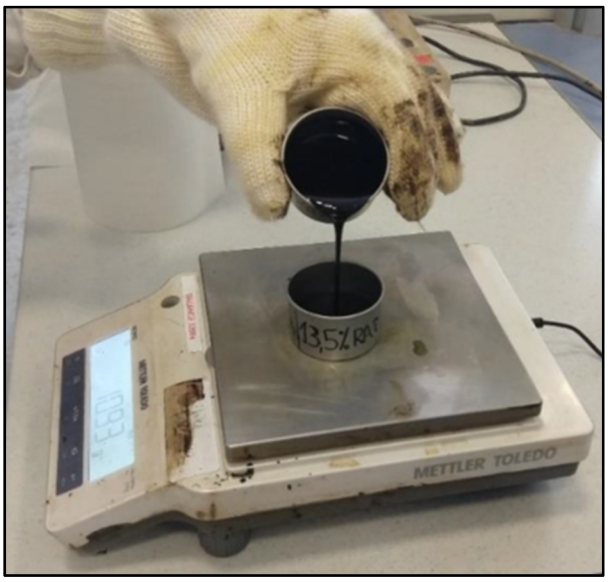


Figure 2-11 L'ajout du bitume vierge dans le bitume récupéré

Les mélanges de bitumes ont été conditionnés dans des coupelles de pénétrabilité avec une masse totale de 70 g (Figure 2-11). Une même procédure de fabrication a été définie pour tous les mélanges :

- La masse exacte nécessaire de bitumes recyclés a été introduite dans des coupelles. Dans le cas du bitume RAP, une fois récupéré des différentes extractions/récupérations dans un même content, il a été réchauffé à 140 °C (température nécessaire et suffisante permettant de le ramollir sans entrainer d'oxydation) et brassé afin d'homogénéiser le matériau. Puis, il a été séparé sur neuf coupelles en mettant la masse précise pour chaque mélange spécifique (entre 10 et 28 g). Une procédure analogue a été appliquée pour le bitume RAS, sauf qu'après homogénéisation à 180 °C, il a été refroidi à la température ambiante et les masses nécessaires (entre 1 à 5 g) ont été prélevées à froid facilitant ainsi la manipulation (bitume RAS impossible à fluidifier).
- Ensuite, le bitume neuf est conditionné dans 12 coupelles de pénétrabilité avec des masses supérieures aux masses nécessaires.
- Les bitumes neufs et les bitumes recyclés préparés pour le mélange ont été mis à l'étuve à 155 °C (température de fabrication) pendant 20 minutes (temps nécessaire pour fluidifier nos échantillons sans entrainer une oxydation excessive). Cette température correspond à la température de fabrication des enrobés.
- Enfin, la masse nécessaire de bitume neuf spécifique pour chaque mélange a été ajoutée dans les récipients contenant les bitumes recyclés. Un malaxage manuel a été réalisé sur une plaque chauffante à une température contrôlée d'environ 155 °C ± 5° (vérifié à l'aide d'un thermomètre laser). Le malaxage est effectué sur environ 5 minutes (Figure 2-12).



Figure 2-12 Malaxage manuelle

Afin de réaliser les différents essais et éviter un réchauffage, les échantillons de mélanges de bitume ont été coulés dans les différents moules pour chaque essai tout de suite après l'étape de malaxage (Figure 2-13).

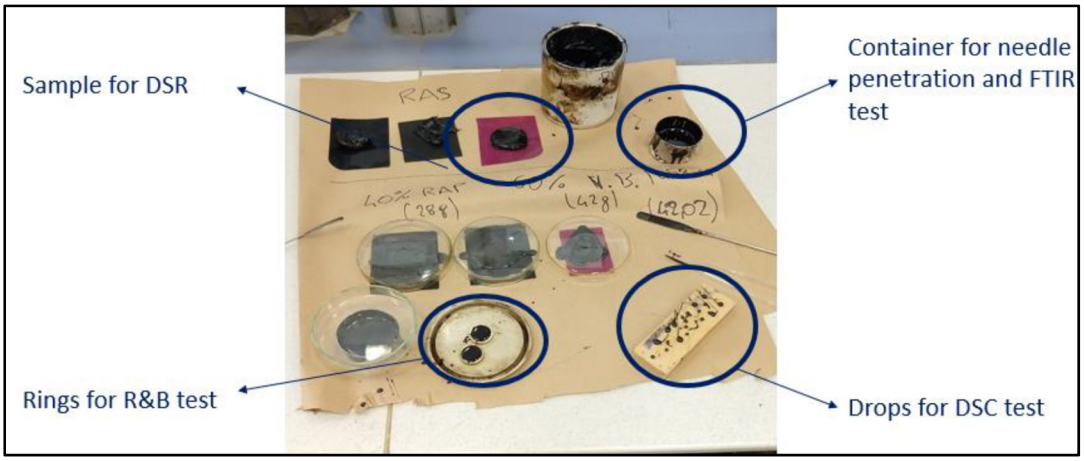


Figure 2-13 Coulage des échantillons

2.3.2 Les mastics

Les mélanges de bitumes fabriqués ont été ré- utilisés pour la fabrication des mastics. Au total, six mastics ont été fabriqués et sont présentés dans le tableau 2-8. Les pourcentages de bitumes recyclés sont donnés par rapport à la masse totale de bitume et la teneur volumique de filler est donnée par rapport au volume total du mastic.

Tableau 2-8 Composition des mastic fabriqués

	Teneur volumique en filler	**Teneur massique en filler**	**V_B (% en masse)**	**RAP_B (% en masse)**	**RAS_B (% en masse)**
Mastic de référence	40 %	64 %	100	0	0
Mastic 20 % RAP_B			80	20	0
Mastic 30 % RAP_B			70	30	0
Mastic 40 % RAP_B			60	40	0
Mastic 3 % RAS_B			97	0	3
Mastic 6 % RAS_B			94	0	6

Le mastic a été formulé pour se rapprocher et correspondre au mieux au mastic présent dans les différentes formulations d'enrobés ; il est donc important d'avoir les mêmes concentrations volumiques (par rapport au volume total du mastic), la même nature et la même granulométrie du filler dans le mastic et son enrobé équivalent. Au début de cette campagne d'essai, le but était de prendre en compte tous ces différents paramètres. Cependant, nous travaillons sur des mélanges très complexes particulièrement lors de l'ajout des RAP et RAS : les fillers présents dans le mastic bitumineux proviennent du filler d'ajout, du filler des granulats neufs, du filler mobilisé dans le RAP et du filler mobilisé dans le RAS, avec toutes les incertitudes liées à cette

réelle mobilisation. Par conséquent et en ajoutant la crise sanitaire du COVID-19 (qui a compliqué une partie expérimentale en France), il a été décidé de simplifier le problème en travaillant avec une seule source et une seule concentration volumique de filler d'apport.

Le filler d'apport utilisé est un filler calcaire équivalent au filler calcaire utilisé pour la fabrication des enrobés. Sa concentration a été fixée à 40 % par rapport au volume total du mastic. Cette concentration est très équivalente à la concentration moyenne des enrobés fabriqués (42 %).

Le filler d'apport, sec et préalablement pesé, a été chauffé à l'étuve à 170 °C pendant au moins trois heures. Les mélanges de bitumes ont été chauffés à 155 °C pendant 20 minutes. Puis, le filler a été ajouté progressivement au bitume tout en remuant le mélange (Figure 2-14). Immédiatement après la fabrication, le mastic a été coulé pour la réalisation des essais rhéologiques et conventionnels.



Figure 2-14 Fabrication des mastics

2.3.3 Essais conventionnels

2.3.3.1 L'essai de pénétrabilité

Les essais de pénétrabilité ont été réalisés sur les bitumes de base, les mélanges de bitumes et les mastics selon la procédure d'essai décrite dans la norme européenne EN 1426 (Figure 2-15). Les échantillons ont été conditionnés dans un bain thermostaté à 25 °C pendant au moins 60 minutes. Puis l'essai a été réalisé. Au minimum, trois répétitions ont été faites.

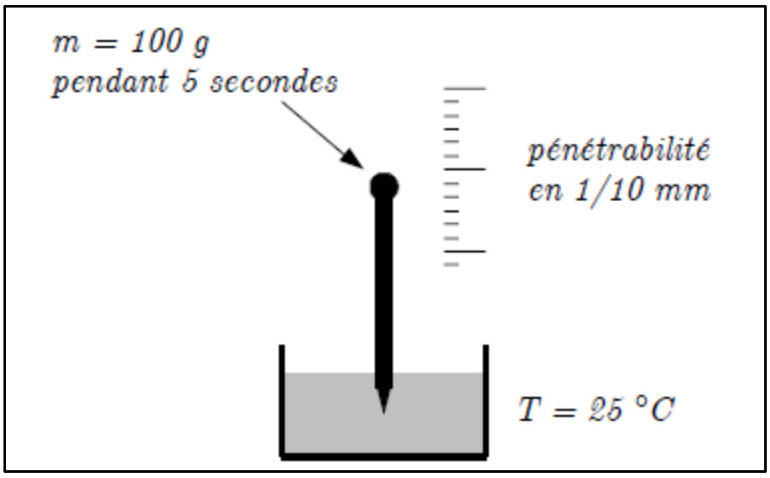


Figure 2-15 Schéma principe d'essai pénétrabilité
(Delaporte 2006)

2.3.3.2 L'essai du point de ramollissement bille et anneau (TBA)

Cet essai a été réalisé sur les bitumes de base, les mélanges de bitumes et les mastics selon la procédure d'essai décrite dans la norme européenne EN 1427 (Figure 2-16).

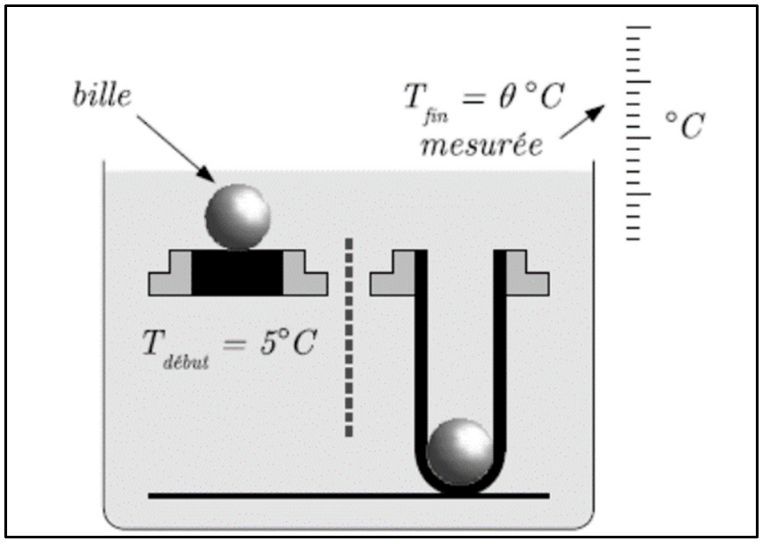


Figure 2-16 Schéma principe d'essai bille et anneau
(Delaporte 2006)

2.3.4 Essais physico-chimique

2.3.4.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Cet essai (Fourier-Transform InfraRed spectroscopy, FTIR en anglais) a été réalisé afin d'étudier l'évolution des indices de vieillissement en fonction de la teneur en bitumes recyclés. Comme précisé dans la partie bibliographique, le vieillissement du bitume est lié au phénomène d'oxydation due à la présence d'oxygène dans l'air qui conduit à la formation de molécules polaires telles que les groupes carbonyles (C = O) et les sulfoxydes (S = O).

Le spectromètre (Figure 2-17) génère un faisceau de rayonnement dans le domaine moyen infrarouge qui traverse l'échantillon à différentes fréquences (ou longueurs d'onde situées entre 4000 et 400 cm^{-1}). Les différentes liaisons moléculaires sont caractérisées par des modes de vibration et de rotation à des longueurs d'onde spécifiques. Lorsque le faisceau de rayonnement traverse l'échantillon, il conduit à une diminution de l'intensité lumineuse transmise proche de la longueur d'onde caractéristique de la liaison moléculaire. Il est possible de relier cette réduction (absorption) à la concentration de la liaison moléculaire spécifique en utilisant la loi de Beer-Lambert (Eq.2.8) (Marsac, Piérard *et al*. 2014) :

$$A_i(\nu) = \varepsilon_i(\upsilon) \cdot c_i \cdot l = -\log\left(\frac{I}{I_0}\right) \quad (2.8)$$

Où

A_i : l'absorbance d'une liaison chimique i à la longueur d'onde ν

ε_i : le coefficient d'absorption molaire de la liaison chimique i à la longueur d'onde ν (L/mol/cm)

c_i : la concentration (mol/L)

l : la longueur du chemin optique (cm)

I: l'intensité de la lumière transmise

I_0 : l'intensité de la lumière incidente

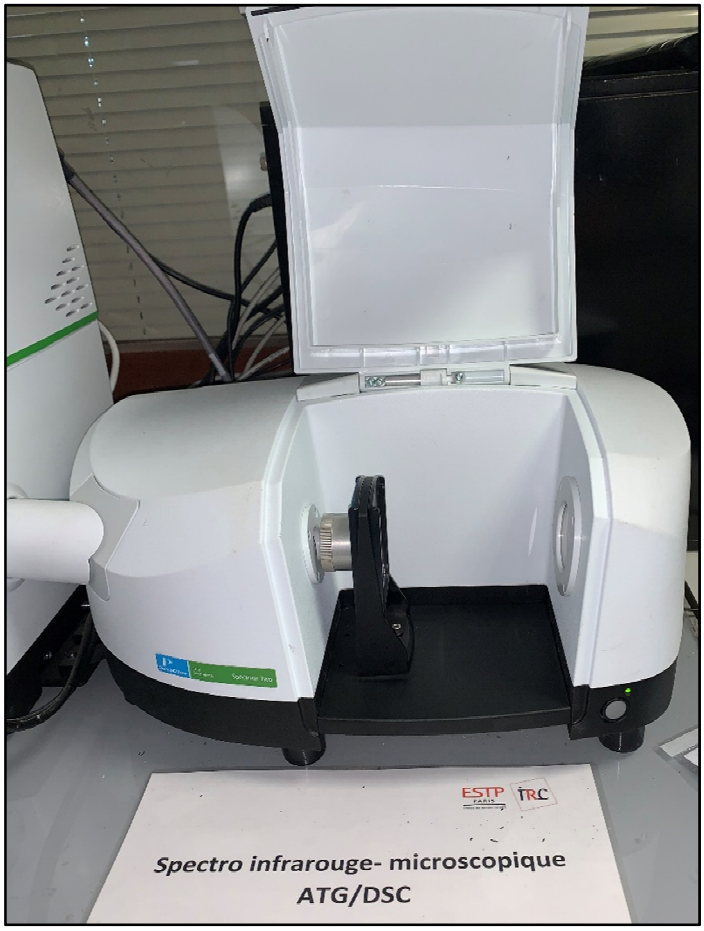


Figure 2-17 Spectromètre infrarouge

Les deux liaisons spécifiques de vieillissement du bitume sont le carbonyle et le sulfoxyde et elles sont localisées respectivement aux longueurs d'onde de 1700 cm^{-1} et 1030 cm^{-1}. Le vieillissement du bitume a été donc caractérisé par le calcul d'indices appelés indice C = O et indice S = O.

L'essai, non normalisé pour les bitumes, est réalisé selon une procédure interne du laboratoire ESTP sur un spectromètre Perkin Elmer. L'étape de préparation des échantillons est simple et très peu « gourmande » en bitume. À l'aide d'une petite spatule chauffée, une petite quantité (environ 1 g) de bitume a été prélevée et étalée en film mince de bitume sur une lame KBr chauffée (Figure 2-18) en évitant toute surchauffe (absence de fumée). Puis la lame a été placée dans la cellule et introduite dans le spectromètre en face de la source lumineuse.



Figure 2-18 Préparation des échantillons
pour l'essai de spectroscopie infrarouge

Les essais ont été effectués en mode transmission et les spectres sont obtenus à une résolution de 2 cm^{-1}après 32 balayages. Pour garantir la répétabilité des résultats, au moins six tests ont été réalisés pour chaque matériau.

L'analyse des résultats a été réalisée en absorbance. Premièrement, il est très important de bien définir la méthode d'analyse des résultats. Celle appliquée à l'ESTP repose sur un travail collaboratif réalisé dans un projet national (MultiRecyclage des Matériaux Enrobés - MURE) ; elle propose de considérer le rapport entre l'aire sous les pics de vieillissement C=O et S=O et l'aire sous les pics de référence du bitume non sensibles au vieillissement selon les équations (Eqs.2.9 et 2.10) (Figure 2-19) :

$$I_{CO} = \frac{A_1}{A_0} \tag{2.9}$$

$$I_{SO} = \frac{A_2}{A_0} \tag{2.10}$$

Où :

$I_{C=O}$: L'indice de vieillissement C=O.

$I_{S=O}$: L'indice de vieillissement S=O.

A_0 : L'aire sous le pic centré à 1460 cm^{-1} et 1375 cm^{-1} en absorbance, correspondant aux groupes méthyle et éthylène du bitume.

A_1 : L'aire sous le pic centré à 1700 cm^{-1} en absorbance, correspondant au groupe carbonyle.

A_2 : L'aire sous le pic centré à 1030 cm^{-1} en absorbance, correspondant au groupe sulfoxyde.

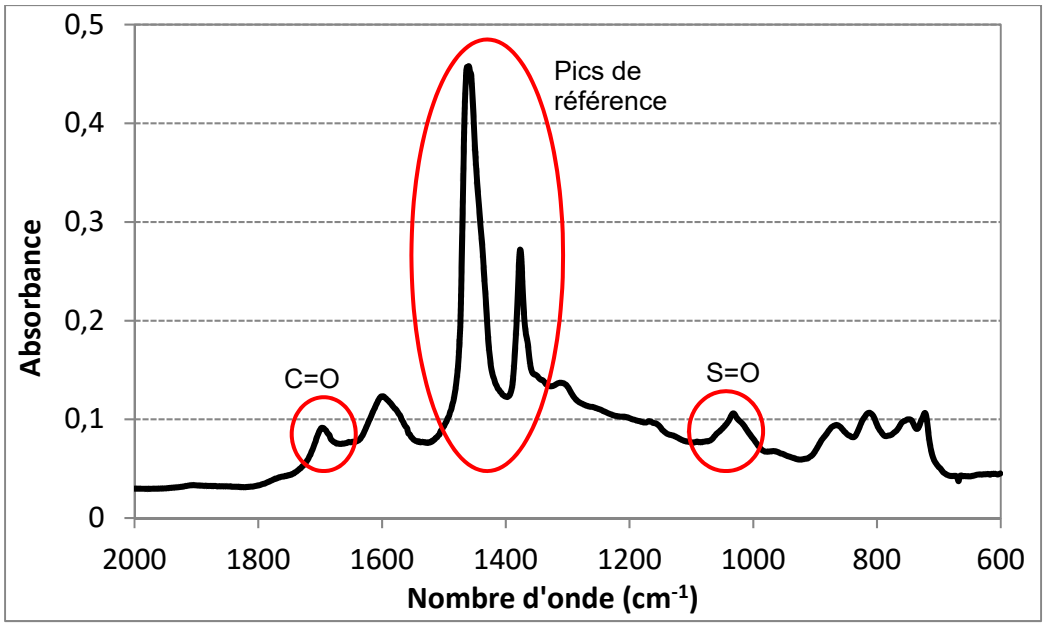


Figure 2-19 Identification des pics caractéristiques d'un bitume oxydé pour la détermination de ICO et ISO (Source : procédure interne ESTP)

Deuxièmement, le choix des bornes de calcul des aires est très important et peut avoir une influence sur les analyses. Il est essentiel de toujours utiliser la même méthode. Une étude méticuleuse a été menée pour optimiser le choix et d'avoir une méthode de calcul reproductible permettant l'analyse et la comparaison entre les différents matériaux testés. Pour bien distinguer les aires des pics A0, A1 et A2 des pics avoisinants, la fonction d'auto expansion proposée dans le logiciel d'analyse Spectrum du spectromètre a été utilisée (Figure 2-20). Les bornes de calculs sont présentées dans les annexes (*cf.* ANNEXE II).

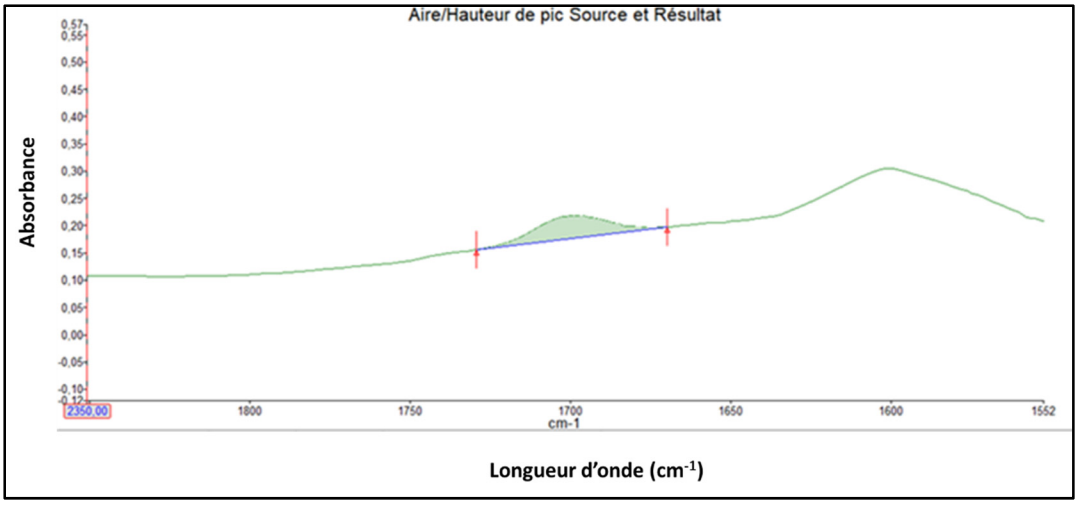


Figure 2-20 Identification de l'air sous le pic C=O

2.3.4.2 La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique de caractérisation thermique permettant de mesurer les variations d'enthalpie dans un matériau en fonction d'un profil de température et de temps. En analysant les changements d'état du matériau, on peut ainsi étudier la température de transition vitreuse (T_G), la cristallisation, la fusion, l'indice de cristallisation et la cinétique de certaines réactions (Claudy 2005). La technique consiste à appliquer une variation de température et à calculer le flux thermique différent entre l'échantillon contenant le matériau et un échantillon de référence. La relation entre le flux de chaleur et la température est donnée par (Eq.2.11) :

$$\frac{dQ}{dt} = C_p \frac{d\theta}{dt} + f(t,\theta) \tag{2.11}$$

Où

$\frac{dQ}{dt}$: le flux de chaleur traversant le matériau

C_p : la capacité thermique

θ : la température

Là encore, l'essai, non normalisé pour les bitumes, est réalisé selon une procédure interne du laboratoire ESTP sur une DSC NETZSCH avec le logiciel d'analyse PROTEUS.

La préparation de l'échantillon est très importante pour obtenir des résultats corrects, en particulier des précautions concernant l'historique thermique et la masse du matériau. Après la fabrication du mélange de bitume, quelques gouttes ont été versées sur une plaque en silicone pour obtenir des formes géométriques proches des creusets et ont été conservées au moins une heure à température ambiante (Figure 2-21).

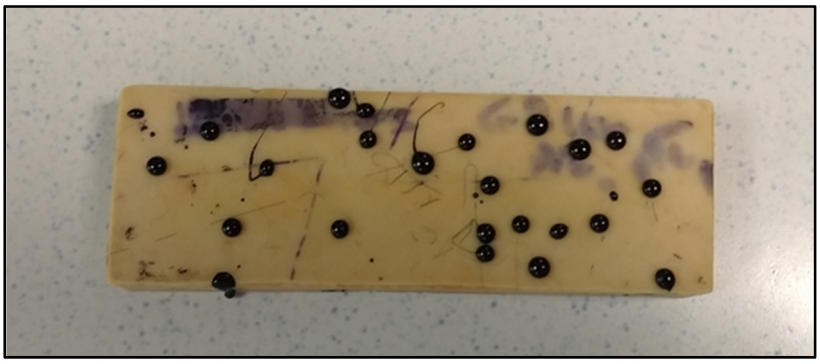


Figure 2-21 Gouttes de bitume pour l'essai DSC

Puis, huit échantillons par mélange de masse comprise entre 17,50 mg et 19,50 mg ont été préparés pour l'essai. Une balance de haute précision (d = 0,01 mg) a été utilisée et chaque masse est notée pour chaque échantillon. L'utilisation d'une masse aussi petite s'explique par le fait qu'une masse plus importante résiste plus au passage de l'énergie thermique, donc une plus grande inertie et un spectre final difficile à analyser. Les creusets ont été ensuite placés sur une plaque chauffante à 100 ° C pour avoir un étalement homogène de matière dans le creuset (Figure 2-22).

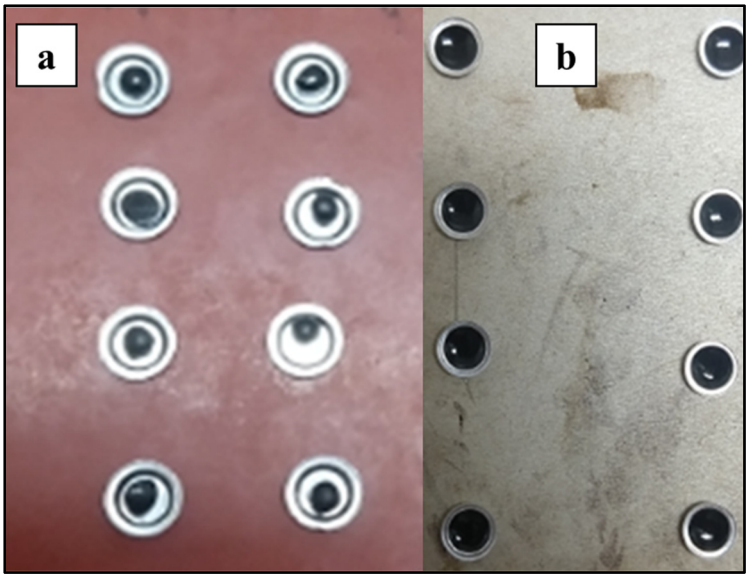


Figure 2-22 Préparation des échantillons pour l'essai DSC

Enfin, après avoir recouvert les creusets et les avoir mis dans une chambre étanche pendant environ 12h. Au moins six échantillons ont été testés par matériau pour assurer la répétabilité des résultats.

Deux procédures différentes d'essai ont été utilisées : DSC classique (3 à 4 échantillons) et DSC modulé (3 à 4 échantillons).

Dans le cas de l'essai DSC classique (Figure 2-23), la variation de température appliquée à l'échantillon est une fonction linéaire par rapport au temps (Eq.2.12) :

$$\theta_a = \theta_0 + \beta t \tag{2.12}$$

Où :

θ_a : la température de l'échantillon (°C)

θ_0 : la température de départ (°C)

β : la rampe de température (°C)

t : le temps (s)

La rampe de température a été choisie à 10 °C/minute, cette valeur est classiquement utilisée dans la littérature.

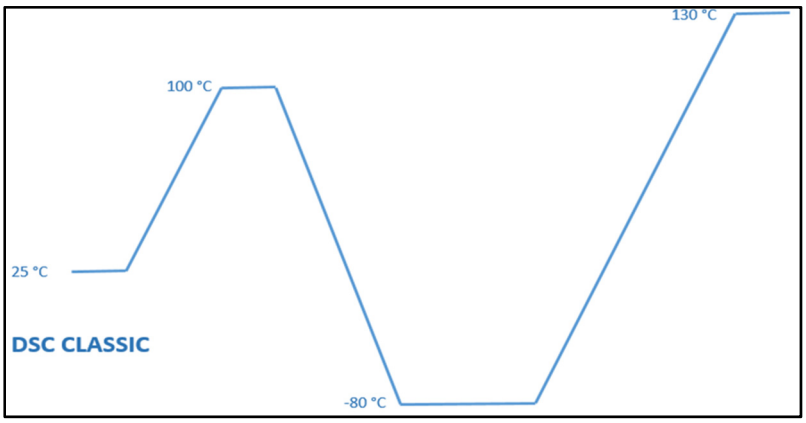


Figure 2-23 Rampes de température pour la technique DSC classique

La technique de DSC modulée permet de séparer les phénomènes dépendant de la vitesse de variation de température (phénomènes irréversibles) de ceux qui ne dépendent que de la température (réversible). Le but est de séparer les événements thermiques superposés.

Pratiquement, le seul changement par rapport au DSC classique concerne la variation de température appliquée qui suit l'équation suivante (Eq.2.13) (Figure 2-24) :

$$\theta_a = \theta_0 + \beta t + A_T \sin(\omega t) \qquad (2.13)$$

Avec A_T, amplitude de la partie sinusoïdale (°C) et ω la période de la sinusoïde (s)

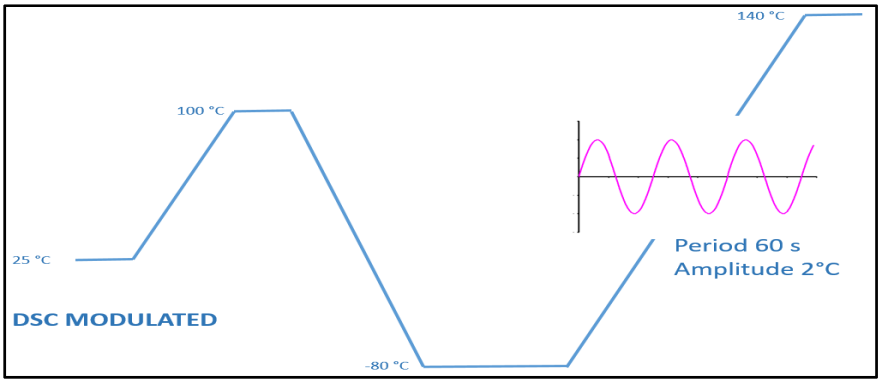


Figure 2-24 Rampes de température pour la technique DSC modulée

Les différences de flux thermique entre l'échantillon et la référence sont données en temps réel en fonction du temps et de la température. La représentation et l'analyse des données sont générées par le logiciel NETZSCH Proteus Thermal Analysis (Figure 2-25).

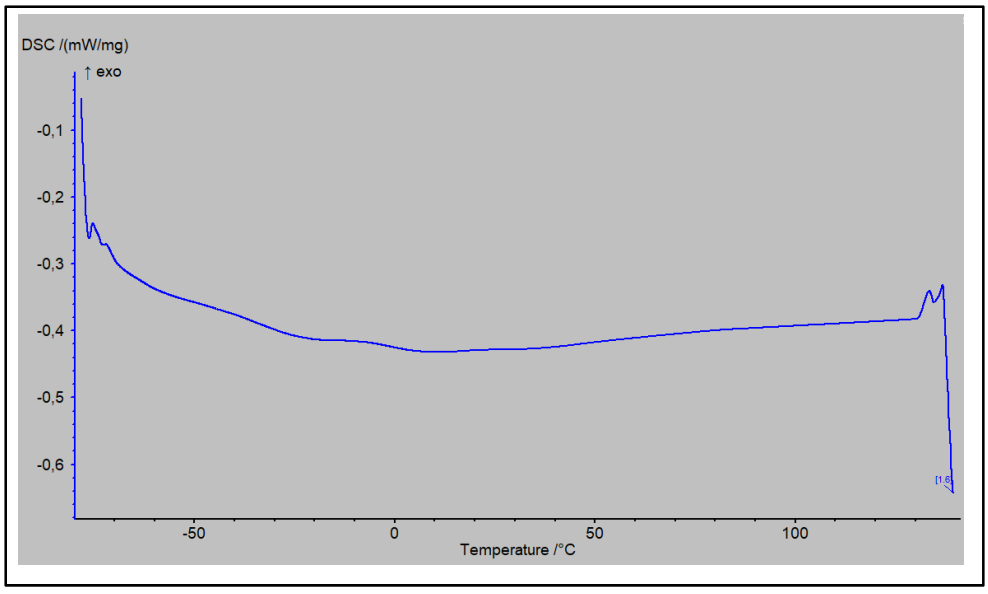


Figure 2-25 Résultat type de l'essai DSC

Pour les bitumes, la transition vitreuse se passe dans un intervalle de température compris généralement entre -60° à 0 °C. Elle se caractérise par un changement de l'allure de la courbe de flux de chaleur en fonction de la température (Figure 2-26). En dessous de la T_G, le flux de

chaleur augmente. Cette augmentation ne se produit pas à une température fixe, mais dans une certaine plage de températures. Afin de simplifier les analyses la T_G est déterminée en considérant seulement le point un point d'inflexion ; cette méthode est largement utilisée et acceptée dans la littérature (Masson, Polomark *and* Collins 2005 ; Soenen et al. 2014). Deux méthodes peuvent être appliquées pour la caractérisation de ce point d'inflexion :

- La méthode des tangentes ; elle consiste à tracer deux tangentes parallèles, une à la température de début de la transition vitreuse et l'autre à la température de fin. Puis, le point d'inflexion est considéré comme la température pour laquelle une troisième tangente parallèle aux deux autres et se trouvant à leur milieu traverse la courbe flux de chaleur (Figure 2-26).
- La méthode de la dérivée : mathématiquement parlant, le point d'inflexion de la courbe est défini comme le point où s'opère un changement de concavité. Il est possible de le calculer en ayant recours à la première et la deuxième dérivée de la courbe de flux de chaleur en fonction de la température. Il correspond à la température pour laquelle la valeur de la première dérivée est minimale et la deuxième dérivée est nulle (en changeant de signe ; changement de concavité). Avant le calcul des dérivées, la courbe de flux de chaleur a été lissée afin d'éliminer le bruit de mesure (Figure 2-27).

Les résultats de la DSC classique et modulée ont été analysés, mais il a été décidé de considérer uniquement les résultats de la courbe réversible de l'essai modulé, car cette technique élimine les phénomènes irréversibles (relaxation et cristallisation) et, de là, elle permet de mieux distinguer les transitions vitreuses.

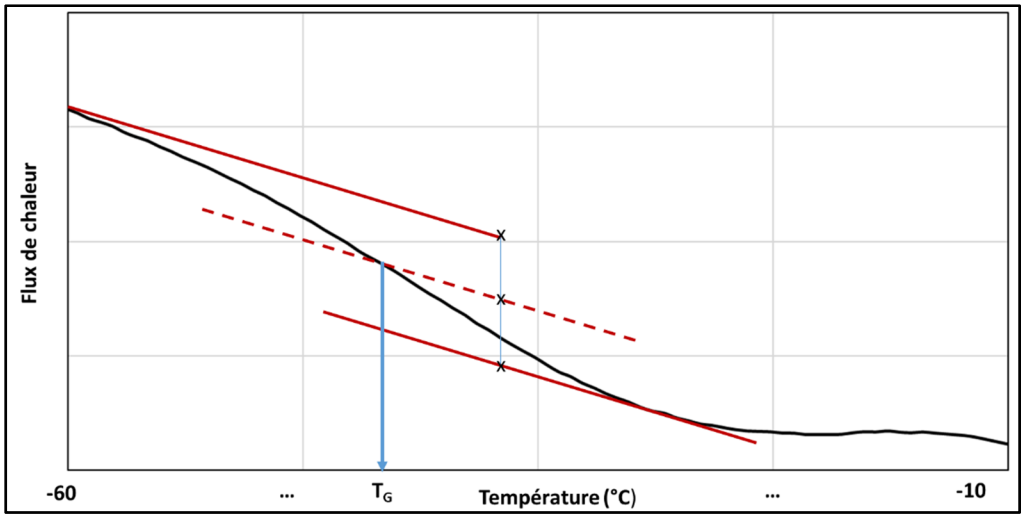


Figure 2-26 Détermination de la Tg par la méthode des tangentes (Point d'inflexion)

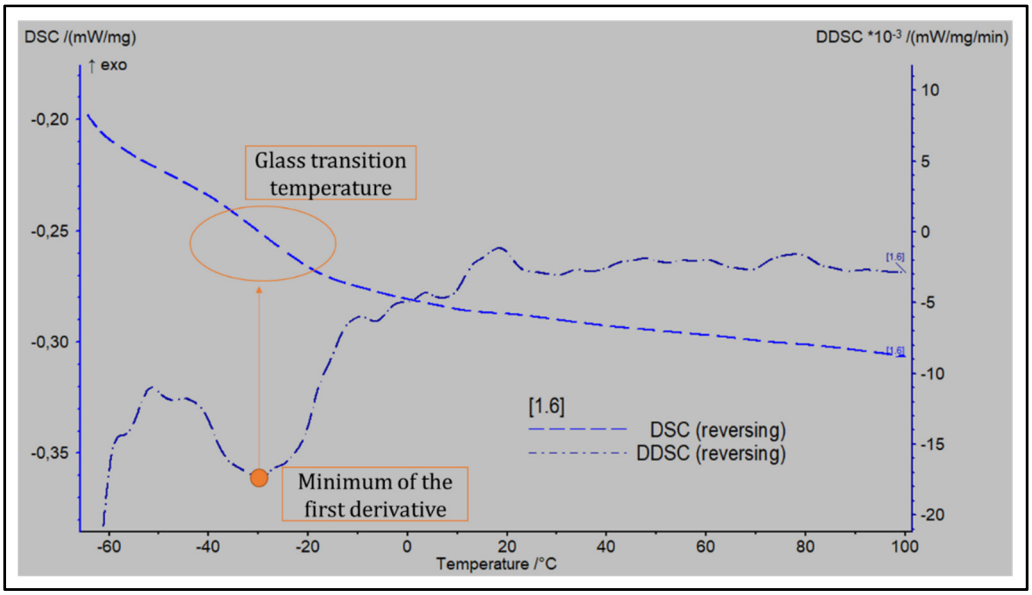


Figure 2-27 Détermination de la T_G par la méthode des dérivées

2.3.5 Essai rhéologique : le module complexe en cisaillement

Cette détermination est réalisée en appliquant la norme EN 14770 complétée d'une procédure interne, sur Kinexus Pro+ avec le logiciel rSpace.

2.3.5.1 Principe de l'essai

Une pastille cylindrique de bitume ou mastic préparée préalablement (voir ci-après) est mise entre deux plaques. La plaque inférieure est fixe tandis que l'autre est oscillante, imposant ainsi une charge de cisaillement à l'échantillon. Le chargement peut être effectué en pilotage par contrainte ou par déformation. L'angle de rotation de la plaque mobile et le couple appliqué sont mesurés en continu. Le diamètre de l'échantillon (égal au diamètre de la plaque) et l'épaisseur peuvent varier en fonction du test effectué.

Les plaques utilisées dans notre étude sont parallèles ("plan-plan ou PP"), dans ce cas, les distributions de déformation et de contrainte de cisaillement dans l'échantillon ne sont pas homogènes et leurs grandeurs varient le long du rayon de l'échantillon et atteignent leurs valeurs maximales au bord extérieur. Figure 2-28 montre un schéma de la configuration PP.

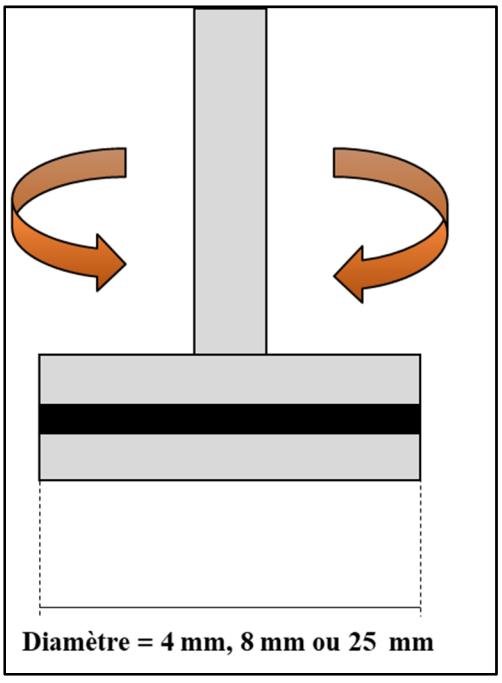


Figure 2-28 Schéma de la configuration PP

Lorsqu'une configuration de plaque parallèle est utilisée, les valeurs maximales de contrainte de cisaillement et de déformation sont retenues pour l'analyse. Connaissant le rayon de l'échantillon r (mm) et l'épaisseur h (mm), la déformation de cisaillement γ est calculée à partir de l'angle de rotation ϑ (°) comme suit (Eq.2.14) :

$$\gamma = \frac{\vartheta \, \mathrm{r}}{h} \tag{2.14}$$

Si le comportement est linéaire, la contrainte de cisaillement τ (Pa) est obtenue à partir du couple T mesuré par (Eq.2.15) :

$$\tau = \frac{2T}{\pi r^3} \tag{2.15}$$

Les essais de module complexe en cisaillement ont été réalisés sur les bitumes de base, les mélanges de bitumes et les mastics. Ils ont servi à caractériser le comportement viscoélastique des matériaux testés et à déterminer le grade de performance du bitume d'apport. Une configuration PP a été utilisée classiquement et le chargement sinusoïdal de cisaillement a été contrôlé en mode contrainte.

2.3.5.2 Mode opératoire

Selon de la rigidité du matériau testé, trois géométries ont été utilisées : 25 mm (PP25), 8 mm (PP8) et 4 mm (PP4). Les températures d'essai ont été choisies entre -35 °C jusqu'à 75 °C avec un balayage de fréquences de 0,1 Hz à 10 Hz. Pour les mastics, la température minimale a été limitée -30 °C à cause de problèmes techniques rencontrés avec le DSR (indépendamment du matériau). Figure 2-29 montre les températures d'essai en fonction des géométries utilisées. Pour les mêmes températures testées par deux géométries différentes, le résultat retenu a été choisi selon les critères suivants : 1) Si l'écart entre les modules mesurés inférieurs à ± 15 % le résultat retenu est celui obtenu par la géométrie la plus large 2) Si non, le résultat retenu est celui pour lequel l'essai présente le moins de contrainte normale possible.

Les contraintes ou les efforts normaux appliqués par le DSR sont liés à une trop forte rigidité du matériau dans certaines conditions d'essai et conduisent à une distorsion du matériau (cisaillement + traction ou compression) qui fausse le résultat final (Figure 2-30).

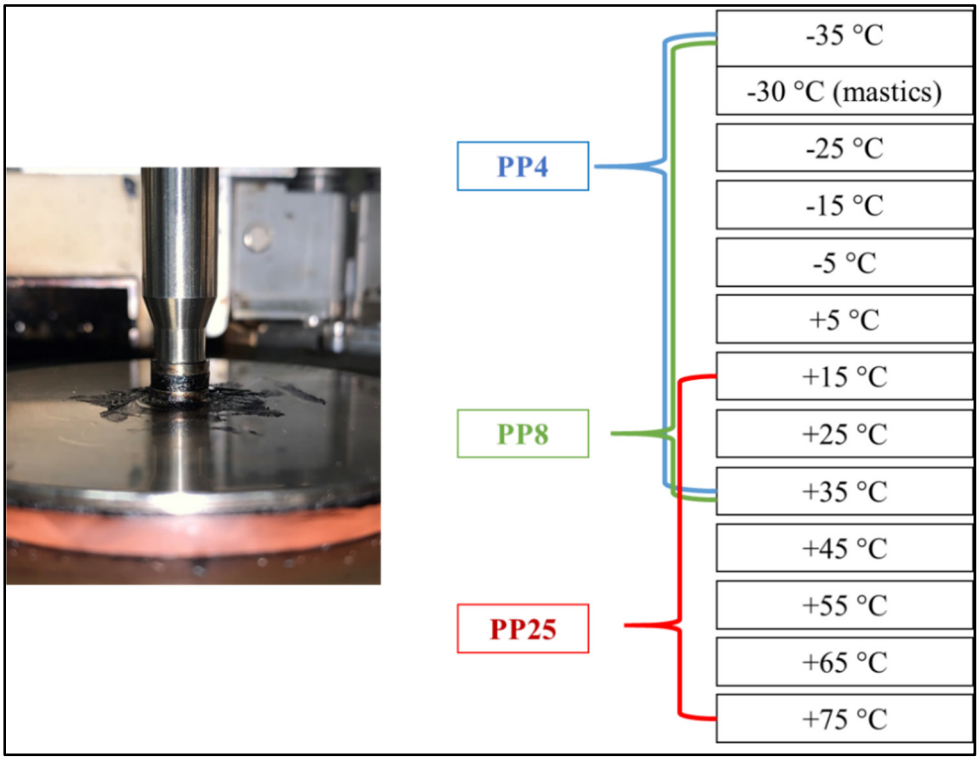


Figure 2-29 Températures d'essais en fonction des géométries

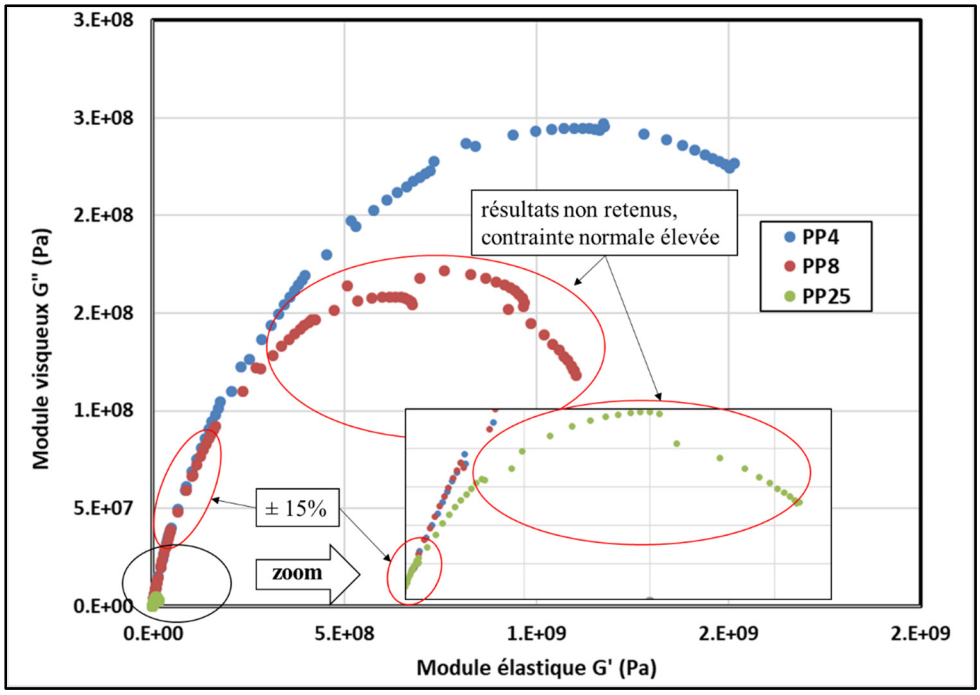


Figure 2-30 Résultat type de l'essai au DSR

Pour la préparation des échantillons, les matériaux bitumineux (mélanges de bitumes et mastics) conditionnés dans des coupelles de pénétrabilité ont été coulés après fabrication des mélanges de bitume et mastic sur une plaque en silastène et maintenu à température ambiante jusqu'à l'équilibre thermique. L'échantillon obtenu a été placé dans le DSR, les plaques ont été déjà préchauffées à une température comprise entre 65 ° C à 75 °C. Enfin, l'échantillon a été arasé et la procédure d'essai a été lancée. Les épaisseurs des échantillons ont été respectivement 1,75 mm, 2 mm et 1 mm pour le PP4, PP8 et le PP25 (Figure 2-31).

15 minutes de conditionnement ont été appliquées pour atteindre l'équilibre thermique pour chaque température d'essai. Une rampe de température de 2 °C par minute a été appliquée pour aller d'une température d'essai à une autre. Pour le PP25, les essais commencent de la plus basse température vers la plus haute (15 °C à 75 °C) et inversement pour PP8 et PP4 (35°C à -35 ou -30 °C).

Au total, 15 essais de module complexe en cisaillement au DSR ont été réalisés sur les mélanges de bitumes et six sur les mastics.

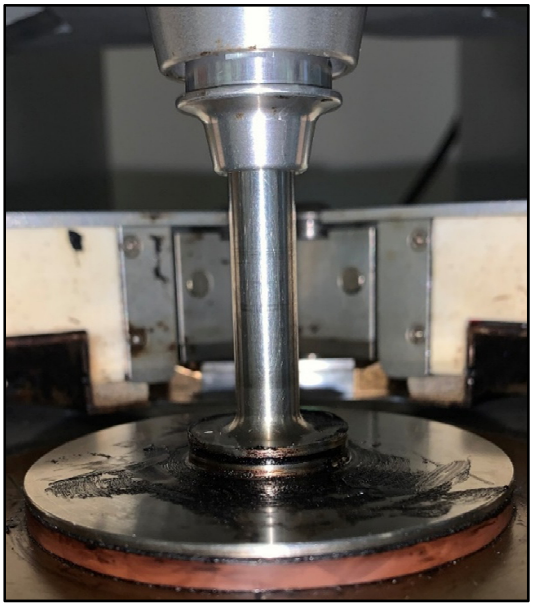


Figure 2-31 Échantillon arasé

2.4 Épreuves de validation et essais thermomécaniques sur enrobés

2.4.1 Préparation des éprouvettes

La fabrication des enrobés a été réalisée en suivant les méthodes d'essai LC 26-003 et LC 26-690. Les granulats vierges pesés selon les proportions établies lors de la formulation ont été chauffés 15 °C au-dessus de la température de chauffage du bitume, i.e. 170 °C pendant 24h. Le bitume d'apport conditionné dans des pots d'un litre a été chauffé à 155 °C pendant deux heures. Les matériaux bitumineux recyclés ont été chauffés à 60 °C pendant au minimum 36 heures afin de s'assurer qu'ils soient entièrement secs. Le malaxeur thermorégulé FREUNDL de capacité 80kg a été chauffé préalablement à 155 °C.

D'abord, les granulats vierges ont été introduits dans le malaxeur en commençant par les gros granulats. Puis, selon la formule fabriquée, les matériaux bitumineux recyclés ont été introduits. Ensuite, une première étape de malaxage d'environ une minute a été réalisée afin d'homogénéiser le combiné granulométrique. Par la suite, le bitume d'apport a été introduit dans les proportions exactes définies. Enfin, une deuxième étape de malaxage d'environ trois minutes a été réalisée.

Après fabrication, la densité maximale (D_{mm}) des enrobés fabriqués a été déterminée à l'aide de la méthode d'essai LC 26-045. La D_{mm} représente la densité pour laquelle l'enrobé est supposé être à zéro pour cent de vide. Elle a été utilisée pour le calcul de la masse nécessaire à introduire dans le moule pour l'essai à la presse à cisaillement giratoire et dans les plaques d'orniérage pour les essais d'orniérage et les essais thermomécaniques. Les résultats sont indiqués dans le tableau 2-9.

Tableau 2-9 Résultats essais D_{mm}

Enrobés	**D_{mm} (moyenne de 2 résultats)**
Référence	2,598
20 % RAP1	2,589
3 % RAS	2,579
14 % RAP1 + 3 % RAS	2,573
17 % RAP1 + 3 % RAS	2,577
20 % RAP2	2,569
17 % RAP2 + 3 % RAS	2,556
25,5 % RAP2 + 4,5 % RAS	2,562
34 % RAP2 + 6 % RAS	2,575

Comme indiqué dans la méthode d'essai LC 26-690, avant la réalisation des essais thermomécaniques, les enrobés fabriqués ont été conditionnés à l'étuve pendant quatre heures à la température de compactage (140 °C). Ensuite, le compactage a été réalisé par le compacteur MLPC. L'enrobé fabriqué a été introduit dans des moules de plaque d'orniérage

de 100 mm d'épaisseur, 180 mm de largeur et de 500 mm de longueur. Le compactage a été réalisé en suivant le plan proposé dans l'annexe C de la méthode d'essai LC 26-400 en termes de nombre de passes, position et pression de la roue, la hauteur d'éprouvette et la force du vérin et en visant un pourcentage de vide (Vi) de cinq pour cent. Pour les essais en traction indirecte (*cf.* 2.4.3.2), le compactage a été réalisé par la presse à cisaillement de giratoire en visant ce même 5% de vide final dans l'éprouvette.

Le carottage et le sciage des éprouvettes ont été réalisés 24 heures après le compactage et en suivant les schémas présentés sur les figures 2-32 et 2-33. Les dimensions des éprouvettes sont présentées dans le tableau 2-10.

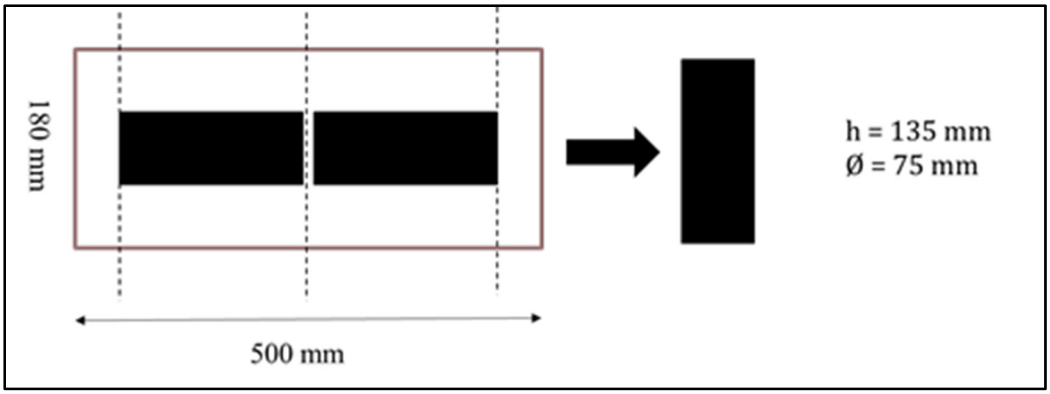


Figure 2-32 Schéma de carottage des éprouvettes pour les essais de module complexe et de fluage en configuration directe

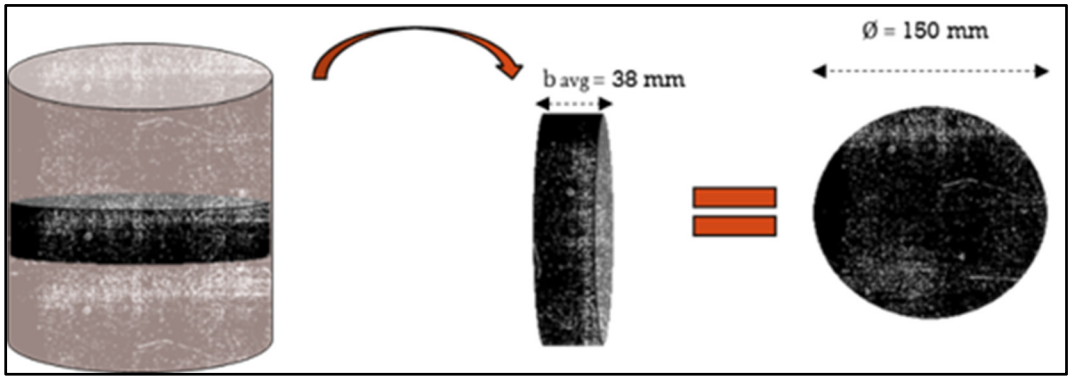


Figure 2-33 Schéma de sciage des éprouvettes pour l'essai de traction indirecte

Tableau 2-10 Dimensions des éprouvettes pour les essais thermomécaniques

Type d'essai	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)
Module complexe	75 ± 1	135 ± 2
Fluage en traction directe et en compression directe	75 ± 1	135 ± 2
Traction indirecte	150 ± 1	38 ± 1
Retrait thermique empêché	60 ± 1	200 ± 2

Le volume de vide des éprouvettes testées a été 4 % ± 1.

2.4.2 Épreuves de validation

2.4.2.1 Essai à la presse à cisaillement giratoire

Les essais à la presse à cisaillement giratoire ont été réalisés selon la méthode d'essai LC 26-003 et LC 26-004. Comme préalablement mentionné, l'essai consiste à mettre une masse bien déterminée d'enrobé foisonné dans un moule incliné, puis le compactage est réalisé à la fois par une force de cisaillement en rotation et une force résultante axiale appliquée par une tête mécanique. La contrainte appliquée est de 600 kPa.

Avant remplissage, le moule de 150 mm de diamètre a été préalablement chauffé à la température de compactage. Cette température est fixée en fonction du type de bitume d'apport utilisé. Au démarrage de cette thèse, elle a été 140 °C pour l'utilisation d'un bitume de grade PG 58-34. Cette température a été utilisée pour tous les enrobés étudiés.

Après fabrication, l'enrobé a été conditionné à l'étuve pendant 30 minutes à 140 °C avant la réalisation de l'essai.

La masse à introduire dans le moule a été calculée en utilisant la D_{mm} selon la formule (Eq.2.16) :

$$m = D_{mm} \times \frac{\pi \theta^2 h_{min}}{4 \times 1000} \quad (2.16)$$

Où

m : la masse à introduire dans le moule (g)

h_{min} : la hauteur pour laquelle l'enrobé est à 0 % de vides (mm)

Θ : diamètre du moule (150 mm).

2.4.2.2 Essai de tenue à l'eau

L'essai de tenue à l'eau consiste à déterminer l'évolution de résistance entre un enrobé conditionné dans l'air et ce même enrobé conditionné dans l'eau, à une température et pendant une durée déterminée. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes confectionnées à partir d'une même fabrication et divisés en deux lots.

L'essai a été réalisé selon les méthodes d'essai LC26-001 et LC26-060. La résistance à la déformation a été caractérisée selon la méthode Marshall. Cette dernière consiste à placer l'éprouvette d'enrobé dans la mâchoire de l'appareil Marshall et à appliquer une charge à vitesse constante (50,8 mm/min). À la fin de l'essai, la résistance maximale de l'éprouvette ainsi que la déformation subie sont mesurées.

Après la fabrication des enrobés (environ 10 kg), une réduction a été réalisée selon la méthode LC 26-010 afin d'avoir huit lots d'environ 1200 g par mélange. Après le conditionnement à la température de compactage (140 °C) pendant 30 minutes. Les échantillons ont été compactés par impact (compactage Marshall) en réalisant 40 coups sur chaque face afin d'avoir des éprouvettes de diamètre 104 mm et de hauteur comprise entre 55 mm à 65 mm. Le démoulage a été réalisé après 24 h de la confection des éprouvettes. Enfin, les densités brutes ont été vérifiées par pesées hydrostatiques et les résultats sont présentés dans le tableau 2-11.

Les éprouvettes confectionnées ont été séparées en deux lots de manière à avoir des densités très proches dans chaque lot. Le premier lot a été conditionné dans un bain d'eau à 60 °C pendant 30 à 40 minutes, pour un conditionnement en température. Puis, l'essai a été réalisé dans les 30 secondes à partir du moment où l'éprouvette n'est plus en contact avec l'eau. La charge maximale enregistrée a été corrigée par un facteur calculé par rapport à la hauteur de l'échantillon (LC 26-001).

Les échantillons du deuxième lot ont été saturés sous vide à l'aide d'un dessiccateur et une pompe sous vide. Une pression 30 mm HG (hauteur de mercure) a été maintenue à l'intérieur du dessiccateur pendant 30 minutes. Après avoir rajouté l'eau, l'ensemble a été placé dans un bain d'eau à 60 °C pendant une heure. Enfin la pression a été relâchée et les échantillons ont été maintenus dans le bain à 60 °C pendant 24 heures avant de réaliser l'essai.

Tableau 2-11 Résultats des mesures de densité brut

Enrobés		**Densité brute**
Référence	Lot 1	2,492 ± 0,002
	Lot 2	2,501 ± 0,003
20 % RAP 2	Lot 1	2,483 ± 0,007
	Lot 2	2,481 ± 0,008
3 % RAS	Lot 1	2,508 ± 0,006
	Lot 2	2,503 ± 0,006
17 % RAP 2 + 3 % RAS	Lot 1	2,508 ± 0,006
	Lot 2	2,503 ± 0,006
25,5% RAP 2 + 4,5% RAS	Lot 1	2,421 ± 0,010
	Lot 2	2,420 ± 0,010
34% RAP 2 + 6% RAS	Lot 1	2,434 ± 0,003
	Lot 2	2,436 ± 0,001

2.4.2.3 Essai d'orniérage

Les essais ont été réalisés sur des plaques de 50 mm d'épaisseur et les pourcentages d'orniérage ont été mesurés jusqu'à 30 000 cycles à 58 °C selon la méthode d'essai LC26-410.

La méthode de formulation LC fixe des limites à ne pas dépasser en termes de pourcentages d'orniérage, pour les enrobés de type ESG 10 les limites sont respectivement 10 % et 15 % à 1000 et 3000 cycles. La teneur en vides des plaques est toujours fixée à 5% pour l'ESG-10.

Les enrobés ont été compactés suivant la méthode LC 26-400. Après fabrication, ils ont été introduits directement dans les plaques de 50 mm. Le compactage a été réalisé suivant le plan proposé dans l'annexe C de la méthode LC 26-400 en termes de nombre de passes, position et pression de la roue, la hauteur d'échantillon et la force du vérin. Les éprouvettes confectionnées ont été mises à l'air libre pendant 48 h et par la suite, avant de démarrer l'essai, des pesées hydrostatiques ont été réalisées pour vérifier le pourcentage de vide. Ce dernier a été à 5 % ± 1 %.

L'essai a été réalisé en deux étapes. La première a été d'appliquer 1000 cycles à froid (température de la pièce). Puis la deuxième, 30 000 cycles ont été appliqués à de 58 °C ± 2.

2.4.3 Essais thermomécaniques

Les essais thermomécaniques effectués dans ce programme expérimental sont Le module complexe, le fluage (selon plusieurs configurations d'essai) et le retrait thermique empêché. Ils ont permis de caractériser le comportement thermomécanique de nos enrobés. Les essais sont décrits dans les sections suivantes.

2.4.3.1 Essai de module complexe

Les essais de mesure de module complexe (E*) ont été réalisés en traction-compression directe sur des éprouvettes cylindriques (Figure 2-34). Cette configuration d'essai permet d'avoir un

champ de contraintes et de déformations uniformes indépendantes de la position (essai homogène) facilitant ainsi d'identifier les paramètres de la loi de comportement.

Les essais ont été réalisés en se basant sur la méthode d'essai LC 26–700 proposée par le MTQ. Un chargement sinusoïdal piloté en mode déformation a été appliqué (Figure 2-35). Pour les températures d'essai inférieures à 0 °C, la déformation visée a été ± 40 με (40 μm/m) et pour les températures supérieures à 0 °C, la déformation visée a été ± 50 με (50 μm/m). Les essais ont été réalisés à cinq fréquences (0,1 Hz, 0,3 Hz, 1, 3 Hz et 10 Hz) et 8 températures (-30 °C, -20 °C, -10 °C, 0 °C, 10 °C, 20 °C, 30 °C et 40 ° C). Avant de commencer la sollicitation, un temps de conditionnement de quatre heures a été appliqué à chaque température d'essai afin de s'assurer que la température est homogène au sein de l'éprouvette. Un temps de repos égal à trois fois le temps de sollicitation a été appliqué après chaque sollicitation à une fréquence d'essai.

Les essais ont été réalisés de la température la plus basse vers la plus haute et de la fréquence la plus élevée vers la plus basse. Le nombre de cycles appliqués à chaque fréquence est donné dans le tableau 2-12.



Figure 2-34 Éprouvette cylindrique pour l'essai de module complexe

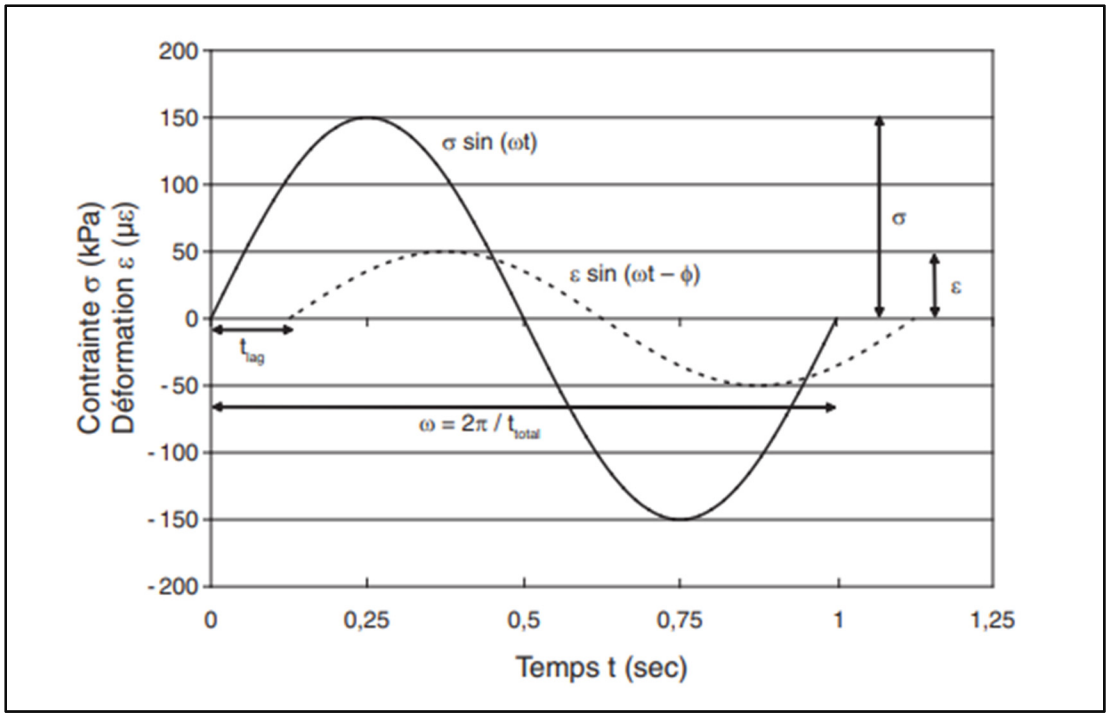


Figure 2-35 Contrainte et déformation cyclique de forme sinusoïdale (Doucet *and* Auger 2010)

Tableau 2-12 Fréquence et nombre de cycles pour la détermination du module complexe (LC 26-700)

Fréquence d'essai (Hz)	**Nombre de cycle**
0,1	10
0,3	13
1	30
3	50
10	100

Les essais de module complexe ont été réalisés sur toutes les formulations d'enrobé validé avec deux répétitions pour chacun.

2.4.3.2 Essais de fluage en traction indirecte

L'essai de fluage en traction indirecte a été réalisé sur la formulation de référence (sans matériaux recyclés) en se basant sur la norme d'essai AASHTO. Un chargement monotone a été appliqué sur les échantillons de forme cylindrique (diamètre = 150 mm et d'épaisseur = 38 mm). Le chargement a été piloté en mode contrainte. Les contraintes appliquées ont été fixées après des essais de linéarité. Durant ces derniers, deux critères ont été établis : 1) le chargement doit être assez élevé pour induire une déformation horizontale suffisante de sorte que le bruit dans le processus d'acquisition de données soit non significatif. 2) le chargement appliqué doit toujours être dans le domaine viscoélastique linéaire. La vitesse d'application de la charge a été fixée à 0,1 seconde puis le chargement a été maintenu constant pendant 300 secondes. L'essai a été réalisé à quatre températures variant de -20 °C à +10 °C avec un pas de 10 °C. Avant l'application de la contrainte, un temps de conditionnement en température de quatre heures a été réalisé. La mesure des déplacements a été assurée par l'utilisation de quatre extensomètres (deux de chaque face) (Figure 2-36).

Pendant l'essai, les déformations verticales et horizontales ont été mesurées et la fonction de fluage (le module de fluage) représente le rapport entre la déformation horizontale en fonction du temps et la contrainte statique appliquée selon l'équation donnée (Eq.2.17).

$$D(t) = \frac{\Delta X_{tm,t} \times D_{avg} \times b_{avg}}{P_{avg} \times GL} \times C_{cmpl} \tag{2.17}$$

$$C_{cmpl} = 0.6354 \times \left(\frac{X}{Y}\right)^{-1} - 0.332 \tag{2.18}$$

Où :

D (t) : le module de fluage au temps t (1/ kPa).

GL : longueur de la jauge de déformation (mm).

Davg : diamètre moyen de tous les échantillons (mm).

bavg : épaisseur moyenne de tous les spécimens (mm).

Pavg : charge de fluage moyenne (kN).

ΔXtm, t : moyenne ajustée des déformations horizontales normalisées de toutes les faces de l'échantillon au temps t. (mm / mm).

Ccmpl : facteur de correction (Eq.2.18).

X / Y : valeur absolue du rapport de la moyenne normalisée et ajustée des déformations horizontales (ie ΔXtm, t) à la moyenne normalisée et ajustée des déformations verticales (soit ΔYtm, t) à un instant correspondant à la moitié du temps de l'essai de fluage pour toutes les faces de l'échantillon.

Plus de détails par rapport à la réalisation de cet essai sont donnés dans le chapitre (*cf.* CHAPITRE 6).



Figure 2-36 Essai de fluage en traction indirecte

2.4.3.3 Essai de fluage en traction directe et en compression directe

Les essais de fluage en traction directe et en compression directe ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques (diamètre de 75 ± 1 mm et d'une hauteur de 135 ± 2 mm) en appliquant un chargement monotone de traction ou de compression pendant 300 secondes. Le chargement a été appliqué en mode contrainte. L'amplitude de la contrainte imposée a été fixée

en prenant en compte des résultats de module complexe. Pour chaque température d'essai, avant de démarrer l'essai de fluage et à la fin de celui-ci, un essai de module complexe partiel a été réalisé afin de vérifier que la limite viscoélastique du matériau n'a pas été dépassée. La mesure des déformations a été assurée par trois extensomètres. Quatre températures d'essai ont été utilisées allant de -20 ° C à 10 ° C avec un pas de 10 ° C.

Plus de détails par rapport à cet essai sont présentés dans CHAPITRE 6.

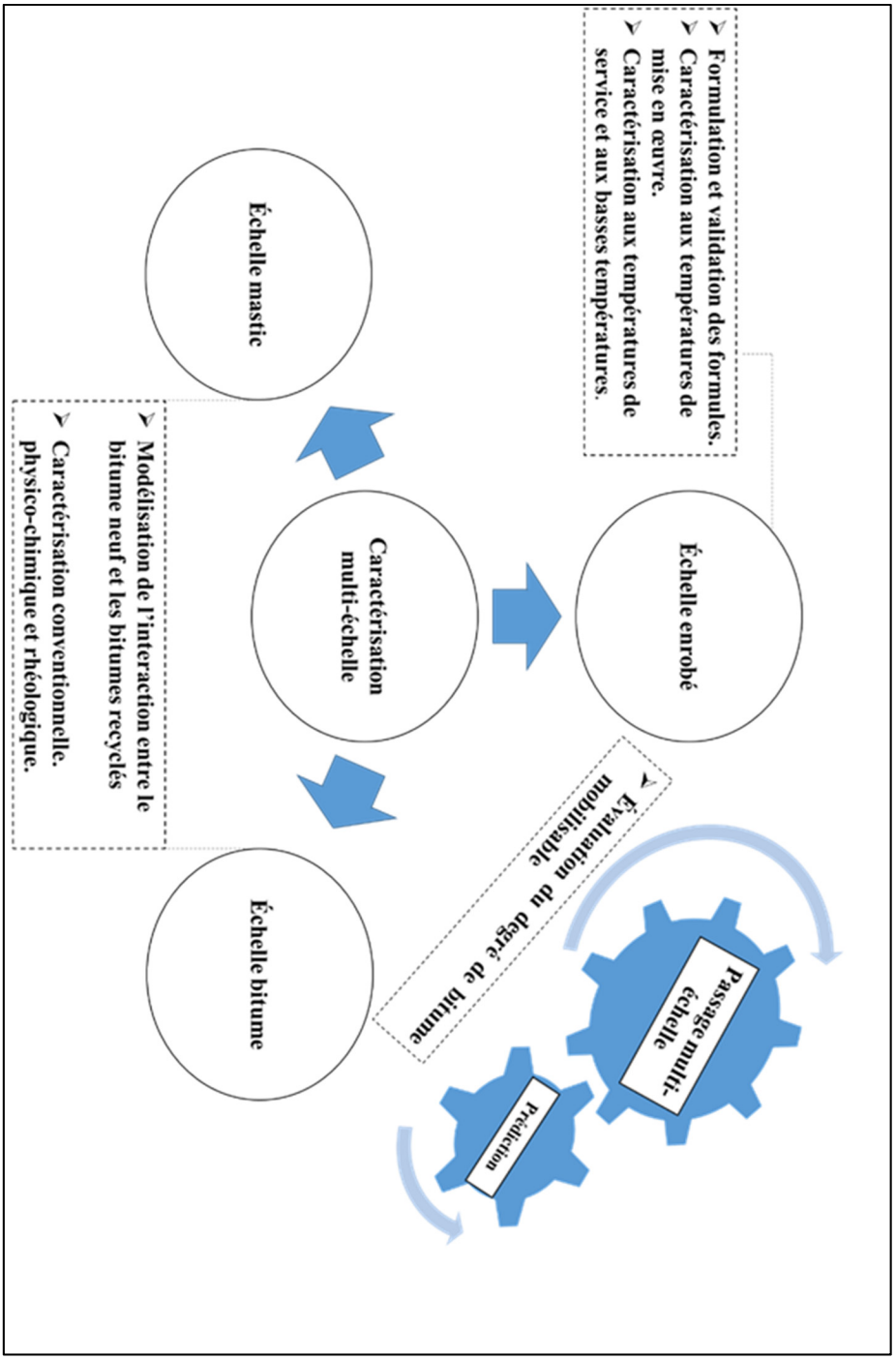
2.4.3.4 Essai de retrait thermique empêché

L'essai de retrait thermique empêché a été réalisé en appliquant une descente de température de 10 °C/h tout en bloquant la déformation ($\varepsilon = 0$). Après le collage des casques en aluminium à 25 °C, la température a été maintenue à 5 °C pendant quatre heures en laissant le pistant de chargement libre (déformation libre). Ensuite, le piston a été bloqué et le chargement thermique a été appliqué. Pendant l'essai, les contraintes de tractions ont été mesurées en fonction de la variation de température (Figure 2-37).



Figure 2-37 Essai de retrait thermique empêché

2.5 Logigramme récapitulatif du plan de travail



CHAPITRE 3

COMBINED RECYCLING OF RAS AND RAP: EXPERIMENTAL AND MODELING APPROACH

Abdeldjalil Daoudi[1], Anne Dony[2], Alan Carter[1], Layella Ziyani[2], Daniel Perraton[1]

1 École de technologie supérieure, Montréal / ÉTS, Montréal, Canada
2 École Spéciale Travaux Publics, Paris / ESTP, Paris, France.
abdeldjalil.daoudi.1@etsmtl.net.

RILEM International Symposium on Bituminous Materials (ISBM Lyon, December 2020)

3.1 Abstract

The use of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) and Recycled Asphalt Shingles (RAS) in combination with new materials in asphalt mixes appears to be a good solution to achieve economic and environmental benefits while maintaining or increasing the performances. The main objective of this work is to verify the application of the two blending laws for the prediction of conventional, physicochemical and rheological parameters at the binder scale. After extraction and recovery operations of RAP and RAS binders, the recovered binders were mixed with a virgin bitumen (PG 58-34) in several recycled bitumen ratios (RBR) up to 40%wt. The blends were characterized by conventional (penetration and Ring and Ball softening point), rheological (shear complex modulus) and physicochemical (Infrared spectroscopy (FTIR), Differential Scanning Calorimetry (DSC)) tests to compare the mechanical behavior, the oxidation levels and the glass transition temperature. The 2S2P1D model was used to fit experimental shear complex modulus data. The proposed models describe well the experimental data from conventional, rheological and physicochemical tests.

Keywords: Recycling; RAS and RAP; rheology; 2S2P1D model

3.2 Introduction

Both for environmental and economic concerns, the use of recycled material in the pavement is more and more important for the companies. Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) is one of the most used materials. It consists of about ~ 95%wt of aggregates and ~ 5%wt of binder aged during its life on the road (mechanical + thermal ageing). Post-consumer Recycled Asphalt Shingles (RAS), initially used for roofing materials especially in North America, can also be reused for road construction in combination with virgin materials. These RAS can contain about 25%wt to 40%wt of a hard bituminous binder. At the end of their life cycle, they are recovered and shredded to be combined with new materials in the manufacture of Hot Mix Asphalt (HMA). The combined use of RAP and RAS seems to be a good way to reduce costs and employment of non-renewable natural resources (bitumen and aggregates), and to reduce the energy and emission associated with the extraction and transportation of the new material. However, it is important to consider the different natures of materials, in particular the bitumen, and so to know their influence on the final material to ensure a good behavior under traffic and climatic conditions throughout its service life.

3.3 Literature Review

In Canada, the Quebec Ministry of Transport's LC 4202 standard allows using up to 20%wt of RAP with 100% of active binder, up to 3%wt of RAS for surface layers and 5%wt for base layers with 25% of active binder. The standard also allows to use up to 20%wt of a combination of recycled materials, for example RAP + RAS.

Several studies focusing on RAP or RAS bitumen mobilization rate and on the problem of the blend between the virgin bitumen and the recycled binders (bitumen from RAP or RAS) are proposed. Zhao et al. (Zhao, Huang et al. 2015) have developed a chemical method using the GPC (Gel Permeation Chromatography) test to study the mobilization rate of RAP and RAS materials. The results show that RAP binder mobilization rate de-creases with the increasing RAP content in the mixture. The mobilization rate could reach 100% at low RAP contents

(10% and 20%). For RAS, the mobilization rate reaches a peak at 5% of RAS content and then starts to decrease with the increase of RAS content.

Navaro et al. (Navaro, Bruneau et al. 2010) have used the sequenced extraction associated with carbonyl indexes determination to show the importance of manufacturing conditions (time and mixing temperature) on the homogeneity of the blend between the two binders (virgin and from RAP) in a recycled asphalt.

Im and Zhou (Im and Zhou 2014) have dealt with the problem from a rheological point of view; the authors have proposed to investigate the variation of PG H-L temperature with addition of RAS and RAP binder. Different percentages of virgin, RAP and RAS binders were blended and then evaluated through DSR and BBR tests in terms of the high and low PG temperatures. The result shows that the increase of PG H-L temperatures is not linear, but it is possible to approximate it as linear until 30%wt RAS binder.

Shell bitumen book proposes two equations (blending laws Eqs. 3.1, 3.2) for the prediction of the conventional characteristics (penetration and ring and ball temperature) for the blend of two bitumen with the same nature (same crude oil):

$$\text{Log}(P) = a \times \text{Log}(P1) + b \times \text{Log}(P2) \tag{3.1}$$

$$T = a \times T1 + b \times T2 \tag{3.2}$$

P and T are respectively the penetration and the ring and ball temperatures of the blend. P1 and P2 are the penetration of bitumen 1 and bitumen 2 at the same temperature. T1 and T2 are the ring and ball temperatures of bitumen 1 and bitumen 2 and a and b are the proportion by weight respectively of the bitumen 1 and bitumen 2 in the blend. These two laws are widely used in Europe for the determination of the characteristics of a bitumen mixture containing RAP (NF EN 13108-1 annex A).

Mangiafico et al. (Mangiafico, Sauzéat et al. 2016) have worked on the variation of the parameters of 2S2P1D's model with the variation of RAP binder rate in the blend. The 2S2P1D is a rheological model proposed by Olard et al. (Olard and Di Benedetto 2003) consisting of two elastic (spring) elements, two parabolic creep elements and one viscous (dashpot) element, each one associated with a corresponding constant of the following equation (Eq.3.3):

$$G^*(\omega) = G_{00} + \frac{G_0 - G_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (3.3)$$

ω is the pulsation. τ is the characteristic time, accounting for the Time-Temperature Superposition Principle. G_0 and G_{00} are respectively the value of the shear complex modulus at very high frequency (glassy) and at very low frequency (static); k, h, δ and β are shape parameters, dimensionless constants.

Mangiafico et al. (Mangiafico, Sauzéat et al. 2016) have generalized the equations Eqs 3.4 and 3.5 for the prediction of the parameters of 2S2P1D model.

$$\log (Bx\%) = \log (B0\%) + x\,[\log (BRAP) - \log (B0\%)] \quad (3.4)$$

$$Ax\% = A0\% + x\,[ARAP - A0\%] \quad (3.5)$$

A and B are generic terms representing the different 2S2P1D parameters following linear (G0, k, h, δ, β) and logarithmic (τ) tendencies and x is the amount by weight of RAP binder in the mix.

It is noted that the equations proposed by Shell for the prediction of penetration (Eq.3.1) and ring and ball temperature (Eq.3.2) of bitumen mixes have the same form than the two equations proposed by Mangiafico et al.
assuming that:

$$a + b = 1 \quad (3.6)$$

Eqs 3.1 and 3.2 will be 3.7 et 3.8:

$$\text{Log}(P) = \text{Log}(P1) + b\,[\text{Log}(P2) - \text{Log}(P1)] \quad (3.7)$$

$$T = T1 + b\,(T2 - T1) \quad (3.8)$$

The main objective of this work is to verify the possibility of a generalization of the two blending laws for the prediction of the conventional, physicochemical and rheological parameters. We take as a hypothesis that the linear logarithmic equation is used for parameters depending on temperature (penetration, complex modulus….) and the classic linear equation is used for parameters independent of the temperature (ring and ball temperature, CO indexes….). A third term is added to describe the RAS binder in the blend Eqs 3.9 and 3.10.

$$\log(B_{x\%}) = \log(B_{0\%}) + x\,[\log(B_{RAP}) - \log(B0_{\%})] + y\,[\log(B_{RAS}) - \log(B_{0\%})] \quad (3.9)$$

$$A_{x\%} = A_{0\%} + x\,[A_{RAP} - A_{0\%}] + y\,[A_{RAS} - A_{0\%}] \quad (3.10)$$

A and B are generic terms representing the different parameters from conventional tests, physicochemical tests, rheological tests and the parameters of 2S2P1D model and x and y are respectively the content by weight of RAP binder and RAS binder in the mix.

3.4 Materials and Methodology

For this work, a non-modified PG 58-34 was used as virgin binder. The penetration and the ring and ball temperature of this bitumen are respectively 153 ± 1 1/10 mm and 43 ± 0.1 °C. The RAP material came from Montréal region and contained 5.44%wt of bitumen (13 ± 1 1/10 mm for penetration and 80 ± 0.1°C for ring and ball temperature). The RAS material was from post consummation and contained 22.9%wt. of bitumen (2 ± 1 1/10 mm for penetration and 135 ± 0.1°C for ring and ball temperature).

The Asphalt analyzer was used for the extraction of RAP bitumen and RAS bitumen, a specific procedure was applied for RAS because of its high bitumen content. Twelve blends were prepared with the three binders (virgin PG 58-34, RAP binder, RAS binder) by varying the percentage of recycled materials. Three cases were studied, given in Table 3-1.

Conventional tests were performed according to the European standards EN 1426 and EN 1427. For the physicochemical parameters, two tests were achieved, Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) test was used to measure and compare the ageing of mixes with the determination of CO indexes (carbonyl indexes). Then, the differential scanning calorimetry (DSC) test involved studying glass transition temperature of materials. The rheological characterization tests were carried out using a Kinexus dynamic shear rheometer (DSR) at eleven temperatures from -35 °C to 65 °C and a frequency sweep between 0.1 Hz to 10 Hz.

Table 3-1 Bitumen mixes tested

RAP Binder / Virgin Binder		**RAS Binder / Virgin Binder**		**Virgin Binder /RAP Binder /RAS Binder**	
RAP Binder / Virgin Binder		**RAP Binder / Virgin Binder**		**RAP Binder / Virgin Binder**	
RAPB/VB (%)	**RAPB/VB (g)**	**RAPB/VB (%)**	**RAPB/VB (g)**	**RAPB/RASB/VB (%)**	**RAPB/VB (g)**
15/85	10.5/59.5	3.0/97.0	2.1/67.9	13.5/1.5/85.0	9.5/1.1/59.5
20/80	14.0/56.0	4.5/95.5	3.2/66.9	17.0/3.0/80.0	11.9/2.1/56.0
30/70	21.0/49.0	6.0/94.0	4.2/65.8	25.5/4.5/70.0	17.9/3.2/49.0
40/60	28.0/42.0	-	-	30.0/5.0/65.0	21.0/3.5/45.5
-	-	-	-	34.0/6.0/60.0	23.8/4.2/42.0

3.5 Results and discussion

The penetration and Ring and Ball results are reported in Figure 3-1. The more we add recycling materials, the more we have a hardening effect on the virgin binder. This hardening follows a linear trend with a very good R^2. The predicted points (PRED) were calculated using Eq.3.93.9 for penetration and Eq.3.10 for R&B temperature. The prediction seems to be quite good for mixes containing RAP and RAS until 40% and for all the other mix. The tendency to overestimate the needle penetration values is probably related with the degree of blending between the three bitumen.

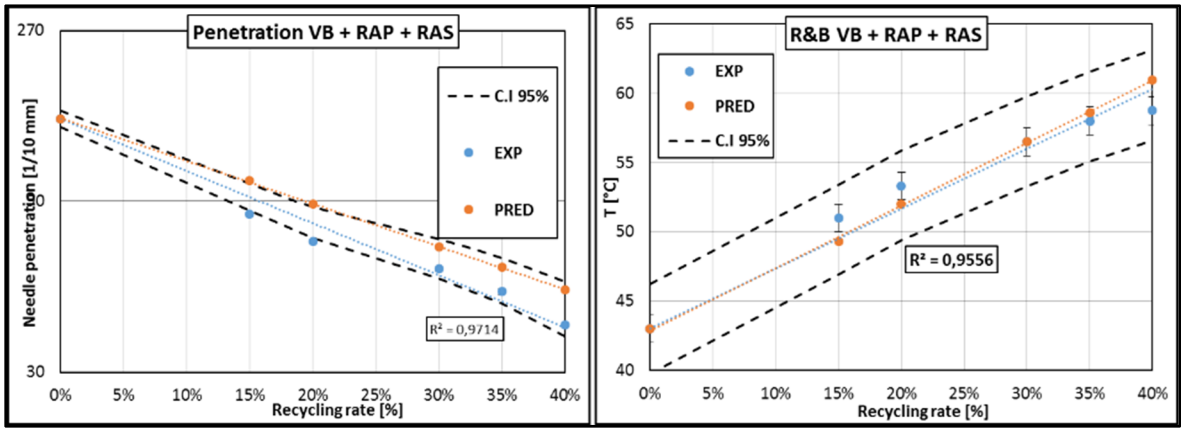


Figure 3-1 Variation of conventional parameters with the variation of recycling rate

The results of FTIR and DSC tests are presented in Figure 3-2. For FTIR the experimental points show a linear increase of the ageing C=O index with increasing the amount of recycled materials with a very good regression coefficient (0.96). The same tendency is noticed for the glassy temperature (DSC test). The predicted points were calculated using Eq.3.9 and seem to describe the experimental points well.

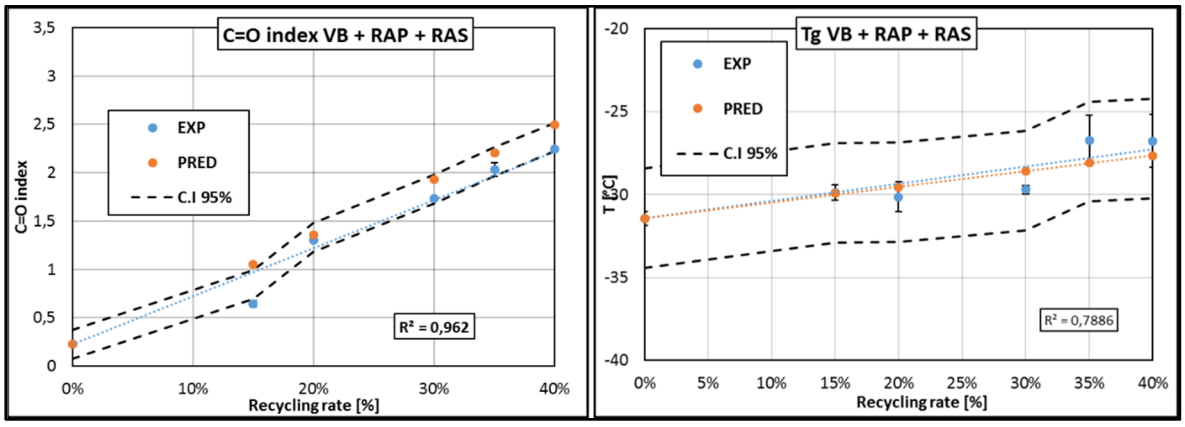


Figure 3-2 Variation of physicochemical parameters with the variation of recycling rate

Figure 3-3 shows the experimental results of shear complex modulus tests and the modeling with 2S2P1D. The calibration of 2S2P1D model was performed by minimizing the error

between the experimental points and the points from 2S2P1D (the blue curves). For all the mixes tested the error is ± 5% for |G*| and ± 3° for the phase angle.

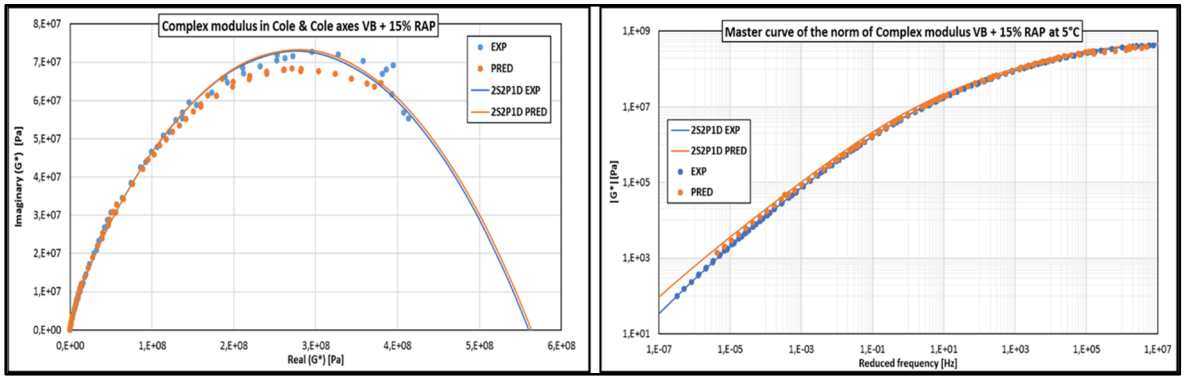


Figure 3-3 DSR results in Cole-Cole and master curve representations for the blend containing 15% of RAP binder

The orange points were calculated using Eq.3.9 and seems to describe the experimental points (the blue points) very well. The shape parameters (k, h, δ, β) for 2S2P1D model were predicted using Eq.3.9 and the parameter τ (2S2P1D PRED) were predicted using Eq.3.10. The results describe very well the experimental points and the predicted points with ± 5% for |G*| and ± 3° for the phase angle until 45 °C with a maximum error of |G*| of around 30%. It was very difficult to test the RAS binder especially at low temperatures and high frequency, so are trying to use the back calculation from Eqs. 3.9 , 3.10 to predict the rheological behavior of RAS binder.

3.6 Conclusion and Perspectives

The main objective of the work was to verify the application of two blending laws for the prediction of conventional, physicochemical and rheological characteristics. Three cases of blending were studied namely: Virgin Binder + RAP Binder, Virgin Binder + RAS Binder and Virgin Binder + RAP Binder + RAS Binder. The proposed mixing laws allow:

- Good prediction for RAP binder until 40%
- Acceptable prediction until 6% RAS

- Good prediction for VB+RAPB+RASB until 40% recycling
- Good prediction of the parameters of 2S2P1D model

The next step of this work is the prediction of the linear viscoelastic (LVE) behavior of asphalt mixes containing a mix of RAP and RAS (virgin materials + RAP + RAS) from the rheological behavior of the corresponding binder and to verify the evaluation of the amount of “active” binder from recycled materials.

CHAPITRE 4

RHEOLOGICAL MULTI-SCALE EVALUATION OF RAP AND RAS BINDER MOBILISATION IN HOT MIX ASPHALT

Abdeldjalil Daoudi[1], Anne Dony[2], Daniel Perraton[1], Alan Carter[1]

1 École de technologie supérieure, Montréal / ÉTS, Montréal, Canada
2 École Spéciale Travaux Publics, Paris / ESTP, Paris, France.
abdeldjalil.daoudi.1@etsmtl.net.

Submitted for publication in Road Materials and Pavement Design (RMPD) (20-10-2020)

4.1 Abstract

The use of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) and Recycled Asphalt Shingles (RAS) in combination with new materials in asphalt mixes appears to be a good solution to achieve economic and environmental benefits while maintaining or increasing the performances. The main objectives of this work are to evaluate the binder mobilisation rate from recycled materials and to predict the linear viscoelastic (LVE) behaviour of asphalt mixes containing a mix of RAP and RAS from the rheological behaviour of the corresponding binder. The multi-scale approach adopted here goes from the binder scale to the mix scale. In the first experimental part, at the asphalt mix scale, the LVE behaviour of several asphalt mixes containing different percentages of RAP and RAS (0 to 20%wt.) were characterized by direct traction/compression tests. At the bituminous binder scale, after extraction and recovery operations of bitumen from RAP and RAS, the recovered binders were mixed with the virgin bitumen (PG 58-34) in several recycled bitumen ratio (RBR) up to 40%wt. The blends were characterized by conventional (penetration and Ring and Ball softening point) and rheological (shear complex modulus) tests. The 2S2P1D model was used to fit experimental data for both binders blends and asphalt mixes. Shift-Homothety-Shift and in time-Shift transformation (SHStS) was applied to verify the correspondence of LVE behaviours of related binders and

asphalt mixes. The results enable to confirm that the totality of RAP binder was mobilised and up to 50% in the case of RAS.

Keywords: Mobilisation rate, active binder, Reclaimed Asphalt Pavement (RAP), Recycled Asphalt Shingles (RAS), SHStS transformation, Rheology.

4.2 Introduction

Both for environmental and economic concerns, the use of recycled material in pavement is more and more important for companies and road owners. Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) is now a commonly used material. It consists of about 95%wt of aggregates and 5%wt of bituminous binder aged during its life on the road (mechanical + thermal ageing). Post-consumer Recycled Asphalt Shingles (RAS), initially used as roofing materials especially in North America, can also be reused for road construction in combination with virgin materials. These RAS can contain 25% to 40%wt of bituminous binder combined with fine aggregates and fibers. At the end of their life cycle, they are recovered and shredded to be combined with new materials in the manufacture of Hot Mix Asphalt (HMA). The combined use of RAP and RAS seems to be a good way to reduce costs and to reuse non-renewable natural resources (bitumen and aggregates), while reducing energy and emission associated with the extraction and transportation of the new material. However, it is important to consider the different natures of materials, in particular the recycled bitumen, in order to understand their influence on the final material to ensure a good behaviour under traffic and climatic conditions throughout its service life.

In Canada, the Quebec Ministry of Transportation's LC 4202 standard allows using up to 20% wt of RAP materials (considering 100% of bitumen mobilisation rate) and up to 3% wt of RAS for surface layers and 5% wt for base layers (considering 25% of bitumen mobilization rate). The standard also allows to use up to 20% wt of a combination of recycled materials for example RAP + RAS.

Several studies focusing on RAP or RAS bitumen mobilization rate and on the problem of the blend between the virgin bitumen and the recycled binders (bitumen from RAP or RAS) are proposed (Ding, Huang et al. 2017, Yu, Shen et al. 2017, Ding, Huang et al. 2018, Lo Presti, Vasconcelos et al. 2019). However, no clear definition of these two issues is available in the literature. We define the mobilization rate as the amount of bitumen included in recycled materials that can interact with the virgin binder. The problematic of the blend represents the degree of homogeneity between recycled bitumen and the virgin one and the characteristics (physicochemical and rheological) of the final bitumen.

Recently Oreskovic et al. (Orešković, Pires et al. 2020) presented a literature review of the methods that are used to quantify the bitumen mobilization rate and to evaluate the homogeneity between recycled binders and the virgin one. Methods are grouped in four macro-areas: mechanistic, mechanical, chemical and visualization approaches.

Zhao et al. (Zhao, Huang et al. 2015) have developed a chemical method using the Gel Permeation Chromatography (GPC) test to study the bitumen mobilization rate of RAP and RAS materials. The results show that the RAP Bitumen mobilization rate decreases with the increasing RAP material content in the mixture. The mobilization rate could reach 100% at low RAP contents (10% and 20%). For RAS, the mobilization rate reached a peak of ~ 60% at 5% of RAS content and then started to decrease with increasing RAS content.

Navaro et al. (Navaro, Bruneau et al. 2010) refer to carbonyl indexes determination from leaching test series of soak RAP particles coated with virgin bitumen to show the importance of manufacturing conditions (time and mixing temperature) on the homogeneity of the blend between the two binders (virgin and from RAP) in a recycled asphalt mixture.

The rheological behaviour of bitumen and asphalt mixes is very complex and it depends strongly on the temperature, the frequency and the strain amplitude $|\varepsilon|$. For the small deformation domain, the behaviour can be considered as linear viscoelastic (LVE) (Di Benedetto and Corté 2004, Huang 2004). The characterisation of the LVE behaviour of

bituminous materials is generally performed using complex modulus tests. It consists of evaluating the response of materials under sinusoidal cyclic loading at several temperatures and frequencies. At the binder scale, the test can be done with several configurations. For example, the Dynamic Shear Rheometer apparatus (DSR) offers the possibility of having shear complex modulus (G*) unlike Métravib apparatus which allows having complex modulus in traction compression configuration (E*). The viscoelastic theory offers the possibility to get E* directly from G* using Poisson's ratio (ν) (Eq.4.1). At the asphalt mix scale, the LVE behaviour is generally characterised by traction compression complex modulus E* (Daoudi, Perraton et al. 2020).

$$E^*=2\,(1+\nu^*)\,G^* \tag{4.1}$$

Since the tests are performed at specific temperatures and loading rates, rheological models can be used to describe the behaviour completely. 2S2P1D is a rheological model with a continuous spectrum allowing describing the LVE behaviour of bituminous materials with very good precision. As shown in Figure 4-1, it consists of two springs (2S), two parabolic elements (2P) and one dashpot (1D) (Eq.4.2 & 4.3) (Olard 2003, Olard and Di Benedetto 2003).

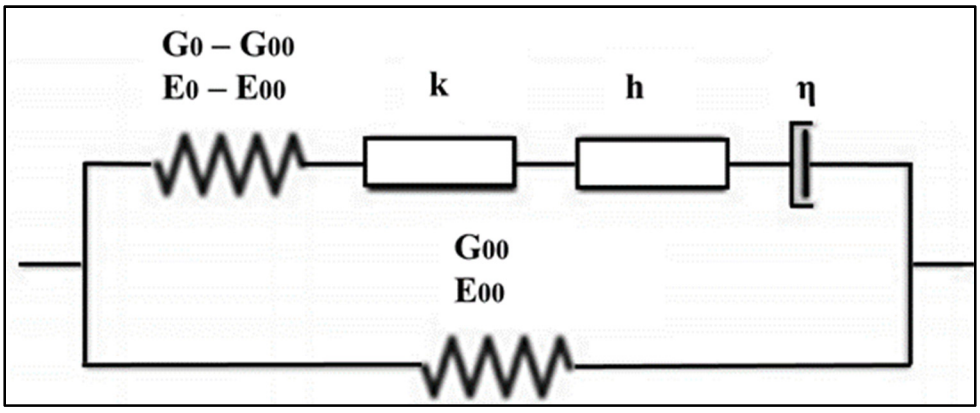


Figure 4-1 2S2P1D model

$$E^*(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \tag{4.2}$$

$$G^*(\omega) = G_{00} + \frac{G_0 - G_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (4.3)$$

Where:

E_0 and G_0: The value of the complex modulus when $\omega\tau \to \infty$ (static modulus).

E_{00} and G_{00}: The value of the complex modulus when $\omega\tau \to 0$ (glass modulus).

For unmodified bitumen E00 or G00 = 0 MPa

ω: The angular frequency ($\omega = 2\pi f$, where f is the frequency).

τ: The characteristic time for the time – temperature superposition.

δ, k and h: Dimensionless constants and β is a dimensionless parameter, related to Newtonian viscosity η.

According to several studies (Nguyen, Di Benedetto et al. 2013a, Pham, Sauzéat et al. 2015) the shape parameters (k, h, δ and β) depend only on the bitumen, which means that for different asphalt mixes manufactured with a given bitumen, the shape parameters remain the same. k, h, δ and β can be calibrated by comparing the normalized complex modulus of both asphalt mix and its corresponding bitumen, especially in Cole-Cole representation (Eq.4.4).

$$E^*_{norm} = \frac{E^* - E_0}{E_0 - E_{00}} \quad (4.4)$$

The normalized modulus (E^*_{norm}) allows comparing the LVE behaviour of materials without the influence of asymptotic moduli (E_0 and E_{00}) which are influenced by the granular skeleton and air voids content (Pham, Sauzéat et al. 2015). The analysis of E^*_{norm} in Cole-Cole representation and Black space allows to judge the general shape of complex modulus results. Having two superimposed curves of E^*_{norm} means that they have the same shape and consequently the same shape parameters of 2S2P1D model. Several studies show that asphalt mixes have the same E^*_{norm} as their corresponding binders (Olard 2003, Mangiafico 2014). Based on that, Di Benedetto et al.(Di Benedetto, Olard et al. 2004, Pouget, Sauzéat et al. 2010) propose a very simple equation to predict the mechanical behaviour of asphalt mixes from the rheological behaviour of their corresponding binder; the Shift-Homothety-Shift, in time-Shift

transformation (SHStS). The SHStS, Eq.4.5, corresponds to a simple homothetic transformation of the binder curve in the Cole-Cole plane and it is independent from any rheological model (Di Benedetto, Olard et al. 2004).

$$E^*_{Asphalt\ mix} = E_{00\ Asphalt\ mix} + [E^*_{Bitumen}(10^{\alpha}\omega, T) - E_{00\ Bitumen}]\frac{(E_0 - E_{00})_{Asphalt\ mix}}{(E_0 - E_{00})_{Bitumen}} \quad (4.5)$$

The transformation depends on asymptotic moduli E_0 and E_{00} of the asphalt mix and the binder and a parameter α. According to Di Benedetto et al. (Di Benedetto, Olard et al. 2004, Pouget, Sauzéat et al. 2010), α depends only of the granular skeleton and the degree of ageing after manufacturing asphalt mix.

For the determination of α, several studies propose to analyse the variation of the characteristic time (Log ($\tau_{0\ mix}$)) of asphalt mixes which have the same granular skeleton but different bitumen vs the characteristic time (Log ($\tau_{0\ Bitumen}$)) of their corresponding bitumen (Olard 2003, Di Benedetto, Olard et al. 2004, Pouget, Sauzéat et al. 2010, Nguyen, Di Benedetto et al. 2013a, Mangiafico, Sauzéat et al. 2016). The obtained relationship is of the form (Eq.4.6).

$$\tau_{0\ mix} = 10^{\alpha}\tau_{0\ Bitumen} \quad (4.6)$$

Where:

τ_0: The characteristic time at the reference temperature.

It is interesting to understand the physical meaning of α. First, Di Benedetto et al.(Di Benedetto, Olard et al. 2004) propose to use a micromechanical approach. The proposed model depends on binder complex modulus (E^*_{binder}), aggregates Young's modulus (E_a), the equivalent thickness of bitumen (e), and the equivalent contact surface between aggregates (s) (Eq.4.7):

$$\alpha = \frac{-1}{h} \times log\left[\frac{(s - s \times e + e) \times E_a}{(s - s \times e + e) \times E_a + (1 - s - e - s \times e)E_{00\ Bitumen}}\right] \quad (4.7)$$

Where:

h: fitting parameter from 2S2P1D model.

s: the equivalent aggregate contact surface.

e: the equivalent binder thickness.

According to the authors (Di Benedetto, Olard et al. 2004) , the proposed micromechanical model was too simple to explain the physical meaning of α; however, the approach was very interesting and provided a solid basis for generating a more sophisticated model. Falchetto , Moon and Riccardi (Falchetto and Moon 2015, Riccardi, Falchetto et al. 2017, Riccardi, Falchetto et al. 2018) propose a micromechanical–analogical model, called MCF model, to link α to the volumetric properties of the mixture microstructure. In this model, the asphalt mixture is schematised in two blocks made of three different phases: aggregate, asphalt mastic and air voids. The first block consists of an aggregate dominant component, while the second is mainly governed by the behaviour of mastics. According to this model, the following expression of α is obtained (Eq.4.8) :

$$\alpha = \frac{-1}{h} \times \log \Omega(A_1, A_2, M_1, M_2, V_1, V_2) \quad (4.8)$$

Where:

Ω is function of the volumetric of aggregates, asphalt mastic and air voids of the two parts composing the MCF model: A_1 and A_2, M_1 and M_2 and V_1 and V_2.

4.3 Objective and research approach

The main objectives of this work is to evaluate the mobilization rate (the active bitumen) of recycled materials within predicting the linear viscoelastic (LVE) behaviour of asphalt mixes containing a mix of RAP and/or RAS from the rheological behaviour of the corresponding binder.

To achieve the goal of this study, a comparison between of the LVE behaviour of asphalt mixes made with recycled materials and their supposed corresponding binder (blends between virgin and recycled bitumen) was done. First, an experimental part is achieved at the binder scale and at the asphalt mix scale. It consists of determining the LVE behaviour for both binders and asphalt mixes. Then, a modelling part is done using 2S2P1D model. Shift-Homothety-Shift, in time-Shift transformation (SHStS) is applied afterwards to verify the correspondence of LVE behaviours of related binders and asphalt mixes (Figure 4.2).

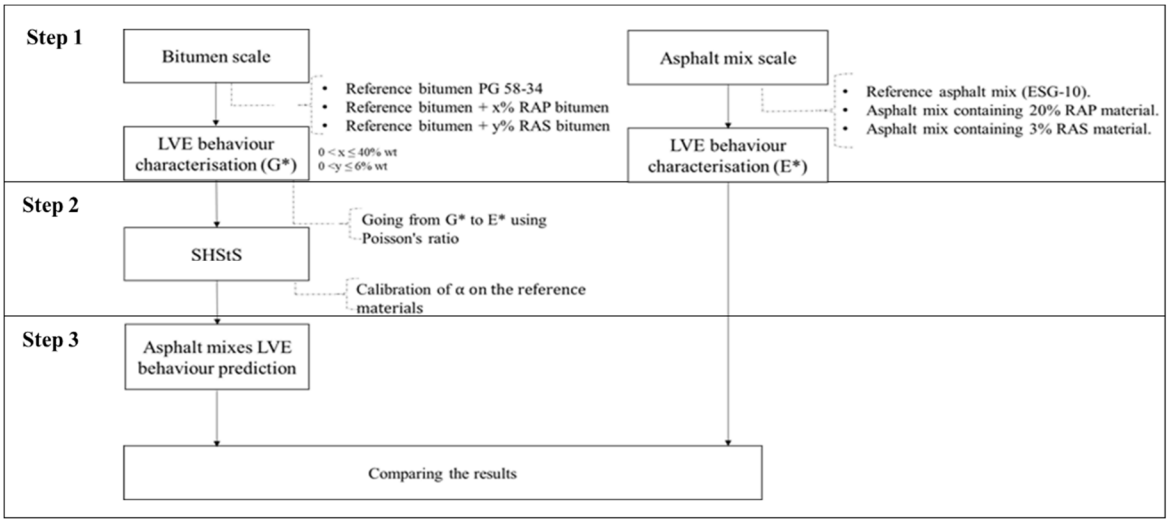


Figure 4-2 Work plan

4.4 Materials and methods

The study was conducted on a classic 0-10mm asphalt mix for surface layers, namely ESG-10. The gradation is given in Figure 4-3. The bitumen is an unmodified PG 58-34, the penetration and the ring and ball temperature of this bitumen are respectively 153 ± 1, 1/10 mm and 43 ± 0.1 °C. The mixing temperature used was 155 °C, and the compaction temperature 140 °C. The aggregates were heated 15 °C more than the bitumen as indicated in the LC (26-003) Canadian test method, i.e.,170 °C.

Two recycled materials were used in this study: RAP and RAS. The RAP material comes from Montreal region; it contains 5.44% wt of bitumen. RAS material was from post consummation and contains 22.90%wt of bitumen. According the Canadian representation, the gradations of RAP and RAS materials are shown in Figure 4-3.

Recycled bitumen (called RAP_B and RAS_B) were extracted with solvent and recuperated and characterised using the European method [EN-1426, EN-1427]. Their characteristics are given in Table 4-1.

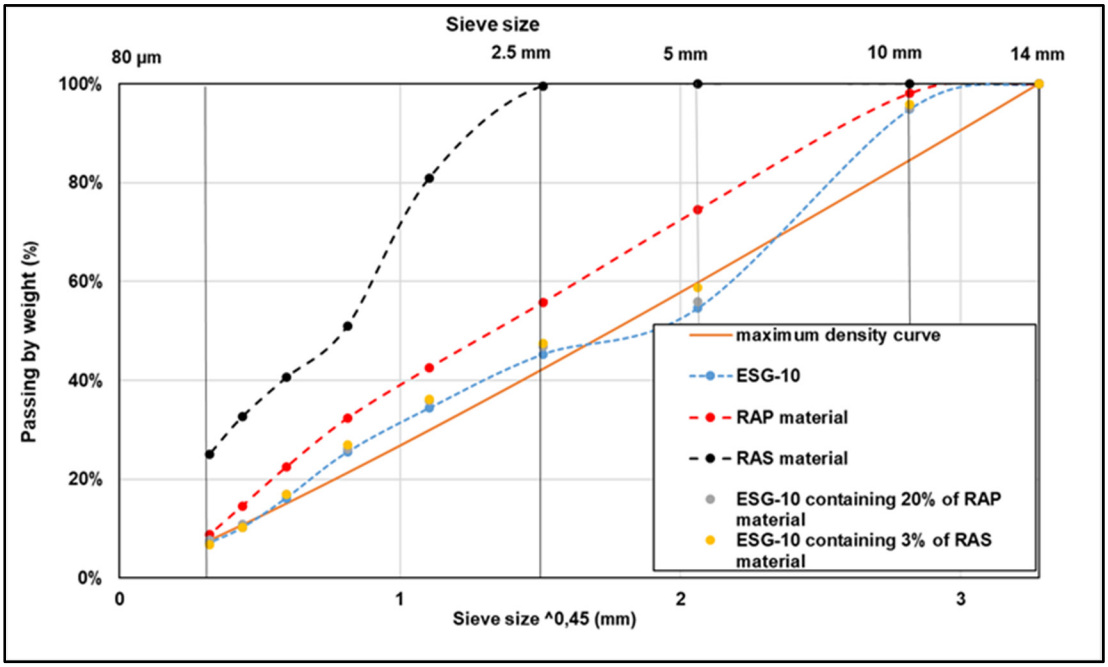


Figure 4-3 Materials gradation

Table 4-1 Conventional parameters of recycled bitumen

	RAP_B	**RAS_B**
Penetration (25°C) (1/10mm)	13 ± 1	2 ± 1
R&B softening point (°C)	80 ± 0.1	135 ± 0.1

At the asphalt mix scale, in addition to the reference one, two different asphalt mixes containing the maximum recommending of RAP (20% wt) and RAS (3% wt) materials were formulated referring to the Canadian method LC 26-003. For all the asphalt mixes, the effective volume of bitumen (%Vbe) was fixed at 12.2% compared to the total volume of the asphalt mixes, it corresponds to a bitumen content of 5.14% by weight. According to the standard, the bitumen mobilisation rate was considered 100% for the RAP and 25% for the RAS. This means that the supposed recycled bitumen ratio (RBR) were 21.2% and 3.3% respectively calculated using (Eqs. 4.9, 4.10 and 4.11) as given in the standard. The information about asphalt mixes are presented in Table 4-2.

$$\mathrm{RBR} = \mathrm{P}_{\mathrm{bm\ (RAP\ or\ RAS)}} / \ 5.14\% \tag{4.9}$$

$$P_{bm\ RAP} = (20\% \times 5.44\%) \times 100\% \tag{4.10}$$

$$P_{bm\ RAS} = (3\% \times 22.9\%) \times 25\% \tag{4.11}$$

Where:

P_{bm} RAP: the percentage of the mobilised RAP bitumen relative to the total mass of the asphalt mix.

P_{bm} RAS: the percentage of the mobilised RAS bitumen relative to the total mass of the asphalt mix.

Table 4-2 Asphalt mixes

	RAP content (%wt)	RAS content (%wt)	Bitumen in asphalt	New bitumen PG 58-34 (%wt)	RAP_B (%wt)	RAS_B (%wt)	The supposed RBR (%wt)
Reference	0%	0%	**Total**	5.14%	0%	0%	0%
			Supposed Mobilized	5.14%	0%	0%	
20% RAP	20%	0%	**Total**	4.06%	1.08%	0%	21.2%
			Supposed Mobilized	4.06%	1.08%	0%	
3% RAS	0%	3%	**Total**	4.97%	0%	0.69%	3.3%
			Supposed Mobilized	4.97%	0%	0.17%	

At the binder scale, the virgin bitumen (PG 58-38) was blended with different percentages of RAP_B and RAS_B. Seven blends were made with recycled bitumen ratio (RBR) between 3% and 40% wt. Table 4-3 presents the different combination of bitumen blends.

The virgin bitumen + 20%wt of RAP_B (RBR = 20%) corresponds to the binder included in the asphalt mix containing 20% wt of RAP materials if the mobilisation rate is ~ 100% (95%). If the mobilisation rate is 75% the corresponding binder is the virgin bitumen + 15%wt of RAPB (RBR = 15%). The same reasoning is applied when using RAS. If the mobilisation rate is 25%, 37.5% or 50% the corresponding binder is respectively the VB+ 3% RAS_B, the VB+ 4.5% RASB or the VB+ 6% RAS_B.

Table 4-3 Bitumen blends

Virgin bitumen + RAP bitumen	**Virgin bitumen + RAS bitumen**
RBR (%)	**RBR (%)**
15	3
20	4.5
30	6
40	-

The LVE behaviour was characterized for both asphalt mixes and binders. For asphalt mixes, complex modulus tests were performed using tension-compression configuration. The cylindrical specimens were tested at eight test temperatures ranging from -30 °C to + 40 °C with a 10 °C increment and 5 frequencies namely: 0.1 Hz, 0.3 Hz, 1 Hz, 3Hz and 10 Hz. The master curves were constructed using William-Landel-Ferry equation for determining the shift factors a_T (Ferry 1980).

For binders, shear complex modulus tests were performed using a DSR, at temperatures ranging from −35 °C to + 65 °C and with a frequency sweep ranging from 0.1 Hz to 10 Hz. Depending on the temperature and on the stiffness of blends, a 4mm (PP4), 8 mm (PP8) or a 25 mm (PP25) plate–plate geometries were used. We note that the PP4 geometry was used only for blends with high RBR at very low temperatures. Complex modulus E^*_B was calculated from the measured shear complex modulus G* by applying the approximation $E^*_B = 3G^*$.

2S2P1D model was used to fit the bitumens experimental data, it was calibrated as follows:

- The shape parameters of the model were calibrated for the virgin bitumen (reference) by minimizing the error between the experimental points and the model in the normalized Cole-Cole representation and Black space.

- All the normalized moduli were fitted comparatively with the reference bitumen in Cole-Cole representation and Black space. This method is very useful especially in the case where several materials are compared together. it allowed to fix the shape parameters for the bitumen blends according to a reference material (VB).
- The asymptotic modulus G_0 was determined by a linear extrapolation at very high frequencies (low temperature) in Black space. The glassy modulus G_{00} is equal to zero.
- τ is the only parameter which depends on the temperature. its calibration was first, carried out graphically at each test temperature. Then, the values were approximated by the WLF equation as follow (Eq. 4.12) :

$$\text{Log}\, a_T = \log \frac{\tau}{\tau_0} = \frac{-C_1(T - T_0)}{C_2 + T - T_0} \tag{4.12}$$

Where:

C1 and C2 are empirical constants depending on the material.

T and T_0 are respectively temperature and the reference temperature (chosen here at 10°C).

4.5 Results and discussions

4.5.1 Step 1: LVE behaviour's characterizations

The bitumen blends rheological characterization results as well as the 2S2P1D model calibration are presented below.

A comparison of the normalized complex moduli is presented in Cole-Cole representation and Black space (Figure 4-4). A decrease in the top of the curves and a shift towards the elastic zone are noted, proportionally with RBR, respectively in Cole-Cole representation and the Black space indicating that the behaviour of the material becomes less viscous and stiffer with the increase of recycled binders. However, no significant change occurs for low RBR values (< 20%).

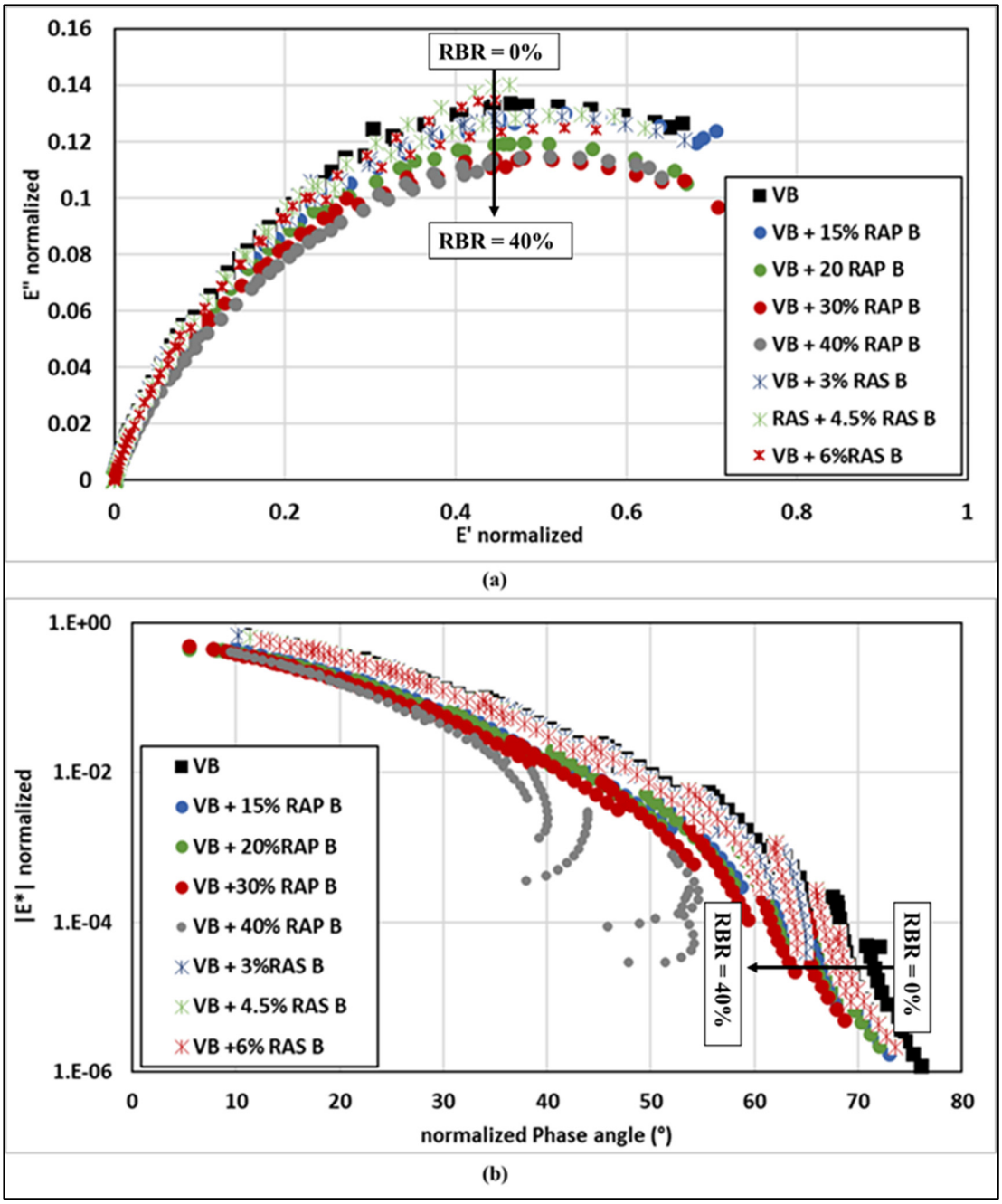


Figure 4-4 Normalized complex modulus in (a) Cole-Cole representation and (b) Black space of bituminous blends

Table 4-4 presents the 2S2P1D shape parameters determined from the normalized curves as explained before, and it can be noted in figures 4-5 and 4-6 that 2S2P1D describe the experimental points very well.

It is important to work with the normalized complex moduli to calibrate the model. 2S2P1D depends on seven parameters and when studying a single material, its easy to fixe them; several pairs of (k, h, δ and β) may be used and can work very well. However, when comparing two materials or more, unless using the normalisation, its is difficult to see a logical trend of the parameters. The normalized modulus offers a better vision and analysis of 2S2P1D parameters.

Table 4-4 2S2P1D shape parameters

Bitumen blends	**k**	**h**	**δ**	**β**
VB	0.33	0.73	8.0	150
VB + 15% RAP_B	0.32	0.70	7.7	200
VB + 20% RAP_B	0.31	0.69	7.0	400
VB + 30% RAP_B	0.29	0.65	7.0	600
VB + 40% RAP_B	0.29	0.63	7.5	1100
VB + 3% RAS_B	0.32	0.73	8.0	200
VB + 4.5% RAS_B	0.32	0.73	8.0	200
VB + 6% RAS_B	0.31	0.72	7.8	300

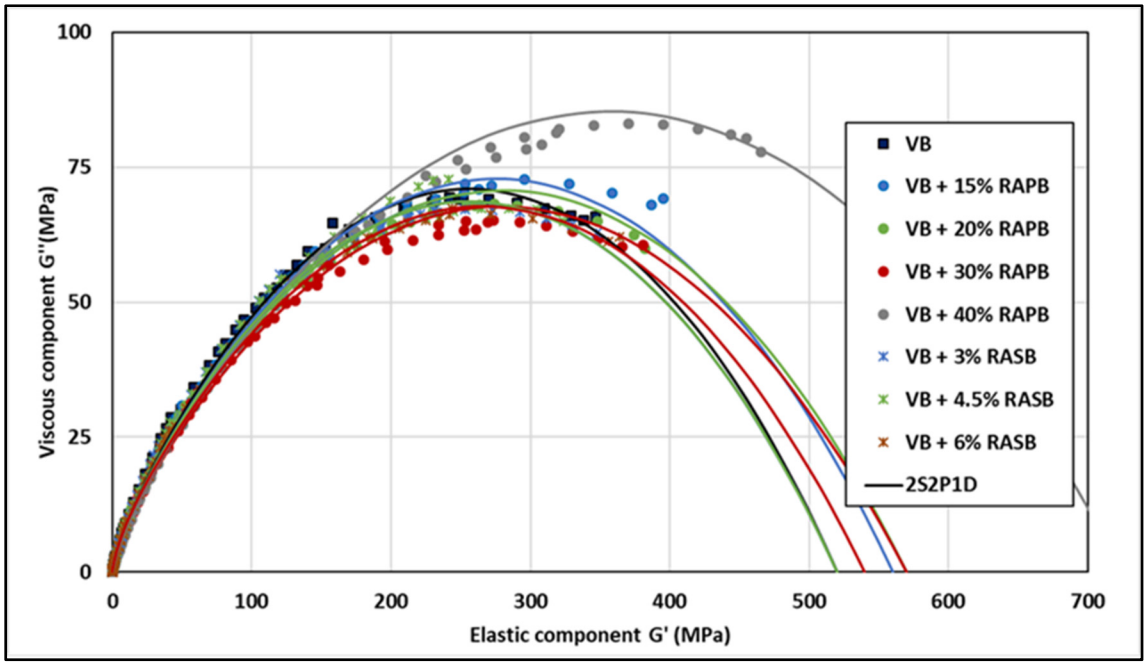


Figure 4-5 Shear complex modulus results in Cole-Cole representation

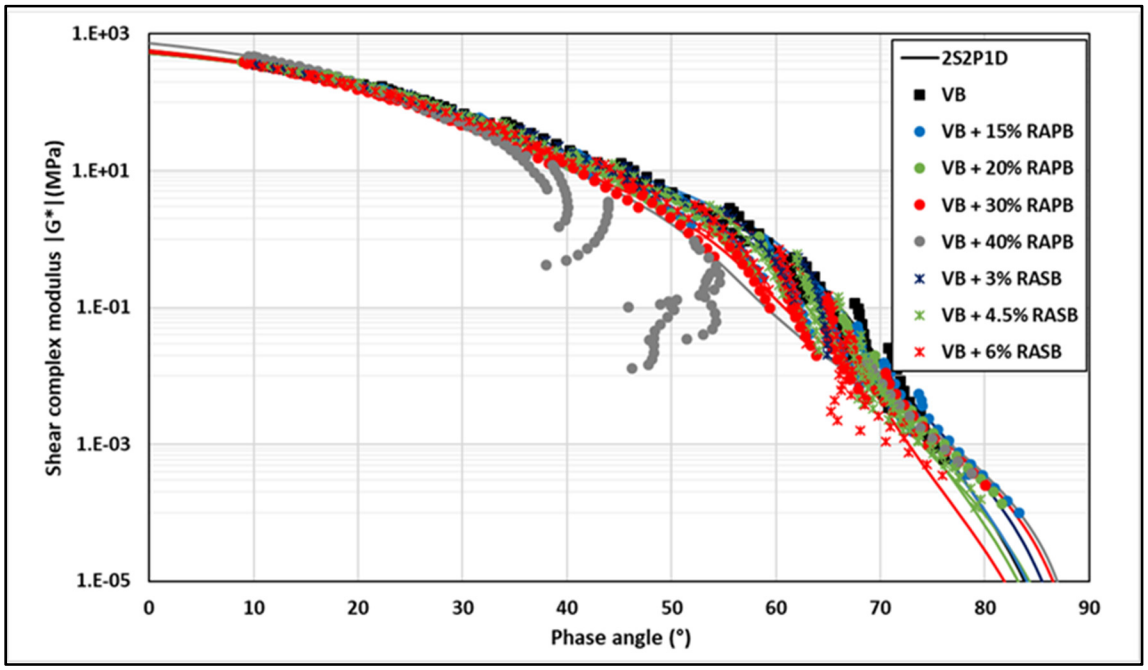


Figure 4-6 Shear complex modulus results in Black space

The master curves are presented at 10 °C (Figure 4-7). As explained before, to build them, the parameter τ and the shift factors were determined according to WLF law. As it can be noted, 2S2P1D model gives also a very good description of the experimental points.

We note that the results are shifted from the reference material (VB). It means that they have the same behaviour but at higher temperature which leads to a stiffer material. To study this effect, the variation of the parameter τ_0 was studied with the variation of RBR (Figure 4-8). The results show that whatever the recycled materials tested is, τ 0 follows an exponential law in function of RBR with a very good R^2. This enables to predict the LVE behaviour of bitumen blend with different RBR and without experimental data especially if the general shape of the master curve doesn't change (low RBR).

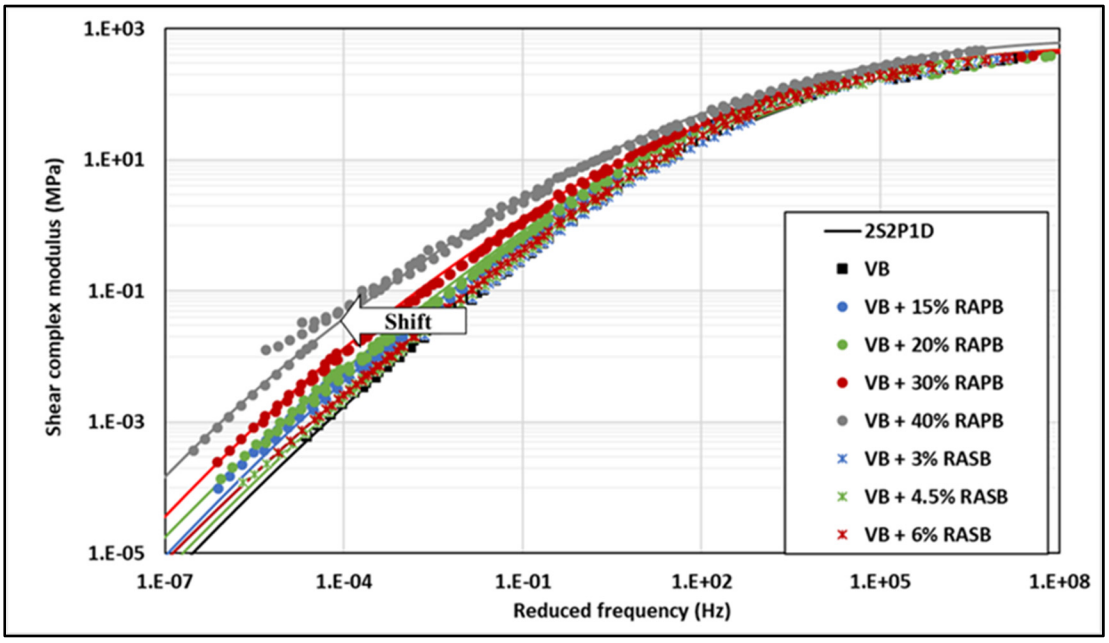


Figure 4-7 Master curves of binders at 10° C

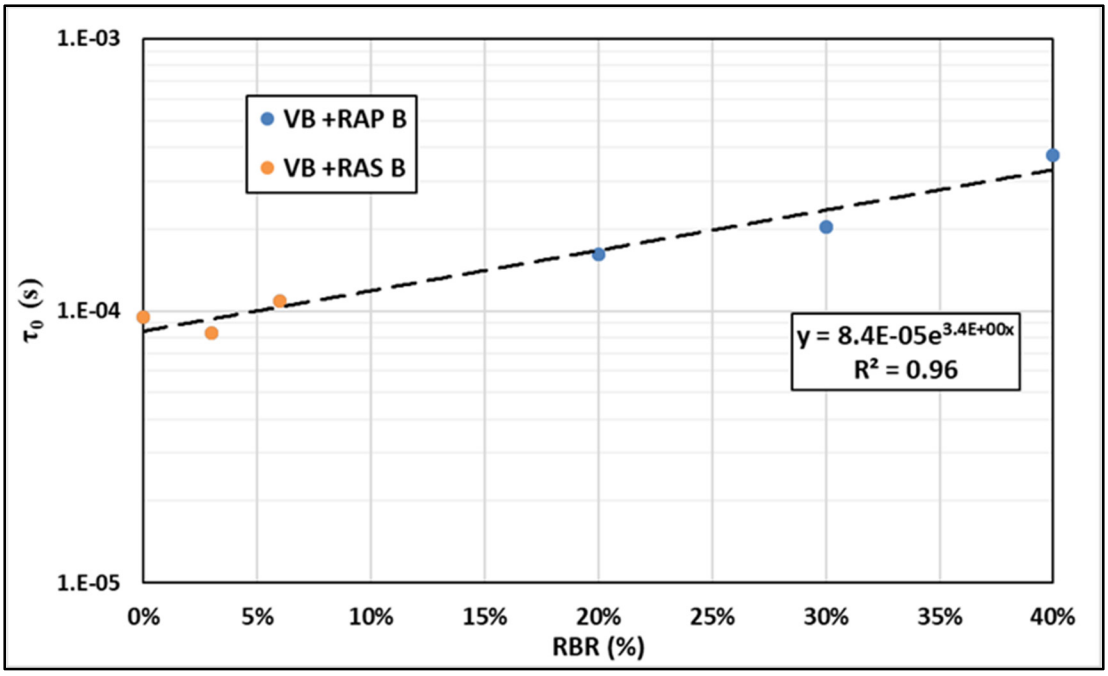


Figure 4-8 The variation of τ_0 vs RBR

4.5.2 Step 2: SHStS

The comparison of the normalized curves for the reference materials at two scale (100% virgin asphalt mix and 100% virgin bitumen) is given on Figure 4-9 and shows that they were not superimposed; this result is contradictory to the theory developed in literature (Di Benedetto, Olard et al. 2004, Pham, Sauzéat et al. 2015). It could be explained by the underestimation of the DSR's results at very low temperature, potentially due to distortion problems with the shear complex modulus test. Effectively, Mangiafico et al. (Mangiafico, Di Benedetto et al. 2013) have already noticed the same effect, and their results were corrected using Métravib apparatus for binders at very low temperature. According to the results of Mangiafico et al. (Mangiafico, Di Benedetto et al. 2013) it was noted that E_0 bitumen from Métravib was ~1.5 to 1.7 times higher than E_0 bitumen from DSR. Our results were corrected by multiplying $E_{0\ \text{bitumen Dsr}}$ by a factor x = 1.6 (between the values noticed by Mangiafico). The results are presented in Figure 4-9 and show that with the correction made, the results were superimposed allowing to modify the transformation (Eq.4.5) as follows:

Having two superimposed normalized curves mathematically means that (Eq.4.13):

$$\left(\frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}}\right)_{mix} = \left(\frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}}\right)_B \tag{4.13}$$

By taking into account that$G_{00\,B}$ and $E_{00\,B} = 0$ and the correction factor x (Eq.4.14):

$$E^*_{mix} = E_{00\,mix} + E^*_B(10^{\alpha}\omega, T)\frac{(E_0 - E_{00})_{mix}}{x \times E_{0\,B\ from\ DSR}} \tag{4.14}$$

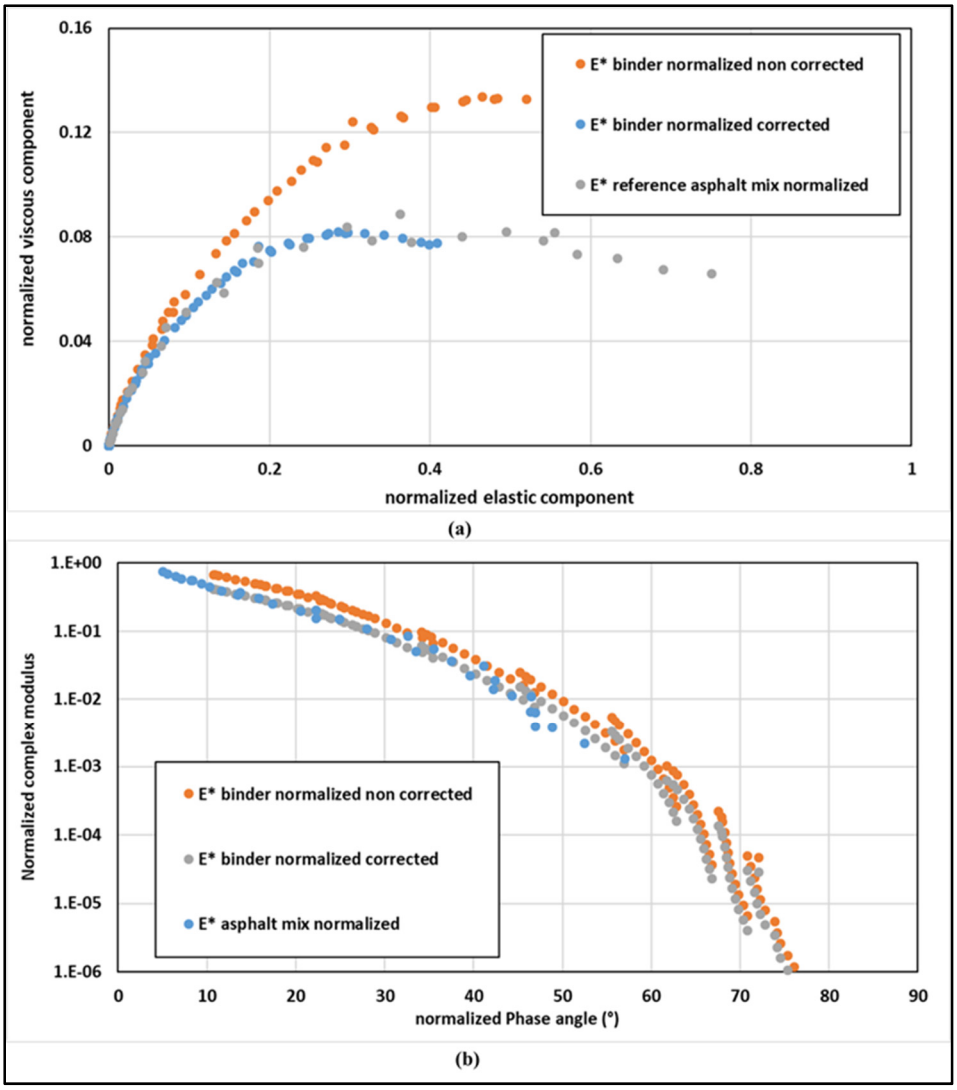


Figure 4-9 Reference asphalt mix normalized modulus vs virgin binder normalized modulus in (a) Cole-Cole representation and (b) Black space

The mechanical behaviour of asphalt mixes was predicted using SHStS transformation. First, the transformation was applied on the reference materials (binder and asphalt), this first step allowed to fix graphically the parameter α (α=3.55). The predicted curves obtained by SHStS transformation are presented comparatively with the experimental results.

Figure 4-10 shows the master curve of the reference asphalt mix vs the prediction made using the rheological behaviour of the virgin bitumen. The SHStS transformation gives a good prediction of the experimental points.

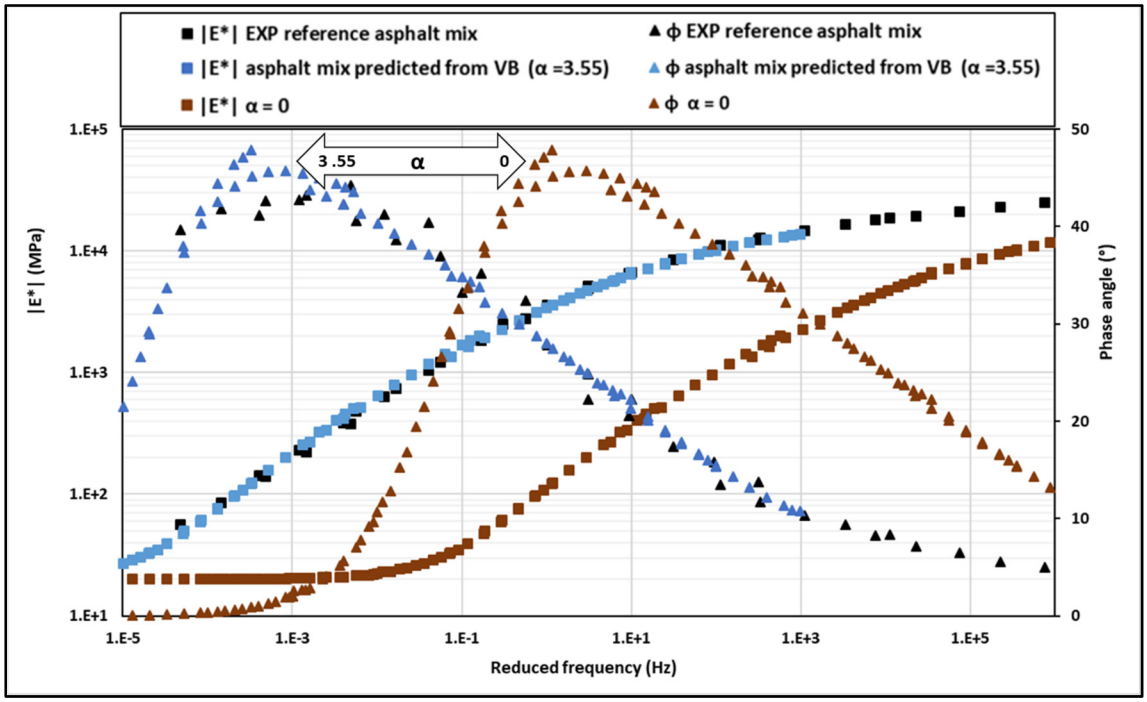


Figure 4-10 Reference materials master curves at 10 °C,
Calibration of the parameter α

So, for all materials, we have applied the same correction factor (x = 1.6; because of the use of DSR) and the same parameter α (because of the same granular skeleton for all asphalts).

4.5.3 Step 3: comparison between predicted asphalt behaviour and experimental asphalt behaviour

Comparing the predicted results from a bitumen blend with the experimental asphalt one allows approximating the real mobilisation rate for the recycled materials because if both curves are superimposed, it means that the same bitumen is considered. Otherwise, we can assume that the total mobilised binder in the asphalt mix is different than the bitumen used for the prediction. We can also calculate the deviation between the two master curves.

As the values of reduced frequency aren't the same between the experimental results and the prediction, it was necessary to interpolate between the points to determine this deviation. It was calculated in terms of the Mean Absolut Error (MAE), the Mean Square Error (MSE), the Root Mean Square Error (RMSE) and the Percentage of Error (PE) using the following equations (Eq. 4.15 - 4.18):

$$MAE = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}|y_i - \hat{y}_i| \tag{4.15}$$

$$MSE = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(y_i - \hat{y}_i)^2 \tag{4.16}$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(y_i - \hat{y}_i)^2} \tag{4.17}$$

$$PE = \frac{(y_i - \hat{y}_i)}{y_i} \times 100 \tag{4.18}$$

Where:

yi : the interpolated experimental value of |E*| or φ at the reduced frequency i.

y^_i : the interpolated predicted value of |E*| or φ at the reduced frequency i.

n: the number of the interpolated pointed points (1000 in our case).

Considering the reference materials, the mobilisation rate is maximum. The results are presented in Figure 4-11 and Table 4-5. As it can be noted the majority of PE of |E*| are between ± 10% with a maximum of about -30% at low frequencies. For the phase angle, the deviations are located between ± 3° with a maximum of about -6° at low frequencies. It's difficult to comment on the results of MAE, MSE and RMSE in this case because the comparison is made with just one prediction and one experimental result (Table 4-5). However, the table gives an order of magnitude about the precision of the method and allows to have a reference for the other statistical comparisons presented bellow.

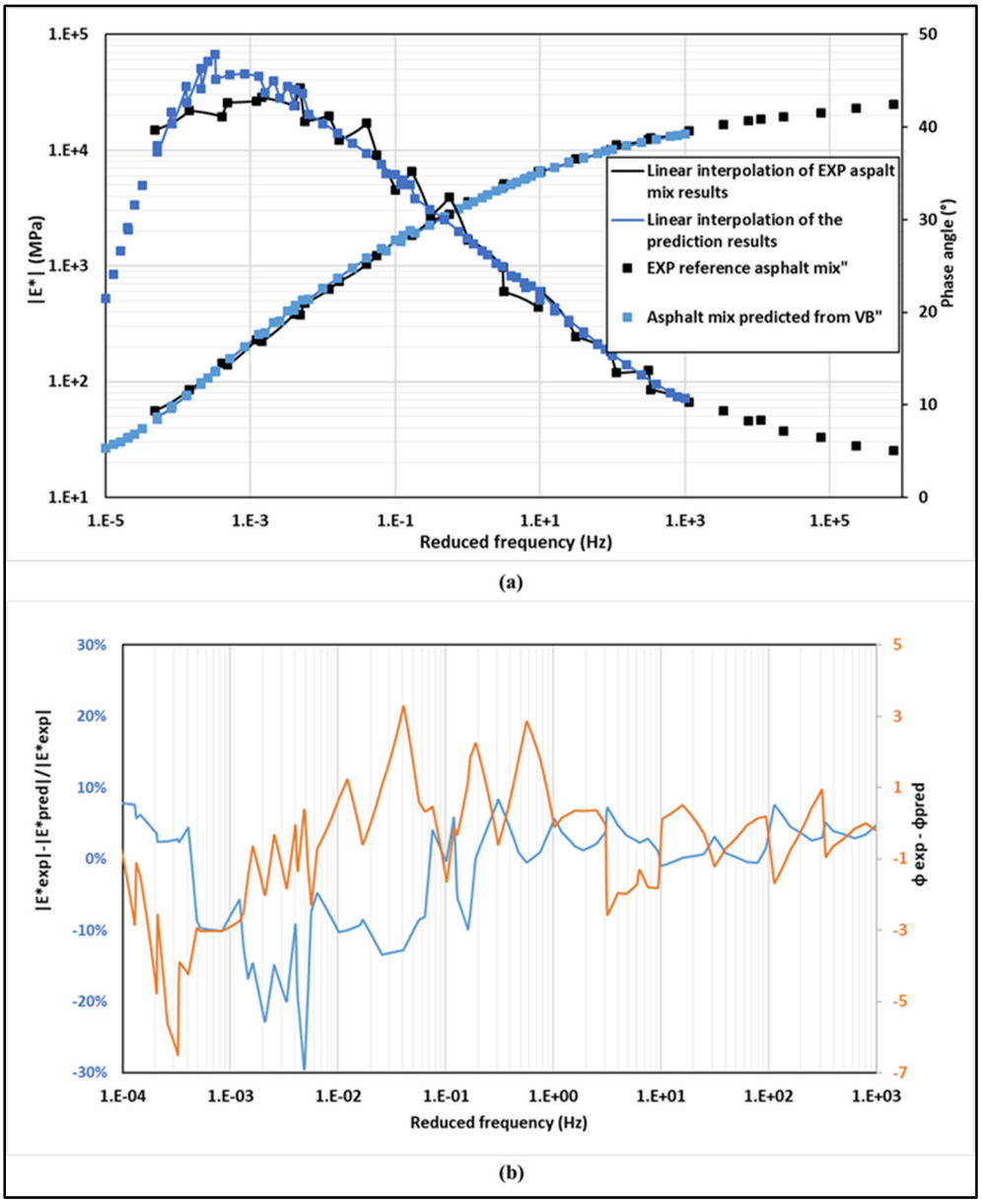


Figure 4-11 (a) master curve at 10 °C with the extrapolation (b) error between the experimental points and the prediction example the reference materials.

Table 4-5 Statistical parameters for virgin materials

MAE (MPa)	128
MSE (MPa^2)	43957
RMSE (MPa)	210

Figure 4-12 shows the results of the prediction of the mechanical behaviour of asphalt mix using bitumen blends containing RAP_B. The prediction was made using the asymptotic moduli of the asphalt mix containing 20% of RAP material, the same parameter α (α = 3.55) and the same correction factor (x=1.6) as for the reference materials.

Regarding the calculated statistical parameters (MAE, MSE and RMSE) (Table 4-6), the highest values correspond with the prediction made with the virgin bitumen + 40%wt. of RAP_B. Namely the sum of the errors (in absolute value or squared) between the experimental points and the predicted one is the biggest. So the binder in the asphalt mix with 20% RAP doesn't correspond to the VB + 40% RAP_B.

The lowest value of MAE, MSE and RMSE correspond to the prediction made with the virgin bitumen + 30% of RAP_B, that could be a surprising result. The explanation is that all the predictions tend towards the same value at high frequencies (E_0) and especially in the case of the prediction with the virgin bitumen + 30% of RAP_B. In the high frequency domain, the values of the complex modulus are the highest, and if the differences in this region are small, it affects the calculation of the deviation and thus the analysis. However, the study of the PE results (Figure 4-12 b) showed that the result of the prediction made with the virgin bitumen + 30% of RAPB were almost all negative: the predicted points were always higher than the experimental points especially at low and intermediate frequencies with a PE between -10% to -60%.

Regarding the predictions made with VB+20% RAP_B and VB+15% of RAP_B, the results were very close in terms of |E*|, φ, MAE, MSE and RMSE and both describe the experimental

results very well with a PE between ±15%: the mobilisation rate could be estimated between 75% and 100%, even considered as 100% because both of the behaviour are very equivalent.

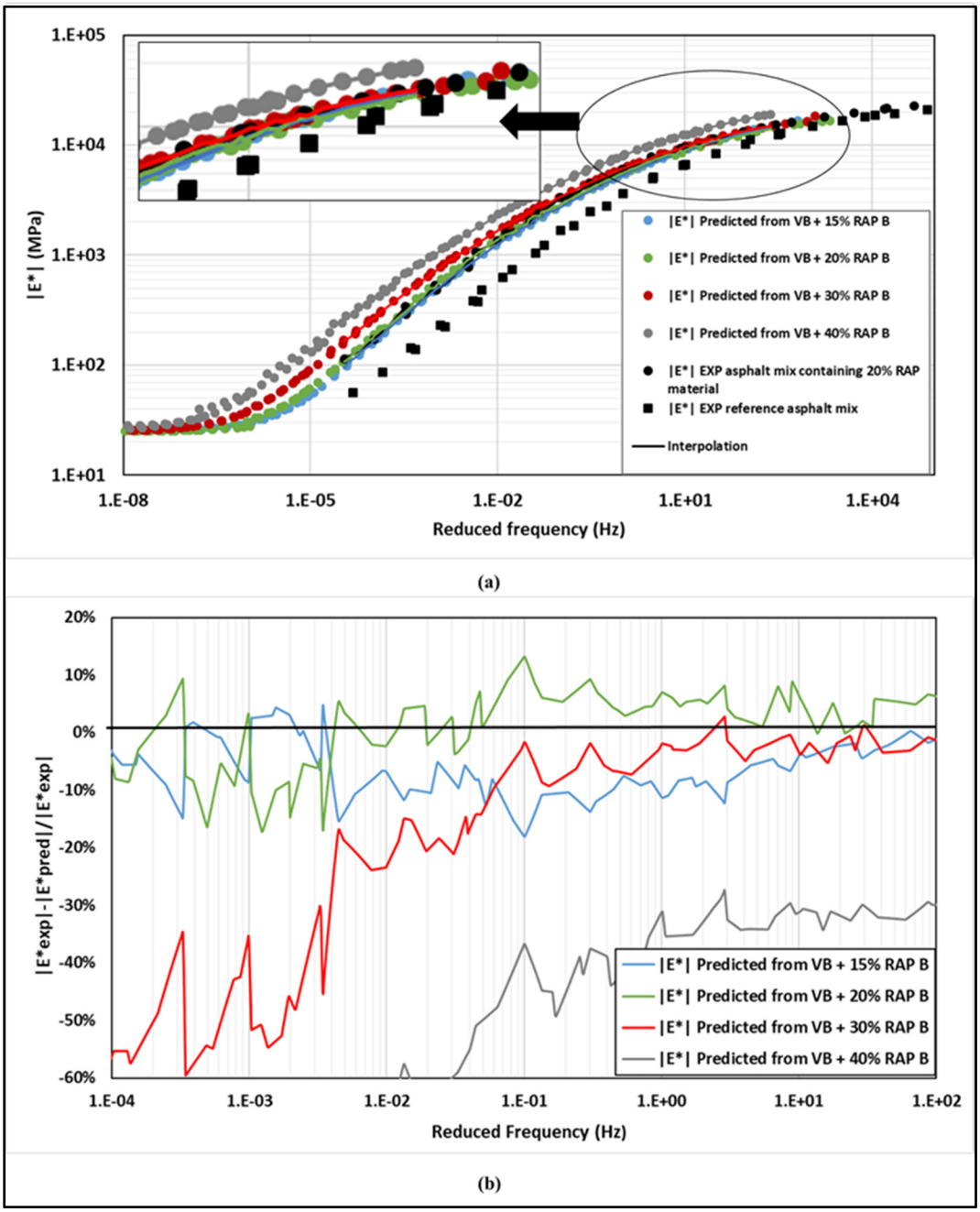


Figure 4-12 Predicted vs experimental master curve complex modulus at 10 °C

Table 4-6 Statistical parameters for materials with RAP_B

Prediction from	VB + 15% RAPB	VB + 20% RAPB	VB + 30% RAPB	VB + 40% RAPB
MAE (MPa)	241	229	213	1712
MSE (MPa^2)	106928	118578	56243	4487296
RMSE (MPa)	327	344	237	2118

For the asphalt mix containing RAS the results are presented in Figure 4-13 and Table 4-7. They show that mechanical behaviour of the asphalt mix containing 3% of RAS is even stiffer than the prediction from the binder with 6% wt RAS_B. This means that hypothesis of 25% of mobilisation rate is pessimistic. According to these results, the real mobilisation rate seems to be at least 50% of the total bitumen contained in RAS materials, which is in concordance with the results presented by (Zhao, Huang et al. 2015). This result is important for the formulation of asphalt with RAS but must be checked to be validated.

Table 4-7 Statistical parameters for materials with RAS_B

Prediction from	VB + 3% RASB	VB + 4.5% RASB	VB + 6% RASB
MAE (MPa)	633	477	464
MSE (MPa^2)	567136	323267	311219
RMSE (MPa)	753	569	558

Knowing the mobilisation rate is crucial for formulating asphalts mixes with recycled materials because it allows to fix the adding virgin bitumen. The validation could be done mainly at the mastic scale (fillers + bitumen blend). Our current study is based on the fact that the granular skeleton of all the asphalt mixes tested here was very similar. However, the mastics in our asphalts are composed of different fillers provided by the recycled materials (especially the

RAS which is very rich in fine particles of different types). These differences can probably influence the analysis.

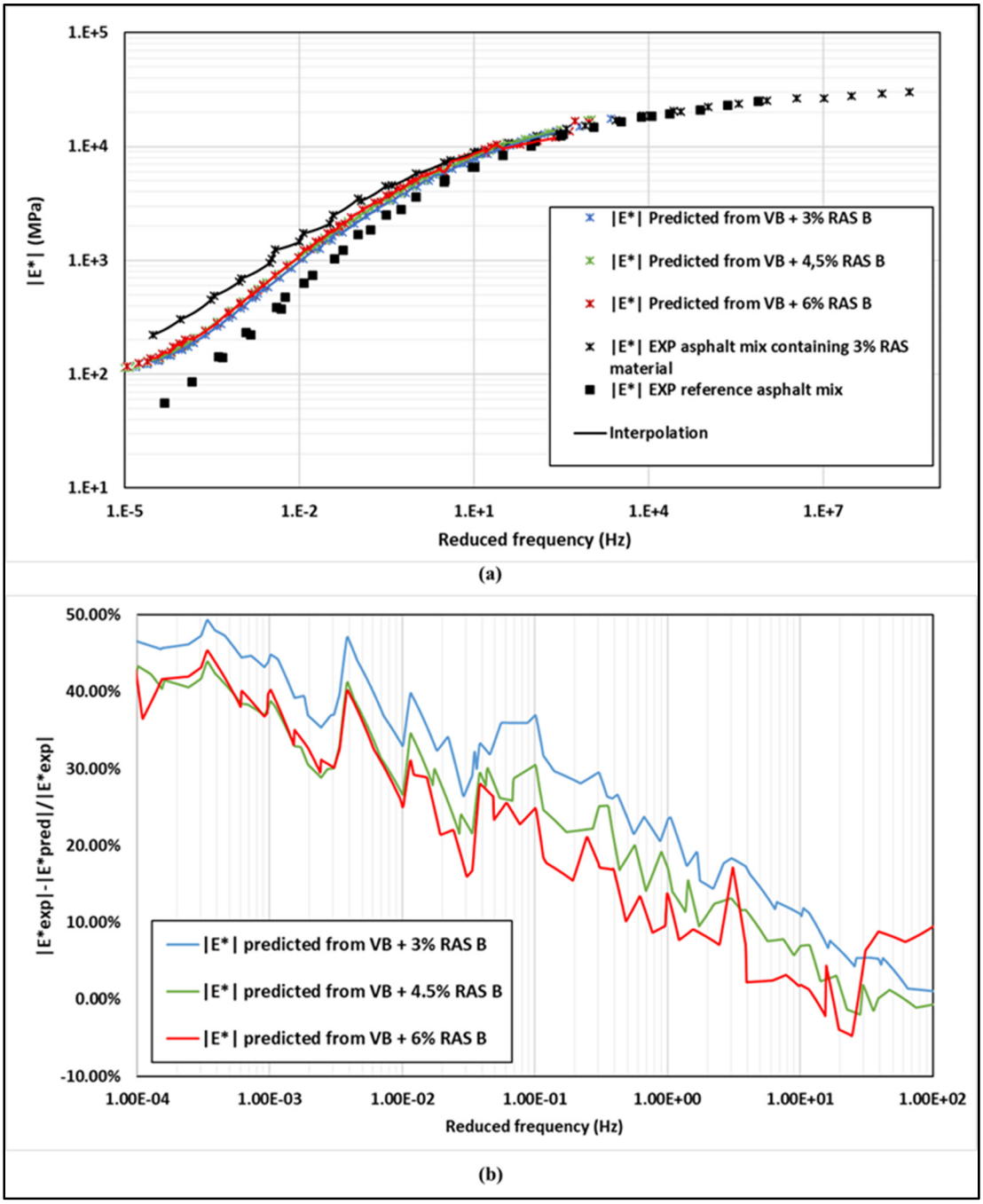


Figure 4-13 Predicted vs experimental master curve complex modulus at 10 °C

4.6 Conclusion

The objective of this work was to predict the bitumen mobilisation rate from RAP and RAS materials for low recycling content. The Quebec standard allows to use until 20% wt. of RAP material with 100% of mobilisation rate and until 3% wt. of RAS material with 25% of mobilisation rate. Various methods exist in the literature such as the chemical analysis by GPC or by studying binders from the sequenced recovery in order to quantify the mobilisation rate. The approach proposed in this work was mechanical multi-scale. It consists of predicting the mechanical behaviour of asphalt mixes containing different recycled materials content from their corresponding binder. The study was performed at asphalt mix and binder scale. First, the rheological behaviour of binders containing several Recycled Binder Ratio (RBR) was identified using shear complex modulus tests. Second, the mechanical behaviour of the corresponding asphalt mixes was predicted using Shift-Homothety-Shift, in time-Shift (SHStS) transformation. It represents a very powerful tool allowing going from mechanical behaviour at binder scale to the one at asphalt mix scale and vice versa. The predicted results were compared to the experimental behaviour of asphalt mixes containing different percentages of RAP and RAS materials according to the Quebec standard limitations. The general shape of curves was studied using the normalized complex modulus curves. For both asphalt mixes and binder scales, the results show a small variation of the general shape and the curves seem to be shifted in frequencies from the reference materials. Adding low recycled materials content led to have the same behaviour but at higher temperature which leads to a stiffer material. The prediction results confirm the hypothesis of the Quebec's standard i.e. 100% of mobilization rate when using less then 20% wt. of RAP. For RAS materials, the predicted mechanical behaviour from the binder blends with 6% of RASB seems to closer to the experimental results. This would mean that at least 50% of RASB was mobilized. This interesting result has to be confirmed by others experimental studies. A similar study on the mobilization rate at the mastic scale is defined as a prospect for this work.

Author Contributions: Conceptualization, methodology and validation, A.D (Abdeldjalil Daoudi)., A.D., D.P., A.C.; writing—original draft preparation, A.D (Abdeldjalil Daoudi).;

writing—review and editing, A.D (Abdeldjalil Daoudi). A.D., D.P., A.C. All authors have read and agree to the published version of the manuscript.

Funding: This research was partially funded by Transport Quebec.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

CHAPITRE 5

RÉSULTATS ET ANALYSES À L'ÉCHELLE DU MASTIC

5.1 Introduction

Ce chapitre s'inscrit dans la continuité des chapitres 3 et 4 et se situe à une échelle intermédiaire entre le bitume et l'enrobé bitumineux ; il présente ainsi l'étude du comportement conventionnel et rhéologique de différents mastics bitumineux. Le but est d'analyser les effets de l'ajout de charges minérales fines sur les propriétés de nos bitumes (constitués de nos bitumes de base : vierge (VB), issu de RAP (RAP_B) ou de RAS (RAS_B)) sur le comportement thermomécanique du mastic, comparativement à celui des bitumes, mais également d'étudier la validité ou non des lois de mélange proposées précédemment à l'échelle des bitumes. La question étudiée était de savoir s'il est possible de prédire le comportement du matériau final à partir du comportement de ces composants de base.

Il est important de rappeler que les mastics étudiés ont été fabriqués selon une procédure fixe avec un seul filler calcaire dans des proportions constantes (40% en volume) en considérant une masse volumique identique pour les six bitumes ou mélanges de bitumes sélectionnés (*cf.* CHAPITRE 2).

5.2 Essais conventionnels

Les essais de caractérisations conventionnels, soit la pénétration et la température bille-anneau (TBA), ont été réalisés selon les méthodes d'essai EN-1426 et EN-1427 sur les six mastics formulés. Les résultats sont présentés dans le tableau 5-1.

Afin d'analyser l'effet de l'ajout des fillers sur les caractéristiques conventionnelles des bitumes, les variation de la pénétrabilité (péné $_{mastic}$) et de la température de ramollissement (TBA $_{mastic}$) des mastics ont été tracées en fonction des variation de la pénétrabilité (péné $_{bitume}$)

et de la température de ramollissement (TBA $_{bitume}$) de leurs bitumes correspondants (Figures 5-1 et 5-2). Les résultats montrent des relations linéaires entre les points avec de bons coefficients de corrélation linéaire R (0.99 pour péné et 0.98 pour TBA). Les équations extrapolées décrivent les points expérimentaux de manière très satisfaisante avec un très bon coefficient de régression R^2(0.94 pour péné et 0.96 pour TBA). Ils ont permis de définir deux paramètres : le coefficient de renforcement (C_r) (Eq.5.1) et le pouvoir rigidifiant (P_r) (Eq.5.2). Ce dernier existe déjà dans la littérature. C_r et P_r ont été utilisés pour extrapoler les caractéristiques conventionnelles des mastics avec 100% de bitume recyclé (100% RAP_B et 100% RAS_B) qui n'ont pas été testés expérimentalement, car leur fabrication et leur caractérisation étaient très délicates, voire impossibles compte tenu de la dureté de leurs bitumes.

Tableau 5-1 Résultats essais conventionnels

	Péné $_{bitume}$ (1/10 mm)	**TBA $_{bitume}$ (° C)**	**Péné $_{mastic}$ (1/10 mm)**	**TBA $_{mastic}$ (° C)**
référence	153 ± 2	43.0 ± 0.0	49 ± 1	63.8 ± 0.1
3% RAS_B	131 ± 2	44.9 ± 0.2	46 ± 1	64.9 ± 0.1
6% RAS_B	105 ± 1	47.9 ± 0.0	43 ± 2	67.1 ± 0.0
20% RAP_B	73 ± 1	51.6 ± 0.3	33 ± 2	70.0 ± 0.0
30% RAP_B	60 ± 2	55.4 ± 0.1	28 ± 1	75.3 ± 0.1
40% RAP_B	44 ± 1	58.3 ± 0.1	22 ± 1	79.0 ± 0.0
100% RAP_B	13 ± 1	79.7 ± 0.1	8*	99.8*
100% RAS_B	2 ± 1	135.0 ± 0.1	2 (1.7)*	154.8*

* Résultat extrapolé. () valeur exacte calculée.

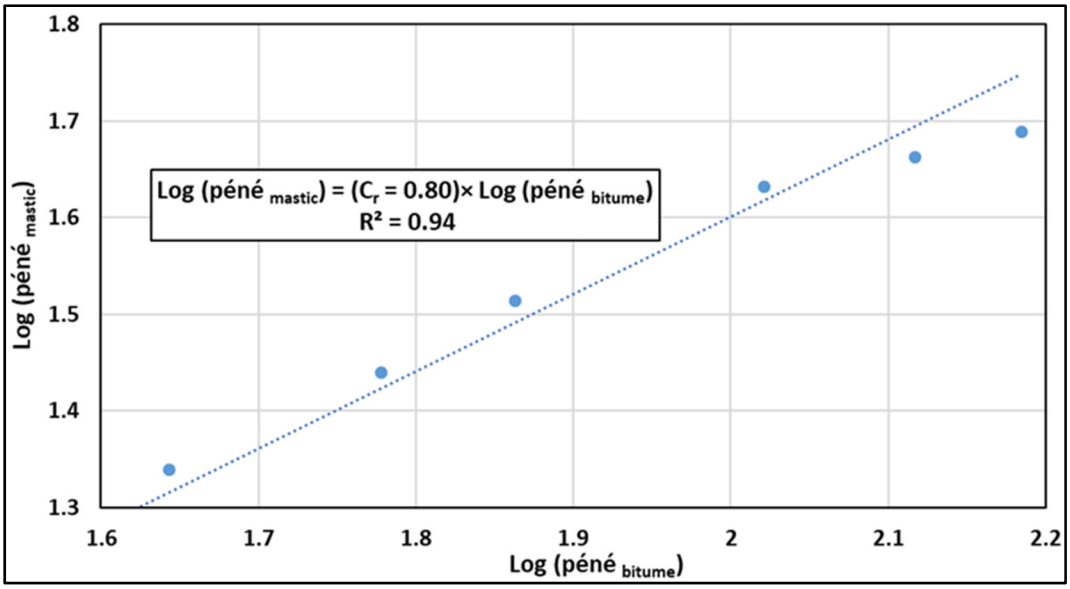


Figure 5-1 Variation de la pénétrabilité des mastics en fonction de la variation de la pénétrabilité des bitumes correspondants

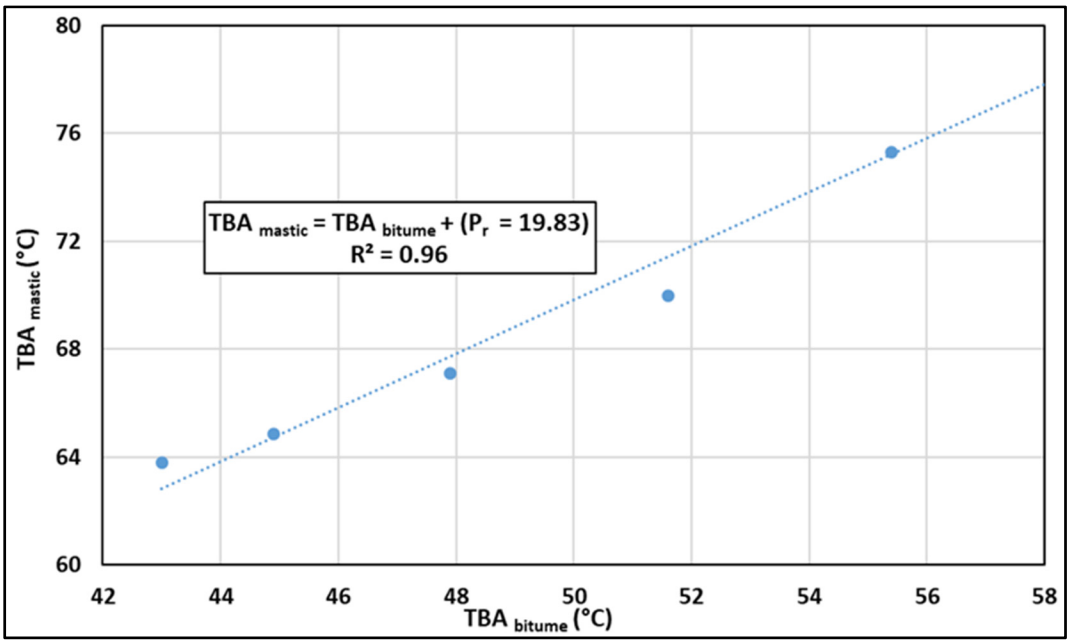


Figure 5-2 Variation de la TBA des mastics en fonction de la variation de la TBA des bitumes correspondants

$$C_r = \frac{Log\ (péné_{mastic})}{Log\ (péné_{bitume})} \quad (5.1)$$

$$P_r = TBA_{Mastic} - TBA_{bitume} \quad (5.2)$$

D'une part, les résultats de pénétrabilité et de TBA ont montré un durcissement des mastics avec l'augmentation du taux de bitumes recyclés par rapport au mastic de référence. Ce durcissement a été traduit en une diminution de la pénétrabilité et une augmentation de la température de ramollissement bille et anneau en fonction de la teneur en bitume recyclé. Plus la teneur en bitume recyclé a été élevée, plus le durcissement a été accru.

D'autre part, le durcissement des bitumes par les fillers a été constant. Cela a été traduit par un coefficient de renforcement (C_r = 0.80) et un pouvoir rigidifiant (P_r =19.83) constants. Cela s'explique par le fait que la même granulométrie, même teneur et même nature de filler ont été utilisées lors de la fabrication de tous les mastics conduisant à un même effet rigidifiant.

Afin de vérifier la validité des lois de mélanges présentées dans *cf.* CHAPITRE 3, les résultats expérimentaux ont été comparés avec les résultats prédits en utilisant les deux lois de mélange. Comme indiqué dans le chapitre précédant, la loi logarithmique (Eq.5.3) a été utilisée pour prédire l'évolution de la pénétrabilité et la loi linéaire (Eq.5.4) pour prédire l'évolution de la température de ramollissement bille et anneau.

$$Log(Pénétrabilité_{mélange}) = Log(pénétrabilité)_{réf} + x\%\left[Log(pénétrabilité_{RAP\ ou\ RAS}) - Log(pénétrabilité_{réf})\right] \quad (5.3)$$

$$TBA_{mélange} = TBA_{réf} + x\%\left(TBA_{RAP\ ou\ RAS} - TBA_{Réf}\right) \quad (5.4)$$

Les deux équations proposées sont en fonction des caractéristiques conventionnelles du mastic de référence et des mastics 100% bitume recyclé. Puisque ces derniers n'ont pas été caractérisés expérimentalement, leurs valeurs ont été extrapolées en utilisant le C_r et le P_r puis introduites dans les équations 5.3 et 5.4. Les figures 5-3 et 5-4 montrent les résultats de la prédiction en utilisant les lois de mélanges proposés en comparaison avec les résultats expérimentaux (EXP). La zone de confiance a été calculée en utilisant la loi statistique de type

Student et en utilisant l'écart type maximal entre les points expérimentaux comme paramètre. Les lois de mélange décrivent de manière très satisfaisante les points expérimentaux, spécialement dans le cas des mastics contenant du bitume RAP.

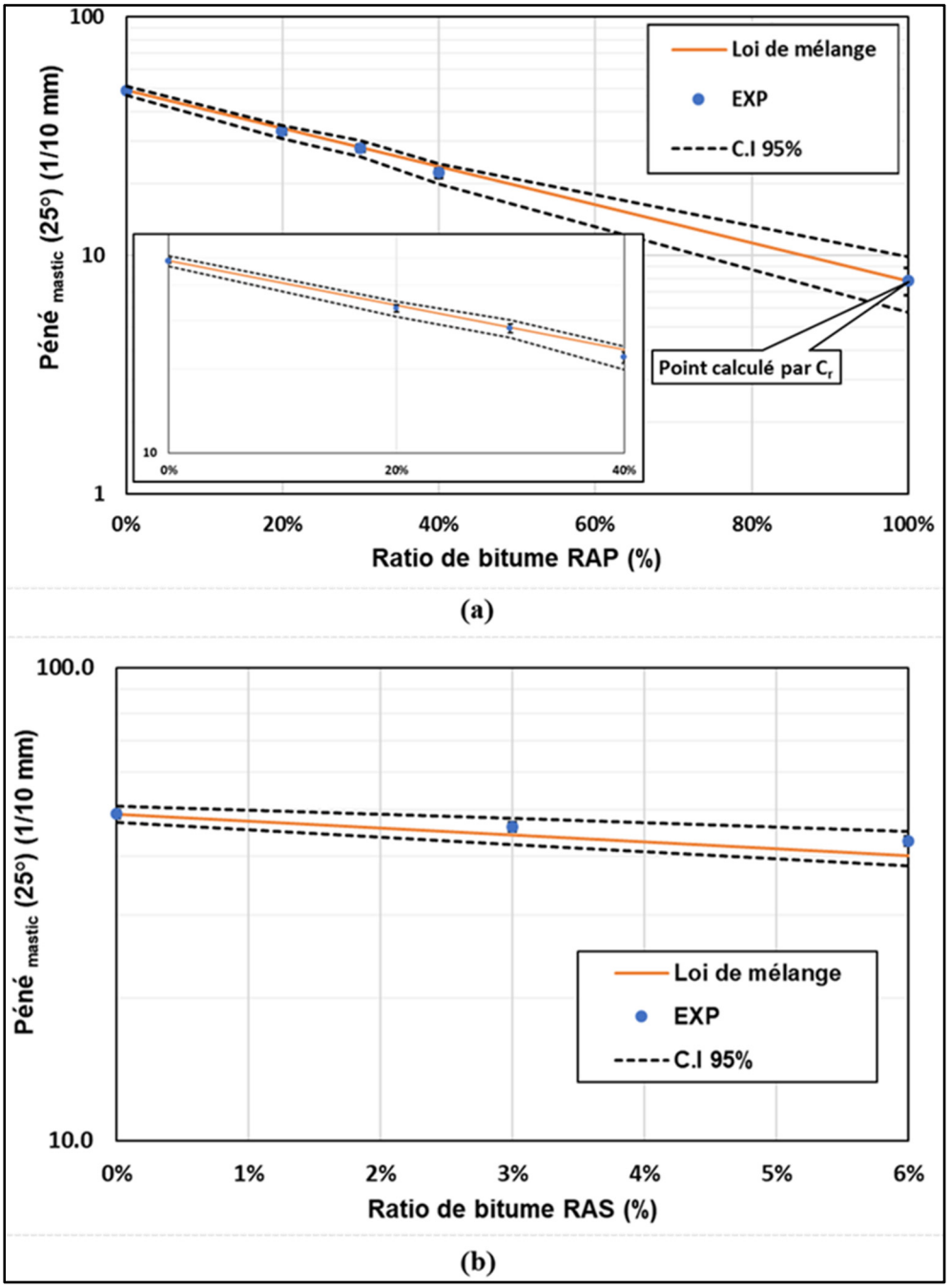


Figure 5-3 Variation de la pénétrabilité en fonction de la variation du ratio de bitume recyclé a) utilisation de RAP_B) utilisation de RAS_B

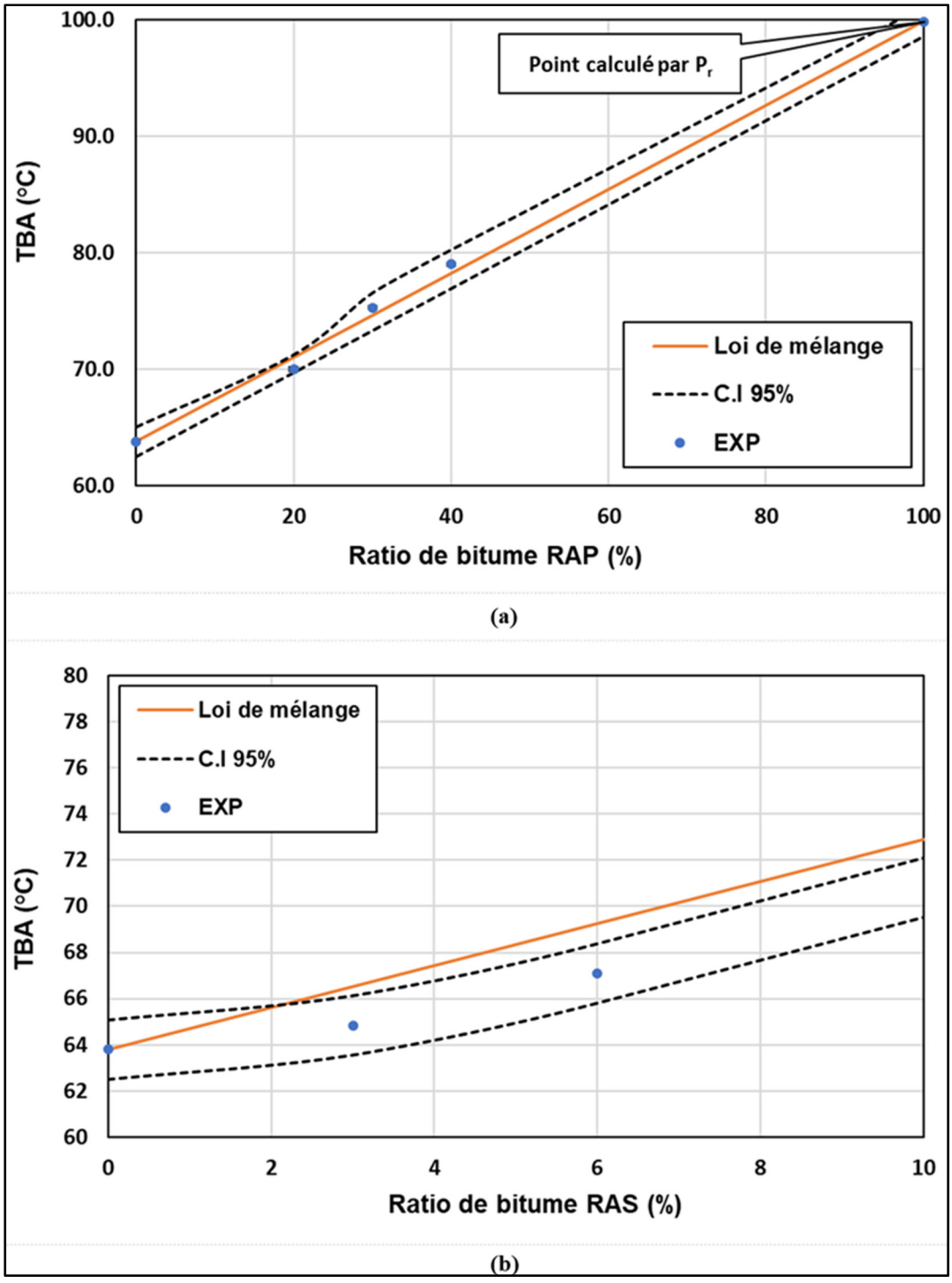


Figure 5-4 Variation de la TBA en fonction de la variation
du ratio de bitume recyclé a) utilisation de RAPB) utilisation de RASB

Les résultats présentés sont très intéressants, ils ont montré que l'utilisation des lois de mélange proposées permet, à partir des caractéristiques des constituants de base (pénétrabilité et TBA bitume vierge et bitumes recyclés, coefficient de renforcement (C_r) et pouvoir rigidifiant (P_r)), de prédire les caractéristiques conventionnelles des mastics pour n'importe quel ratio de bitume recyclé. Cette conclusion a été vérifiée pour des ratios de bitume recyclés allant jusqu'à 40% en masse.

Il est à noter que pour l'utilisation du bitume RAS, pour la TBA, la loi de mélange a été en dehors de la zone de confiance calculé. Cela s'explique par la difficulté de visualiser expérimentalement une si faible variation des caractéristiques testés pour l'utilisation de faibles taux de recyclage. Il est très difficile de caractériser l'influence du bitume RAS pour des taux de recyclés aussi faible dilués dans la masse. De plus, les TBA prédites ont été plus élevées par rapport aux points expérimentaux, cela peut indiquer que le mélange n'était pas total entre les bitumes (V_B et RAS_B).

5.3 Essais de module complexe

Les essais ont été réalisés sur les six mastics formulés. Il est important de rappeler que le mode opératoire appliqué est celui pratiqué sur les mélanges de bitume (même gamme de températures et fréquences) mais un calage initial de la méthode a dû être réalisé, étant donné que peu de retours d'expériences existent sur l'utilisation de DSR avec des mastics bitumineux. Il a permis de valider la nécessité de travailler en contrainte imposée avec un contrôle vigilant de la force normale exercée.

Après le traitement des résultats bruts et la construction des courbes maîtresses, différentes analyses sont présentées ; elles traitent la variation des paramètres de forme du modèle 2S2P1D en fonction du taux de bitume recyclé, la variation des paramètres liés au principe d'équivalence temps-température (a_T, C1, C2 et τ) et l'effet mécanique en termes de module complexe.

5.3.1 Traitement des résultats et construction des courbes maitresses

Les résultats expérimentaux ont été modélisés par le modèle 2S2P1D.Pour ce faire, d'abord, les modules normalisés des mastics ont été comparés avec les modules normalisés de leurs bitumes correspondants. Selon (Nguyen, Di Benedetto et al. 2013a), avoir deux courbes de modules normalisés superposées veut dire que les paramètres de forme du modèle 2S2P1D sont identiques. Les modules normalisés ont été calculés selon l'équation présentée dans *cf.1.4.1.7*.

Elle est fonction des modules asymptotiques G_{00} et G_0 des matériaux testés. Pour les déterminer, une extrapolation linéaire a été réalisée respectivement à très basses fréquences (dans le plan Cole – Cole) et à très hautes fréquences (dans l'espace de Black). La loi WLF a été utilisée comme approche pour la détermination du temps caractéristique du modèle (paramètre τ). Un exemple des résultats de modules normalisés mastics *vs* modules normalisés bitume correspondants est présenté dans les figures (5-5 et 5-6). Les autres résultats sont présentés dans *cf.*ANNEXE III.

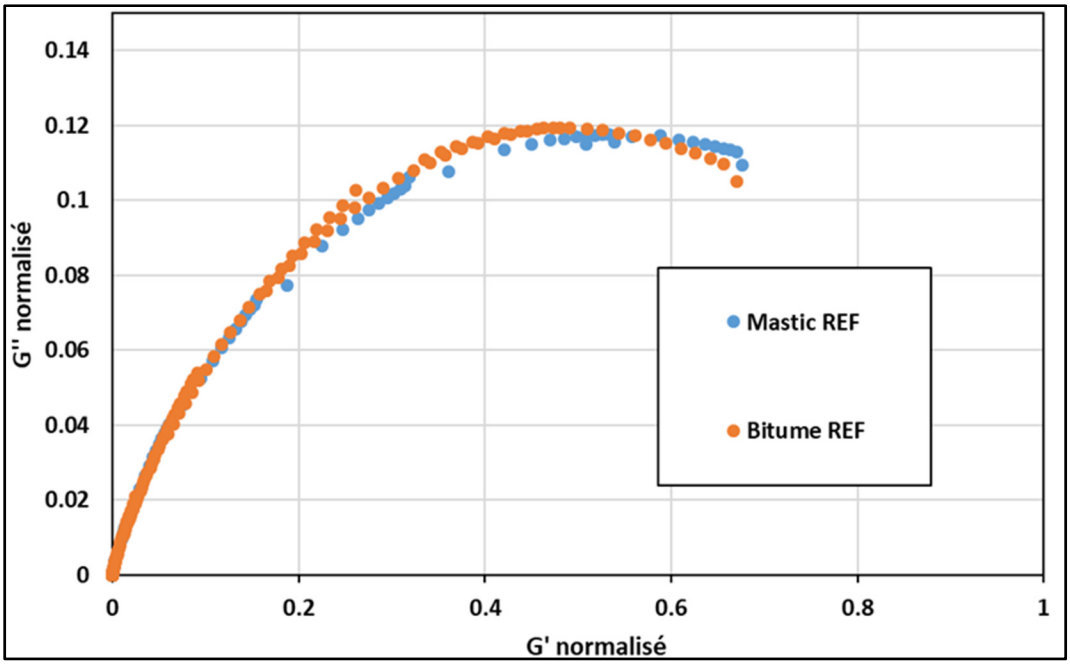


Figure 5-5 Module normalisé mastic de référence *vs* bitume correspondant dans le plan Cole-Cole

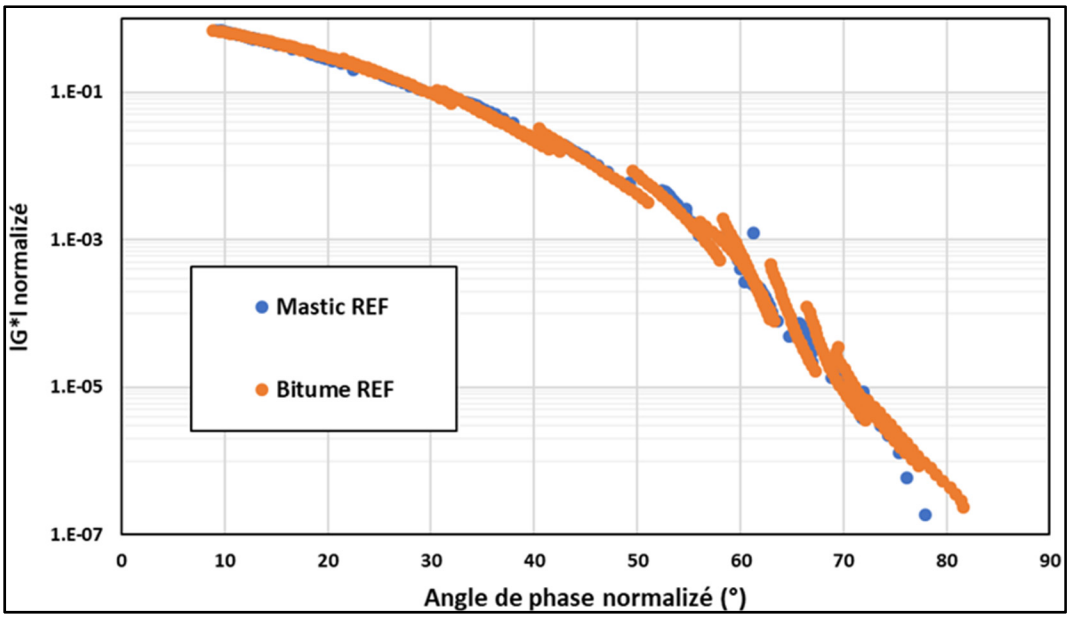


Figure 5-6 Module normalisé mastic de référence *vs* bitume correspondant dans l'espace de Black

Les figures 5-5 et 5-6 montrent que les modules normalisés des mastics ont été superposés avec les modules normalisés de leurs bitumes correspondants. Cette très bonne superposition

confirme que la composante bitume gouverne la rhéologie du mastic bitumineux et permet de valider l'utilisation des mêmes paramètres de formes (k, h, δ et β) utilisés pour les bitumes pour les mastics. Compte tenu de ce résultat, et en se basant sur le chapitre précédent, les lois de mélanges sont valables pour prédire les constantes du modèle 2S2P1D à l'échelle mastic dans les conditions de notre étude. Les courbes maitresses des mastics testés et modélisés par 2S2P1D à 10°C sont montrées dans les figures 5-7 et 5-8. Les résultats confirment que le modèle décrit les points expérimentaux de manière très satisfaisante. Les pourcentages d'erreur de |G*| et les écarts entre les angles de phase sont respectivement de ± 10% et ± 5°.

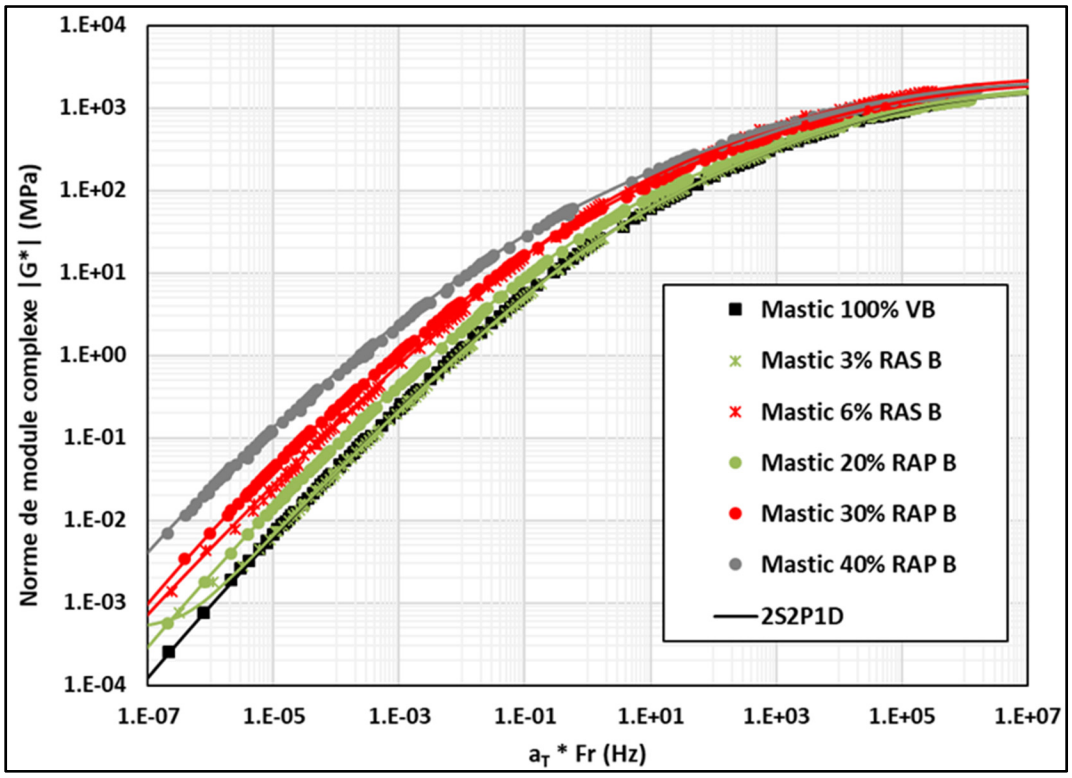


Figure 5-7 Courbes maitresses de la norme de module G*

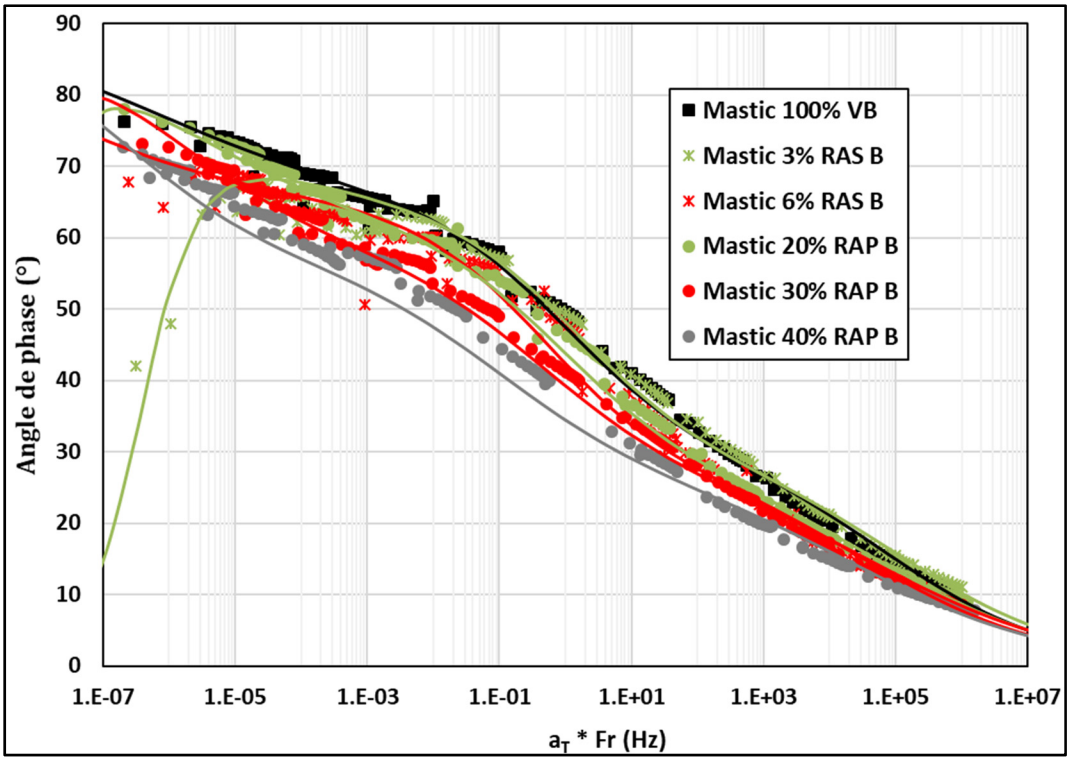


Figure 5-8 Courbes maitresses de l'angle de phase

Globalement, comme pour le cas des bitumes, les résultats montent une augmentation du module complexe avec l'augmentation du taux de bitume recyclé. Plus d'analyses sont présentées si dessous.

5.3.2 Analyse des résultats liés aux principes d'équivalence temps – température

5.3.2.1 Les facteurs de translations et constantes C1 et C2

Les facteurs de translation a_T des mastics ont été tracés en fonction des facteurs de translation a_T de leurs bitumes correspondants (Figure 5-9), les résultats montrent que a_T mastics sont quasi-égaux aux a_T bitumes correspondants. Cette même tendance a été remarquée dans la littérature (Delaporte 2006) et a confirmé que les a_T dépendent uniquement du bitume utilisé.

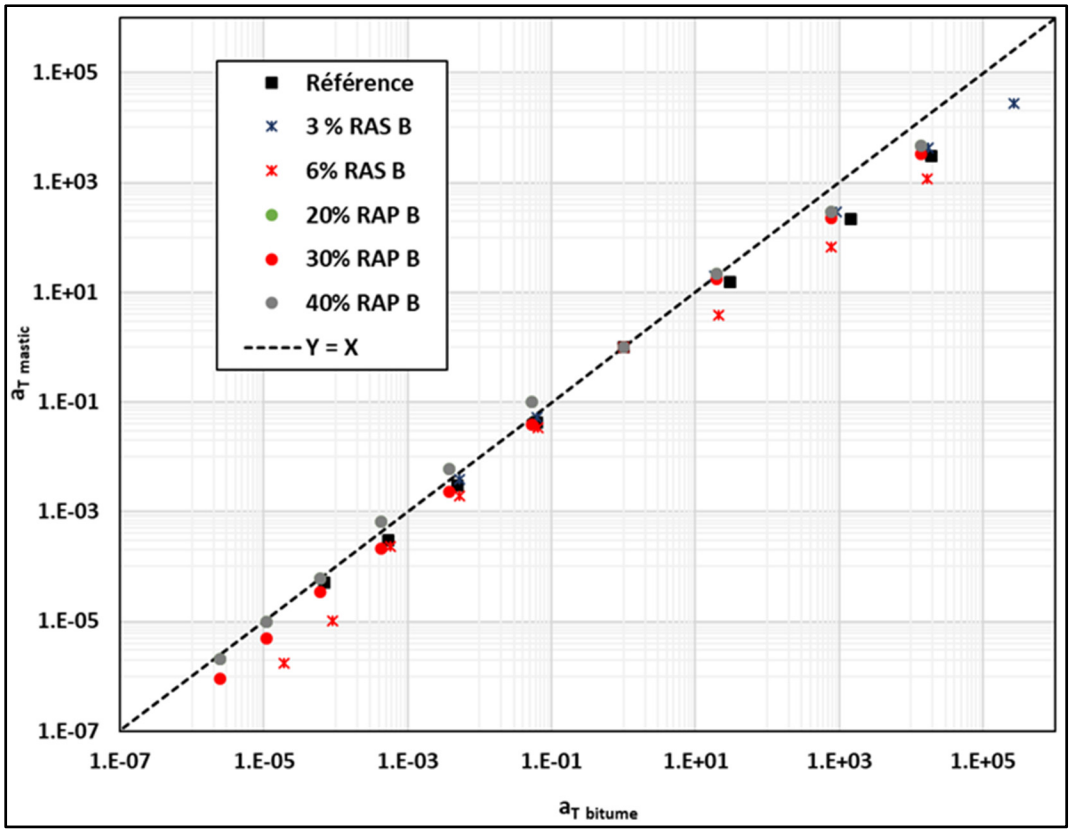


Figure 5-9 a_T mastics *vs* a_T bitumes correspondants

Rappelons que les a_T ont été approchés par la loi WLF qui dépend de deux constantes C1 et C2. Les valeurs de ces deux constantes sont présentées dans le tableau 5-2 et sont quasi-identiques pour les bitumes par rapport à leurs mastics correspondants.

La variation de C1 et C2 en fonction du ratio de bitume recyclé est présentée dans la figure 5-10. Une diminution linéaire dans une échelle logarithmique a été remarquée en fonction du ratio de bitume recyclé. Ce qui implique que ces constantes dépendent probablement de la rigidité du bitume utilisé. Afin de vérifier cela, la variation de C1 et C2 a été tracée en fonction de la variation de la TBA des bitumes correspondants.

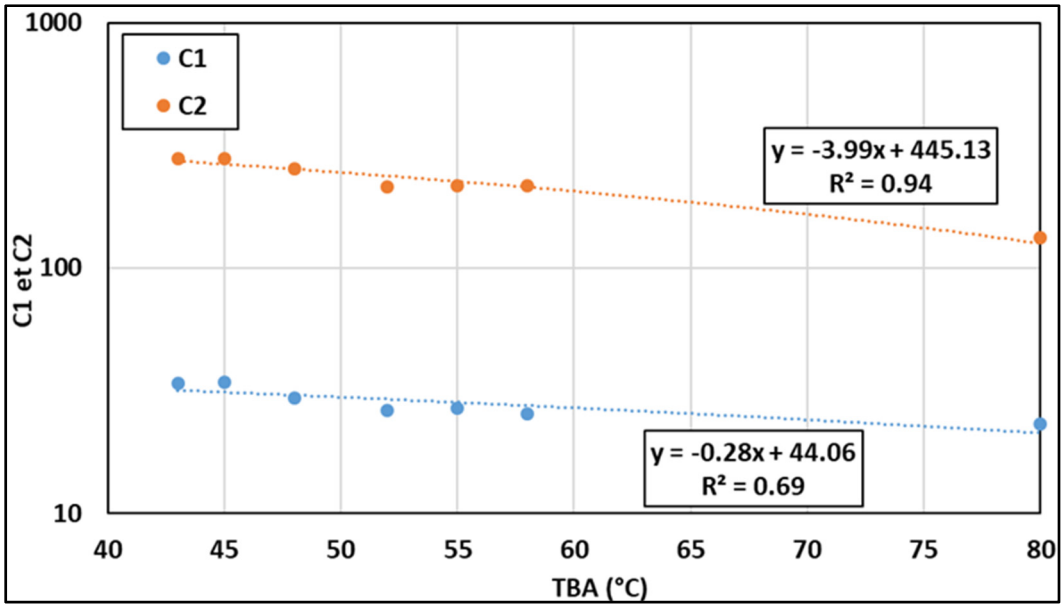


Figure 5-10 Variation de C1 et C2 en fonction de TBA

Les résultats montrent une très bonne corrélation entre les deux paramètres étudiés avec un très bon facteur de corrélation linéaire R (-0.83 pour C1 et -0.97 pour C2) et de bons facteurs de régression R^2 (0.69 pour C1 et 0.94 pour C2). En plus du premier résultat qui démontre que les a_T (donc C1 et C2) dépendent uniquement du bitume, ces derniers résultats ont permis dire que les a_T, C1 et C2 dépendent plus précisément de la rigidité du bitume utilisé.

C1 et C2 ont été prédits en utilisant la loi de mélange logarithmique (Eq. 5.5 et 5.6) et ont été tracés comparativement avec les C1 et C2 expérimentaux en fonction du taux de bitume recyclé. Les C1 et C2 du bitume de référence et du bitume RAP ont été utilisés comme paramètres de la prédiction.

$$Log\ C1_{mélange} = Log(C1)_{réf} + x\%\left(Log(C1_{RAP\ ou\ RAS}) - Log(C1_{réf})\right) \quad (5.5)$$

$$Log\ C2_{mélange} = Log(C2)_{réf} + x\%\left(Log(C2_{RAP\ ou\ RAS}) - Log(C2_{réf})\right) \quad (5.6)$$

Tableau 5-2 C1 et C2 expérimentaux et prédits

	C_1			C_2		
	Bitume WLF	**Mastic WLF**	**Prédiction par loi des mélanges**	**Bitume WLF**	**Mastic WLF**	**Prédiction par loi de mélange**
Référence	33.89	32.27	33.89	281.15	281.34	281.15
3% RAS B	34.51	31.44	-	281.07	281.43	-
6% RAS B	29.67	34.90	-	253.47	253.07	-
20% RAP B	26.35	26.21	31.44	215.19	217.21	241.97
30% RAP B	26.80	27.82	30.28	216.46	216.38	224.48
40% RAP B	25.50	31.07	29.16	216.65	216.59	208.25
RAP	23.28	-	23.28	132.76	-	132.76

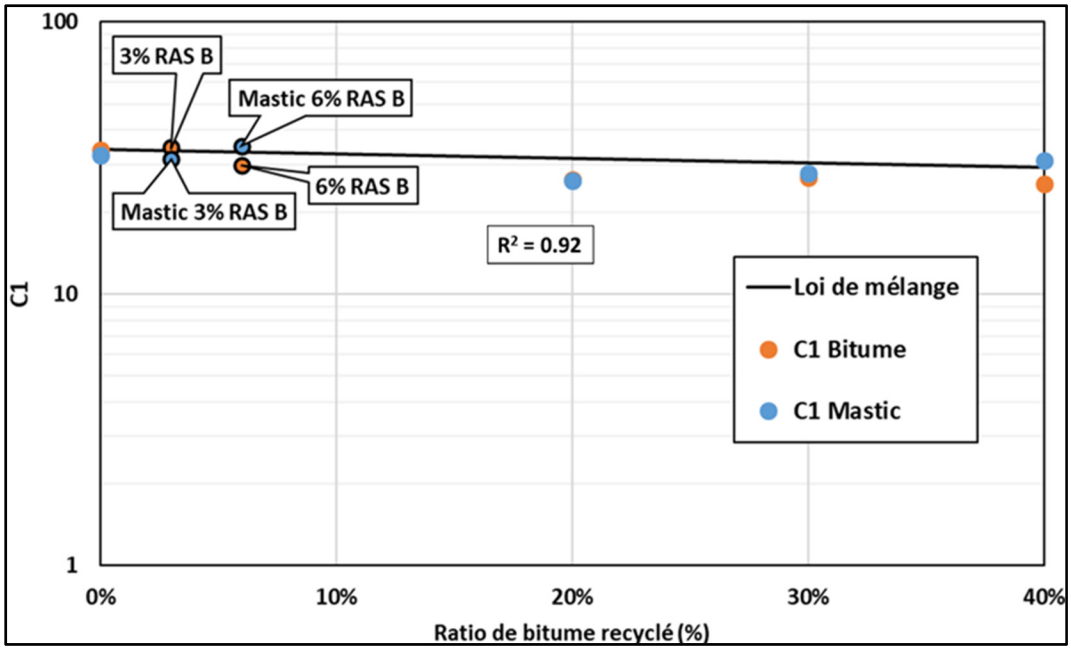


Figure 5-11 Évolution de C1 en fonction du ratio de bitume recyclé

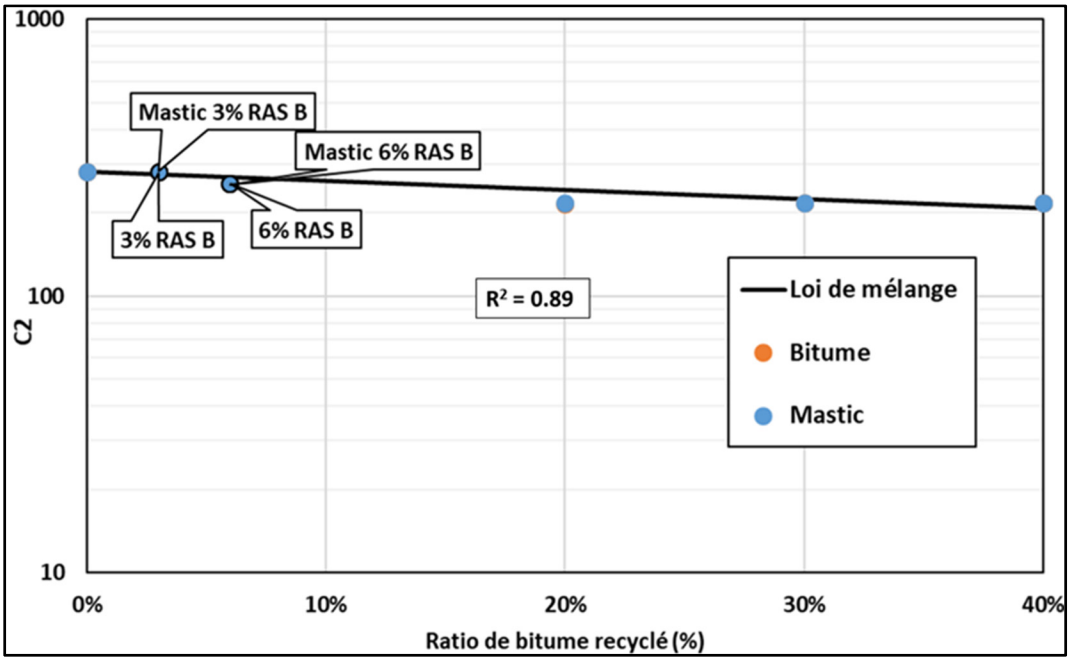


Figure 5-12 Évolution C2 en fonction du ratio de bitume recyclé

Les résultats prédits ont décrit de manière très satisfaisante les points expérimentaux dans le cas des bitumes et dans le cas des mastics. Étonnamment, et même sans l'utilisation des C1 et C2 du bitume RAS car non testé, les résultats de la prédiction ont été très proche à 3% de RBR et 6% RBR des mastics 3% et 6% RAS_B et de leurs bitumes correspondant. Cela signifie que pour les très faibles taux de bitume recyclés la nature du bitume n'a pas d'influence significative.

Ces résultats sont une validation de lois de mélange à cette échelle-là, et démontre qu'il 'est possible, à partir de C1 et C2 des bitumes de base (bitume vierge et bitumes recyclés), de prédire les C1 et C2 des mélanges de bitumes et de leurs mastics correspondant permettant de calculé les facteurs de translation a_T de la loi WLF pour la construction des courbes maitresses.

5.3.2.2 Le temps caractéristique

L'évolution des temps caractéristiques a été tracée en fonction des températures d'essai pour tous les mastics testés. Les résultats montrent un décalage dans l'axe horizontal (l'axe des températures) des courbes des mastics avec bitumes recyclés par rapport à la courbe du mastic de référence (Figure 5-13). Ce décalage est plus prononcé en augmentant le ratio de bitume recyclé.

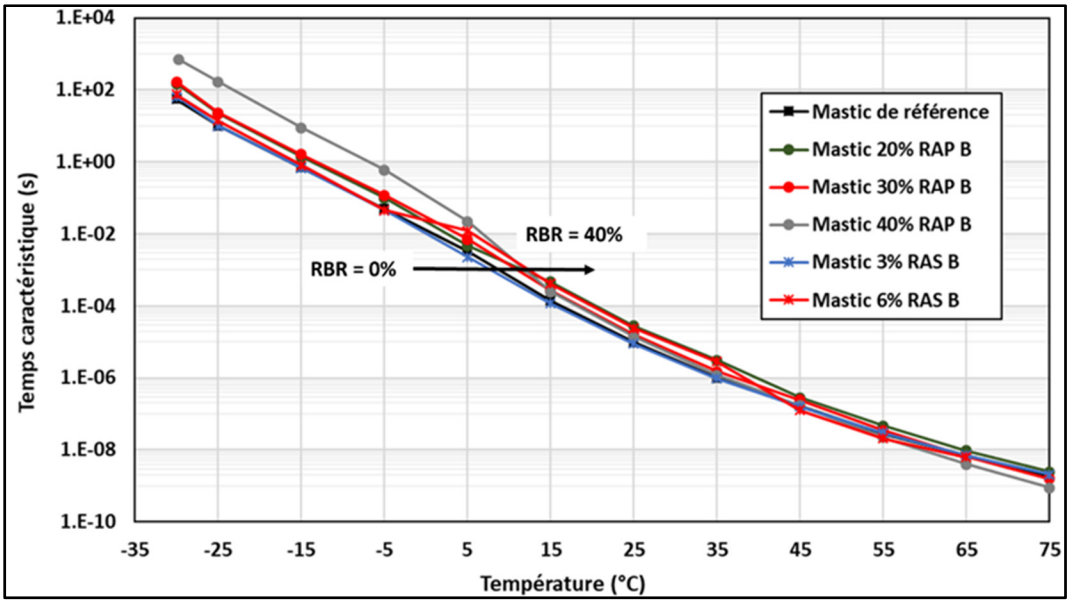


Figure 5-13 Évolution du temps caractéristique en fonction de la température

La variation du paramètre τ_0 mastic (temps caractéristique à la température de référence) est tracée en fonction de la variation τ_0 bitume et a montré une loi linéaire avec un très bon facteur de corrélation $R^2 = 0.85$ (Figure 5-14). À partir de là et comme proposé par (Di Benedetto, Olard *et al*. 2004), on peut définir la relation (Eq.5.7) :

$$Log\ (\tau_{0\ mastic}) = Log\ (\tau_{0\ bitume}) + \alpha\ (avec\ \alpha = 0.92) \tag{5.7}$$

Qui s'exprime également sous la forme (Eq.5.8)

$$\tau_{0\ mastic} = 10^{\alpha}\tau_{0\ bitume} \tag{5.8}$$

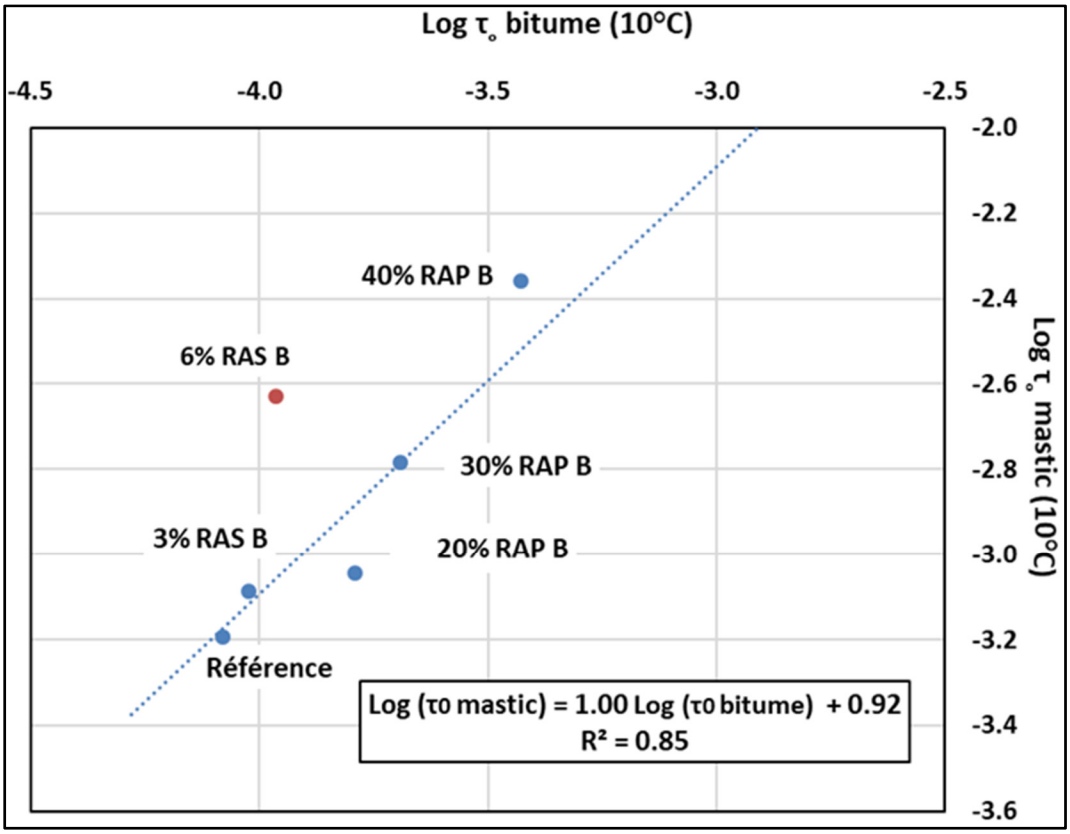


Figure 5-14 Log τ_0 mastic vs τ_0 bitume

Selon l'interprétation proposée par (Di Benedetto, Olard *et al.* 2004), ce coefficient α dépend de la formulation du matériau et son vieillissement. Par analogie, dans notre cas de mastics, Notre paramètre constant α =0.92 est caractéristique de la nature et proportion de filler dans le mastic.

Pour vérifier la validité de la loi de mélange proposée dans le chapitre précédent (*cf.* CHAPITRE 3), des prédictions ont été réalisées en utilisant la loi de mélange logarithmique (paramètre τ dépend de la température) selon l'équation (5.9).

$$Log(\tau_{0\ mélange\ bitumes}) = Log\left(\tau_{0\ bitume\ ref}\right) + x\left[Log(\tau_{0\ bitume\ BR}) - Log\left(\tau_{0\ bitume\ ref}\right)\right] \qquad (5.9)$$

En remplaçant (Eq.5.9) dans (Eq. 5.8) on obtient l'équation (5.10) :

$$\tau_{0\,mastic} = 10^{\{Log\,(\tau_{0\,bitume\,ref}) + x\%\,[Log(\tau_{0\,bitume\,RB}) - Log\,(\tau_{0\,bitume\,ref})]\} + \alpha} \quad (5.10)$$

Les résultats de la prédiction appliquée uniquement sur les mélanges avec RAP_B sont présentés dans le tableau 5-3 et sur la figure 5-15. En effet nous ne disposons pas de valeurs τ_0 100%RAS_B, car le RAS_B n'a pu être testé expérimentalement, car trop dur et sa prédiction avec les lois de mélanges est trop hasardeuse compte tenu du peu de points de mélanges avec des taux très proches (3% et 6%) dont nous disposons. Pour τ_0 100% bitume de référence la valeur expérimentale a été utilisée. Pour τ_0 100%RAP_B, compte tenu de la variation des résultats expérimentaux pour le bitume RAP, nous avons pris la valeur prédite en utilisant la loi de mélange inverse appliquée sur les mélanges de bitumes contenant du RAP_B.

Tableau 5-3 Présentation des temps caractéristiques à la température de référence τ_0

	$\tau_{0\ bitume}$ (s)	$\tau_{0\ mastic\ expérimental}$ (s)	$\tau_{0\ mastic\ loi\ de\ mélange}$ (s)
Référence	9.46×10^{-5}	8.20×10^{-4}	7.87×10^{-4}
3% RAS B	-	6.40×10^{-4}	-
6% RAS B	-	2.35×10^{-3}	-
20% RAP B	1.76×10^{-4}	9.02×10^{-4}	1.47×10^{-3}
30% RAP B	2.41×10^{-4}	1.65×10^{-3}	2.00×10^{-3}
40% RAP B	3.28×10^{-4}	4.37×10^{-3}	2.73×10^{-3}
100% RAP B	2.12×10^{-3}*	-	1.76×10^{-2}

* valeur extrapolée

Les résultats de la prédiction ont été comparés avec les résultats expérimentaux et semblent être bien corrélés et sont proches des valeurs obtenues expérimentalement avec un coefficient $R^2 = 0.67$.

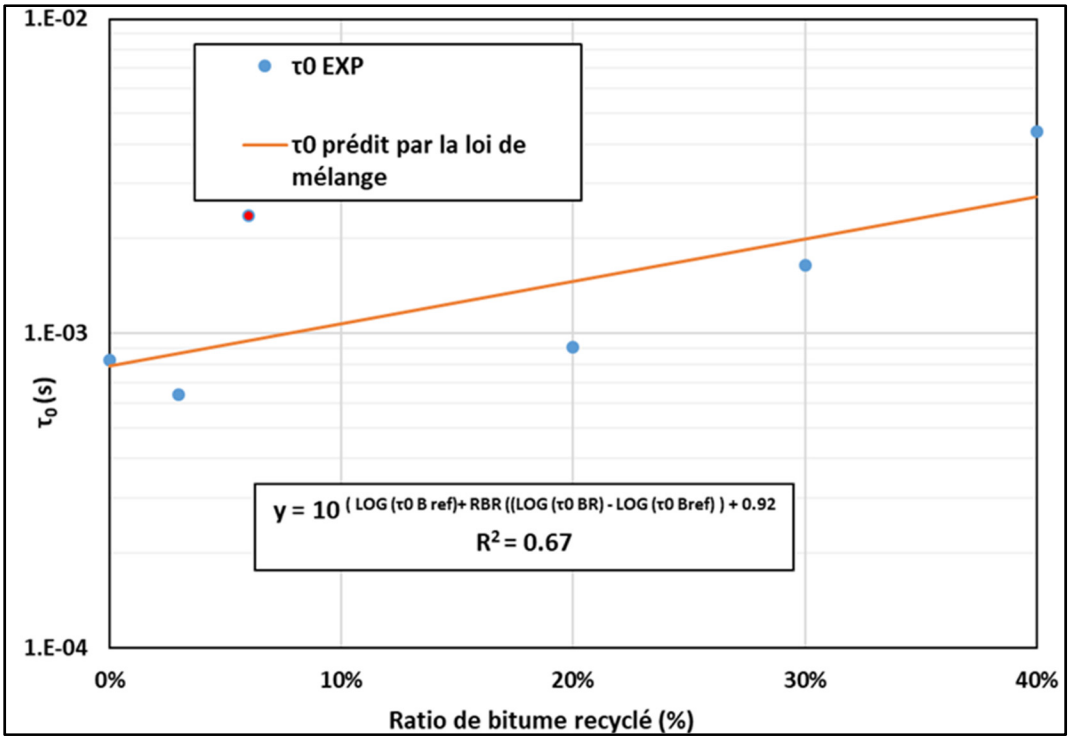


Figure 5-15 Variation de τ_0 en fonction de la variation du ratio de bitume recyclé

Ce résultat montre la capacité de la loi de mélange logarithmique à prédire, à partir de τ_0 bitume vierge et bitumes recyclés, à prédire le temps caractéristique des mélanges de bitume et de leurs mastics correspondants.

Les paramètres étudiés dans cette partie (τ, τ_0, a_T, C1 et C2) dépendent de la rigidité du matériau. Si on mélange un bitume avec une rigidité A avec un de rigidité B, le mélange final va acquérir une rigidité entre A et B selon les proportions d'utilisation de chaque produit. Cela explique pourquoi on était capable de prédire les paramètres (τ, τ_0, a_T, C1 et C2) des mélanges à partir des paramètres des constituants de base.

5.3.3 Le coefficient de renforcement complexe

Le coefficient de renforcement complexe est un outil permettant de comparer les modules à une température de référence donnée. C'est un nombre complexe qui s'exprime selon l'équation 5.11 :

$$CR^* = \frac{G^*}{G^*_{ref}} = \frac{|G^*|e^{i\varphi}}{|G^*_{reg}|e^{i\varphi}_{ref}} \quad (5.11)$$

$$|CR^*| = \frac{|G^*|}{|G^*_{ref}|} \quad (5.12)$$

La norme du coefficient de renforcement complexe (Eq.5.12) est utilisé ici pour comparer la rigidité entre les mastics et les bitumes correspondants, et aussi pour comparer les mastics entre eux.

Il est important de noté que les points expérimentaux des mastics et de leurs bitumes correspondants n'ont pas exactement le même emplacement dans l'axe des fréquences réduites. Pour simplifier le calcul, les résultats de la modélisation ont été utilisés.

5.3.3.1 Mastics / Bitumes

À partir des courbes maitresses des matériaux testés, les résultats du calcul du coefficient de renforcement complexe des mastics comparativement à leurs bitumes correspondants sont présentés dans la figure 5-16. Cela a permis d'étudier l'effet de l'ajout des fillers sur le comportement mécanique des bitumes en fonction du type de mélange. De manière générale, excepté pour le mastic à 6% de RAS qui semble fluctuer, un même effet a été noté pour tous les matériaux testés. Cela s'explique par le fait que la même teneur, nature et granulométrie de filler a été ajoutée aux bitumes. Cet effet est traduit en une augmentation de la norme du module complexe des mastics, d'un facteur environ 6 à 7 à hautes fréquences (donc basses températures) et 20 à basses fréquences (donc hautes températures), par rapport à leurs bitumes correspondants. Ces remarques semblent être logiques ; à hautes températures, le bitume devient de plus en plus liquide en son module tend vers zéro ; les modules mesurés à ces températures sont principalement gouvernés par les frottements et les contacts internes entre les grains du mastic. Par contre, pour les basses températures, le bitume se rigidifie. Alors, la mobilité des grains et leur frottement s'affaiblissent énormément ; conduisant à un comportement qui ressemble beaucoup plus à celui des bitumes correspondants.

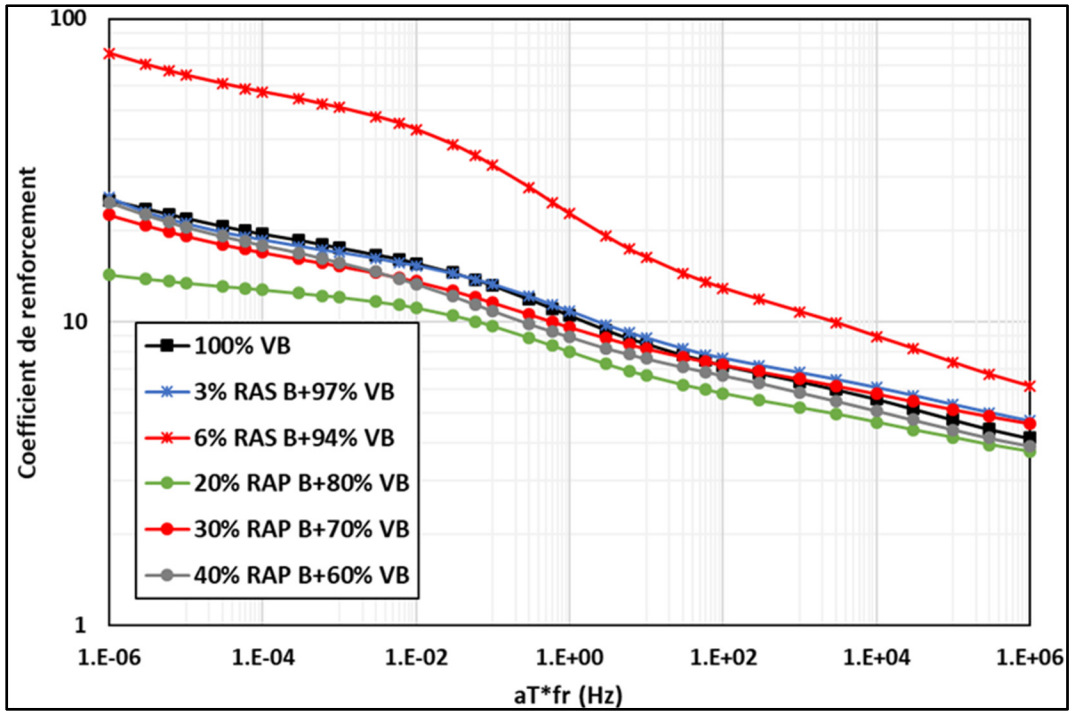


Figure 5-16 Coefficient de renforcement complexe mastic/bitume correspondant

5.3.3.2 Mastics / Mastic de référence

Le coefficient de renforcement a été calculé également pour les mastics par rapport au mastic de référence. Puisque ces matériaux ont la même teneur, nature et granulométrie du filler d'ajout, ce calcul a permis de comparer les modules, à une température de référence, en fonction du ratio de bitume recyclé.

Cette fois-ci, les résultats ont montré que la rigidification par rapport au mastic de référence n'était pas identique et elle dépend de la teneur et la nature du bitume recyclé présent dans le mélange :

- Pour les mélanges à base de RAP, plus le ratio de bitume RAP est élevé plus le mastic correspondant est plus rigide par rapport à la référence. Cet effet a été plus marqué à basse fréquence, donc à haute température.

- Pour les mélanges avec du bitume RAS, d'une part, le mastic 3% RAS_B a été presque équivalent au mastic de référence (coefficient de renforcement ~ de 1). D'autre part, le mastic 6% RAS montre une rigidification importante par rapport au mastic de référence, presque équivalente à celle du mastic 30% RAP_B aux basses fréquences/hautes température, voire même très proche de celle du mastic 40% RAP_B à haute fréquence/basse température. Là encore, et en se basant aussi sur les résultats des essais conventionnels sur mastics et sur les essais rhéologiques sur le bitume correspondant (*cf.* CHAPITRE 3), les résultats sur le mastic 6% RAS_B semblent fluctuer. L'ajout de 6% (par rapport à la masse de bitume) de RAS_B ne peut pas conduire à un tel niveau de rigidification.

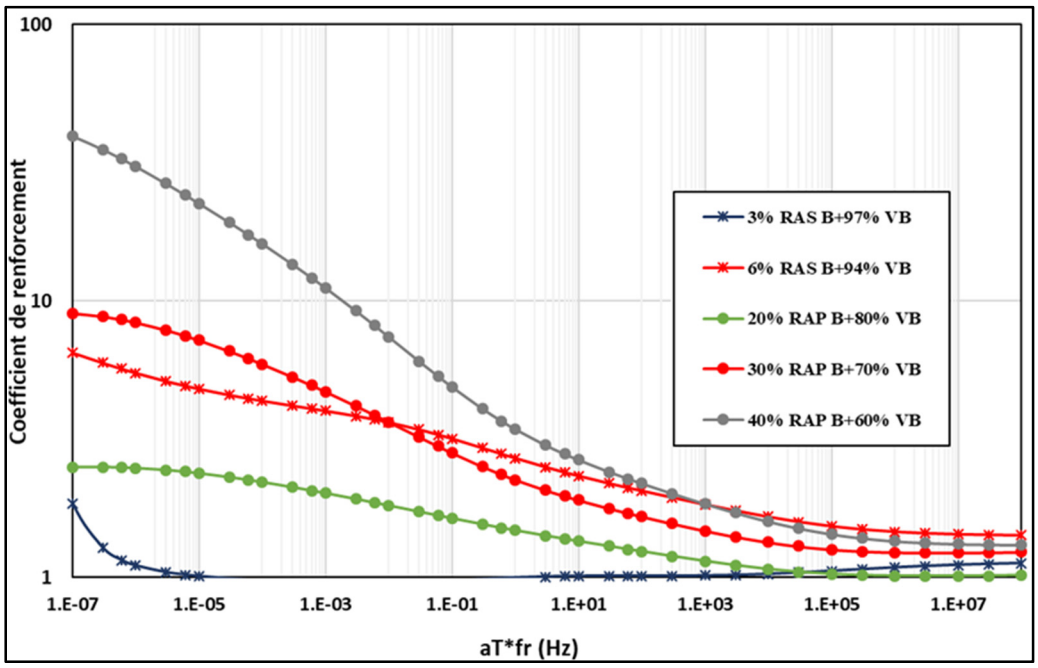


Figure 5-17 Coefficient de renforcement complexe
mastics /mastic de référence

Pour conclure cette partie, les résultats sont en accord avec la littérature. Pour l'ajout d'une charge minérale de même nature, granulométrie et dosage, l'effet sur le comportement rhéologique du bitume est constant. Ceci montre l'importance du filler d'apport surtout dans le cas d'utilisation des matériaux recyclés. Les fillers de ces derniers participent aussi au niveau

de la formulation. Et les différences observées au niveau comportement mécanique entre les enrobés sans et avec matériaux recyclés ne sont pas causées uniquement par le mélange entre les bitumes, mais également par la différence de leurs mastics. L'utilisation des matériaux recyclés (plus particulièrement pour les RAS qui sont très riches en fines) conduit à un changement de la teneur, la granulométrie et de la nature du filler composant le mastic dans l'enrobé. Le mastic est admis comme le réel liant dans les enrobés et le changement de sa structure peut-être la raison principale expliquant les différences de comportement observées entre les enrobés avec et sans matériaux recyclés.

5.4 Prédiction du comportement du mastic 100% RAP, SHStS vs lois de mélange

5.4.1 Validation de la transformation SHStS pour le passage bitume mastic correspondant

Étant donné que cet outil (SHStS) est utilisé beaucoup plus dans la littérature pour la prédiction du comportement des enrobés, cette étape a été réalisée afin d'étudier sa validité pour le passage du comportement du bitume à celui du mastic.

De même que nous avons appliqué la transformation SHStS sur les résultats du bitume pour prédire celles des enrobés, nous l'avons à nouveau appliquée sur les résultats des essais rhéologiques sur le bitume afin de prédire le comportement mécanique de leurs mastics correspondants.

Contrairement au chapitre précédent (*cf.* CHAPITRE 4) pour lequel le paramètre α a été fixé graphiquement, cette fois ci, la variation du paramètre τ_0 mastic a été tracé en fonction de la variation de τ_0 bitume correspondant et a permis de déterminer α avec une loi prédictive. La tendance remarquée est de forme (Eq.5.8) et a permis d'établir le paramètre $\alpha = 0.92$.

Les résultats de la prédiction du comportement mécanique du mastic 30% RAP_B à partir des résultats des essais rhéologiques de son bitume correspondant par la transformation SHStS sont

présentés dans la figure 5-18 comparativement aux résultats expérimentaux de ce même mastic. Les autres résultats sont présentés en annexe (*cf.* ANNEXE IV).

Comme pour le chapitre précédent (*cf. CHAPITRE 4*), les points prédits et les points expérimentaux ne se situent pas exactement sur les mêmes valeurs de fréquences réduites, ce qui rend difficile la comparaison des deux courbes. Il a été nécessaire de faire une interpolation linéaire entre les points pour calculer l'écart entre les deux. Les résultats des interpolations sont présentés dans la figure 5-18 et les écarts présentés dans la figure 5-19 sont calculés en utilisant les équations suivantes (Eqs. 5.13 et 5.14).

$$\%\, Erreur = \frac{|G^*|_{expérimental} - |G^*|_{prédit}}{|G^*|_{expérimental}} \tag{5.13}$$

$$\Delta\varphi = \varphi_{expérimental} - \varphi_{\ prédit} \tag{5.14}$$

Les résultats ont montré des écarts très acceptables situant respectivement entre ± 8% et ± 4° pour les modules et les angles de phase.

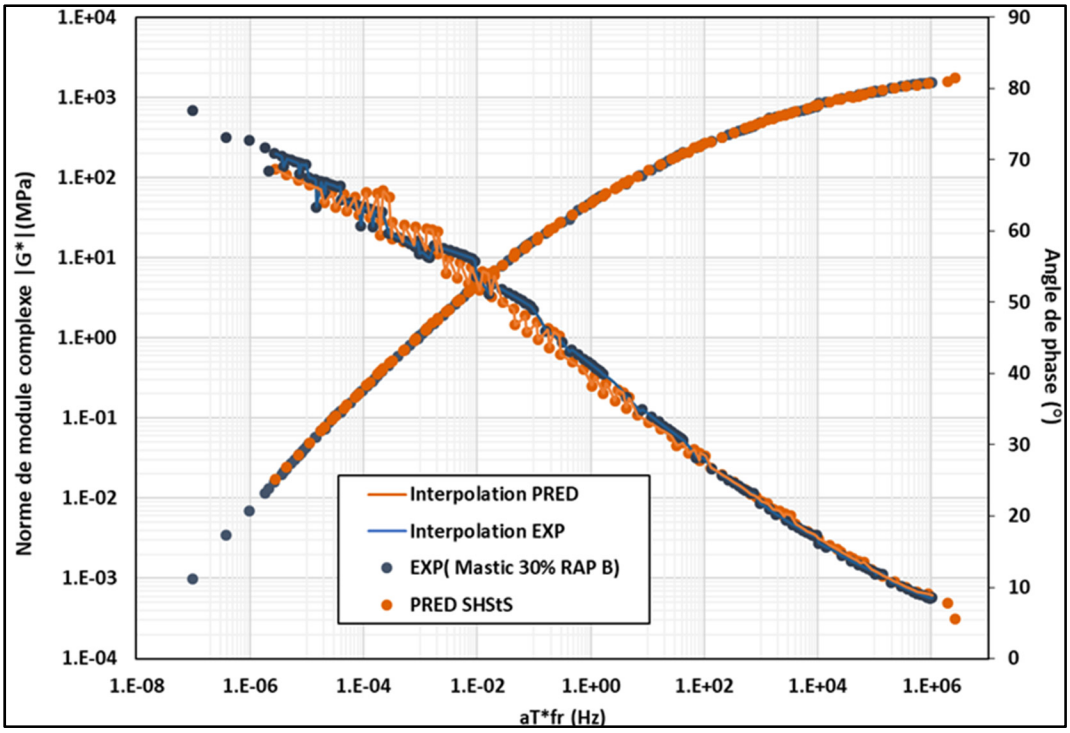


Figure 5-18 Courbes maitresses expérimentale et prédite par SHStS

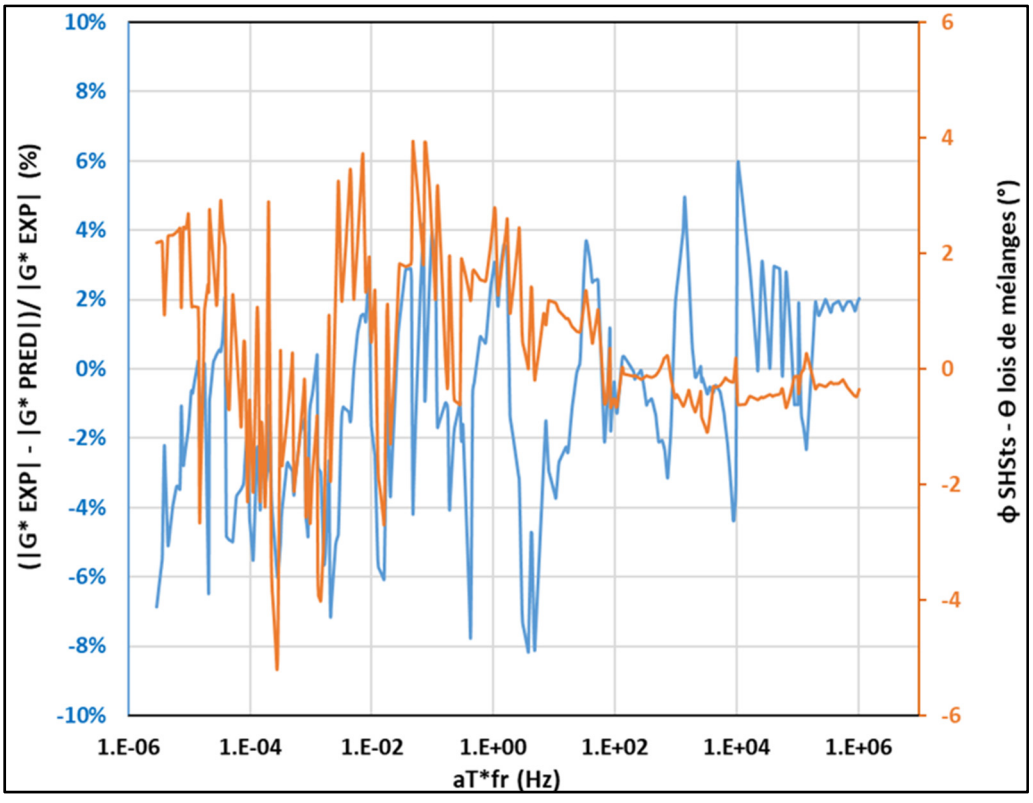


Figure 5-19 Écarts entre les résultats expérimentaux et la prédiction par SHStS

Cela montre que la transformation SHStS proposée par (Di Benedetto, Olard *et al*. 2004) est un outil très puissant permettant le passage du comportement du bitume à celui du mastic correspondant. Cette constatation est très intéressante et a permis d'abord, de prédire le comportement rhéologique du mastic 100% RAP_B ; ensuite, de comparer la prédiction SHStS avec les résultats de la prédiction du mastic 100% RAP_B par les lois de mélange. Les résultats sont proposés si dessous.

5.4.2 SHStS vs Lois de mélange

Puisque le mastic 100% RAP_B n'a pas été fabriqué et caractérisé en laboratoire, son comportement a été prédit en utilisant d'une part les deux lois de mélanges préalablement proposé et d'autre part par la transformation SHStS. Une comparaison des résultats est réalisée. La démarche appliquée est la suivante.

- Pour la prédiction par la transformation SHStS, les résultats des essais de modules complexes sur le bitume RAP ont été utilisés. D'abord, les modules asymptotiques du mastic 100% RAP ont été prédits en utilisant la loi de mélange. Notant que contrairement aux autres valeurs de module complexe, G00 et G0 sont indépendants de la température et de la fréquence, pour les prédire, la loi linéaire a été utilisée et non pas la logarithmique. Enfin, la transformation a été appliquée en utilisant le même α établi précédemment (α = 0.92).
- Par rapport à la prédiction établie par la loi de mélange, les résultats des essais de module complexe du mastic de référence et du mastic 30% RAP ont été utilisés. Un calcul inverse a été effectué pour prédire les résultats du mastic 100% RAP. Puisque les modules et les angles de phase dépendent de la température et de la fréquence d'essai, la loi logarithmique a été utilisée. Les facteurs de translation a_T dépendent aussi de la température et pour les calculer la loi de mélange logarithmique a été utilisée. Les détails de calcul sont présentés si dessous (Eq.5.15).

$$Log\ (A_{mastic\ 100\%\ RAP}) = Log\ (A_{mastic\ réf}) + \frac{Log\ (A_{30\%\ RAP}) - Log\ (A_{mastic\ référence})}{30\%} \qquad (5.15)$$

Où A est un terme générique pour |E*|, φ et a_T.

Les résultats des deux prédictions sont présentés dans la figure 5-20. De manière globale, les deux prédictions sont très proches les unes des autres. Les écarts entre les résultats ont été calculés entre les fréquences 10^{-8} Hz à 10^{+6} Hz (Figure 5-21), pour les fréquences comprises entre 10-4 Hz à 10+6 Hz les écarts ont été compris entre ± 15% pour les modules et ± 5° les angles de phase.

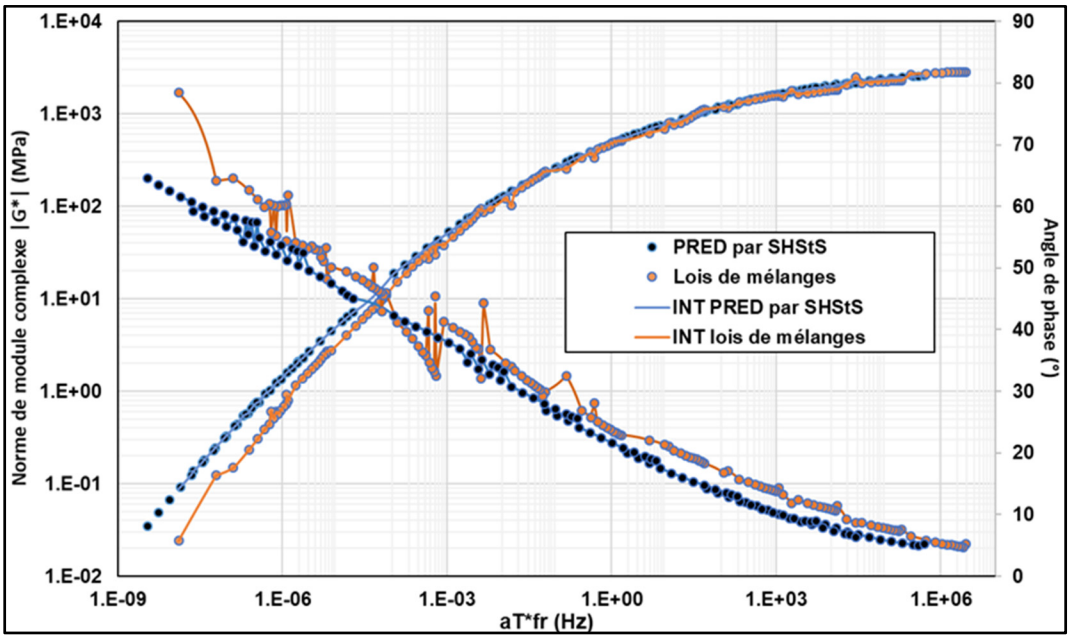


Figure 5-20 Courbes maitresses prédites par SHStS et par les lois de mélange

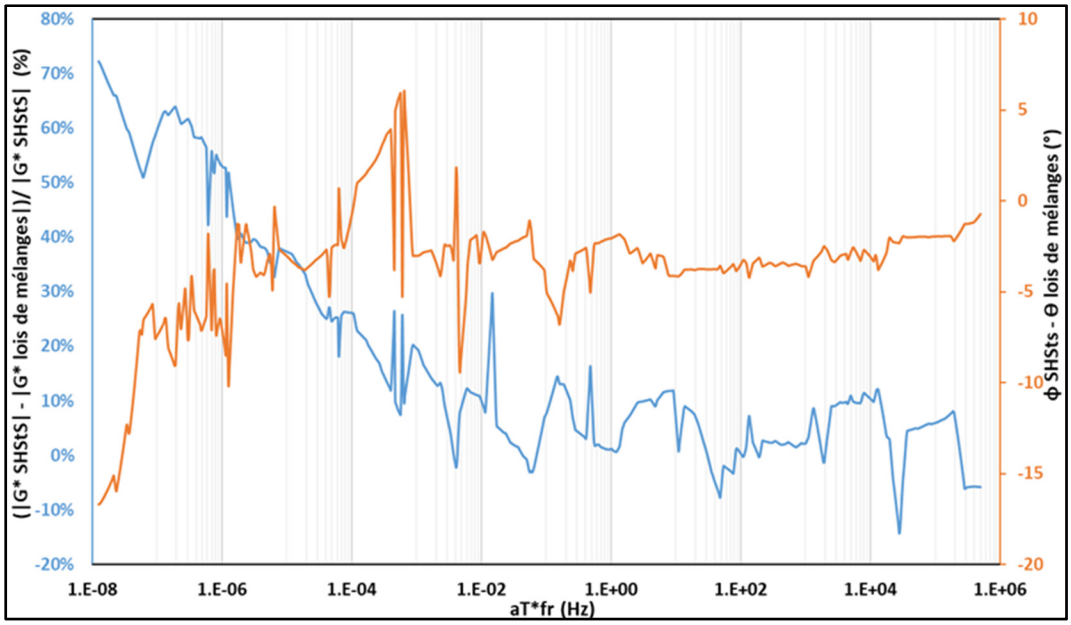


Figure 5-21 Écarts entre la prédiction par SHStS et la prédiction par les lois de mélanges

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la validité des lois de mélange a été étudiée à l'échelle du mastic. En termes de paramètres conventionnels, il a été possible de prédire la pénétration et la température de ramollissement des mastics à partir des caractéristiques conventionnelles du bitume vierge, des bitumes recyclés et à l'aide du coefficient de renforcement et du pouvoir rigidifiant.

En termes de paramètre rhéologiques, d'abord, grâce à la procédure établie, expliquée dans *cf.* CHAPITRE 2, il a été possible de tester le mastic par le rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) ; très peu d'études sont présentées dans la littérature utilisant cet appareil comme outils de caractérisation pour les mastics. De plus, par rapport aux lois de mélange, les résultats montrent qu'ils sont des outils très intéressants permettant de prédire les modules et les angles de phase, les facteurs de translation et les constantes de la loi WLF ainsi que les paramètres de modélisation des mélanges de bitumes et leurs mastics correspondants.

Comme perspective pour ce travail, d'abord, il est important de valider ces conclusions en utilisant d'autres types de filler d'apport. De plus, il a été très intéressant d'étudier le mastic réel de chaque enrobé fabriqué. Cependant, une étude paramétrique complexe est nécessaire, d'abord d'un point de vue pratique (récupération des fillers de chaque constituant) et aussi technique (il est souhaitable de travailler sur le RAS tamisé à 80 microns, mais il était très difficile de maitriser la teneur en liant et filler de cette fraction).

CHAPITRE 6

FROM COMPLEX MODULUS E* TO CREEP COMPLIANCE D(T): EXPERIMENTAL AND MODELING STUDY

Abdeldjalil Daoudi[1], Daniel Perraton[1], Anne Dony[2] Alan Carter[1]

1 École de technologie supérieure, Montréal / ÉTS, Montréal, Canada
2 École Spéciale Travaux Publics, Paris / ESTP, Paris, France.
abdeldjalil.daoudi.1@etsmtl.net.

Published in Materials, volume 13.8, 1945, doi.org/10.3390/ma13081945, April 2020

6.1 Abstract

Creep compliance (D(t)) is a very important input for the thermal cracking resistance in the Mechanistic-Empirical Pavement Design Guide (MEPDG). The aim of the work presented here is to predict the results of creep compliance D(t) from the result of complex modulus E*(ω). The work plan is divided in two main parts: an experimental part consisting of creep tests, and a modeling part. Three configurations were compared together, namely direct tensile, direct compression and indirect tensile tests. The modelling part consists of using a 2S2P1D model coupled to Kopelman approximation to switch from the frequency domain to the time domain. Additionally, 2S2P1D was used to calibrate the generalized Kelvin–Voigt model and get the creep compliance directly from E* results. The experimental results show that D(t) from direct tensile and direct compression are the same in the viscoelastic domain and are greater than D(t) from the indirect tensile test. The indirect tensile test (IDT) seems to be very difficult to achieve compared to the other two variants. The converted results using the 2S2P1D model coupled to Kopelman approximation and the results from the GKV model describe the experimental points very well.

Keywords: creep compliance; complex modulus; 2S2P1D model; direct tensile test; direct compression test; indirect tensile test

Highlights

- The use of rheological models is a very simple and good method to predict creep compliance D(t) from complex modulus E(ω).
- Creep compliance from direct tensile and direct compression tests are the same and are more representative to the field.
- The IDT creep test configuration allow to measure parallel creep compliance which is not representative with thermal cracks observed in the real roads.
- Direct creep compliance tests are easier to perform comparing to the IDT configuration proposed by AASHTO T322-07.

6.2 Introduction

The thermomechanical behavior of bituminous asphalt mixes is very complex. According to Benedetto (Di Benedetto and Corté 2004) four behaviors are observed depending on the strain amplitude ($|\varepsilon|$) and the number of cycles (N) of the applied loading. For small strain amplitudes ($|\varepsilon| < 10^{-4}$) and a few hundred loading cycles, the behavior can be considered as linear viscoelastic (LVE). For tens of thousands of cycles, the phenomenon of fatigue manifests. Rutting is created by the accumulation of irreversible permanent deformations caused by near-breaking amplitudes. The variation of the temperature can cause deformations of a few percent ($|\varepsilon| >> 10^{-4}$), the observed behavior is strongly nonlinear.

The viscoelastic linear behavior of asphalt mixes is mainly characterized by two types of tests: quasi-static loading tests in the time domain (relaxation and creep) and cyclic loading tests in the frequency domain (complex modulus). Relaxation is the evolution of the stress in time for the application of a constant deformation, and creep is the evolution of the strain for a constant stress applied. As for the complex modulus, it is the expression of rigidity of viscoelastic materials under cyclic loading; it represents the ratio between the cyclic stress by the cyclic strain.

Laplace–Carson transform is a mathematical tool allowing substituting variables, in particular to go from the time domain to the frequency domain. Because integral equations describing material LVE behavior in a time domain are difficult to apply, the Laplace–Carson transform is used to turn integral equations into algebraic, therefore simplifying calculations (Equation (6.1)) (Di Benedetto and Corté 2004, Huang 2004).

$$g^*(p) = p\int_0^{+\infty} e^{-pt} g(t)dt \tag{6.1}$$

where g(t) is a time dependent function, g*(p) is function dependent on p, p is a complex variable, corresponding to time in the transform domain. If p = iω (ω is the angular frequency) we have (Eq.6.2):

$$E^*(\omega) \times D^*(\omega) = 1 \tag{6.2}$$

where E* is the complex modulus (relaxation in frequency domain) and D* is the complex compliance (creep compliance in frequency domain).

Creep compliance (ratio between deformations in time by the maximum stress applied) is a very important input for low temperature or thermal cracking module in the Mechanistic Empirical Pavement Design Guide (MEPDG) software (Huang 2004, Puppala 2008). Too low creep may lead to cracking at low temperature and too high creep may lead to high potential of rutting at service temperatures (Olard 2003). This type of test (creep) is also a very important element for characterization of bitumen at low temperature; the PG High-Low temperature system is based on a creep test (bending beam rheometer, BBR) for the determination of the low temperature of bitumen (Anderson and Kennedy 1993, Bahia and Anderson 1995, Olidis and Hein 2004, Al-Qadi, Loulizi et al. 2005, Puppala 2008).

The American Association of State Highway and Transportation Officials (AASHTO T322-07) describes a test protocol for the creep compliance (AASHTO 2007). The standard proposes to work in indirect tensile test (IDT) configuration on a cylindrical test specimen of 150 mm in diameter and 38 mm to 50 mm of thickness. The specimen compaction is performed by the gyratory compactor. The test is generally carried out at three different temperatures ranging from 10 °C to -30 °C depending on the grade of the bitumen. A static load is applied along a diametral axis in order to have an indirect tensile stress. The creep compliance is a non-destructive test; the applied loading must always be in the linear viscoelastic domain. However, the load must be high enough to cause sufficient horizontal deformation so the noise in the data acquisition process is insignificant. During the test, vertical and horizontal deformations are measured and the creep compliance represents the time dependent horizontal deformation by the applied stress, which can be calculated by the given Equation (6.3):

$$D(t) = \frac{\Delta X_{tm,t} \times D_{avg} \times b_{avg}}{P_{avg} \times GL} \times C_{cmpl} \tag{6.3}$$

$$C_{cmpl} = 0.6354 \times \left(\frac{X}{Y}\right)^{-1} - 0.332 \tag{6.4}$$

where:

D(t): creep compliance at time t (1/kPa).

GL: gauge length (mm).

D_{avg}: average diameter of all specimens (mm).

b_{avg}: average thickness of all specimens (mm).

Pavg: average creep load (kN).

ΔXtm,t: trimmed mean of the normalized horizontal deformations of all specimen faces at time t (mm/mm).

C_{cmpl}: correction factor (Eq.6.4).

$\frac{X}{Y}$: absolute value of the ratio of the normalized, trimmed mean of the horizontal deformations (i.e. ΔXtm,t) to the normalized, trimmed mean of the vertical deformations (i.e. ΔYtm,t) at a time corresponding to ½ the total creep test time for all specimen faces.

The National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) in its report 530 presents a laboratory test program to evaluate and compare measurement of creep compliance using IDT configuration, uniaxial compression, and uniaxial tension tests (Christensen and Bonaquist 2004, Richardson and Lusher 2008). The objective was to review the test procedure described in AASHTO T322-07. The results show that the behavior is very anisotropic. The compliance measured with the IDT test was lower than the compliance determined in uniaxial compression, which in turn was lower than the uniaxial tension compliance. The NCHRP chose to validate the test procedure described in AASHTO T322-07 because the compliance measured in perpendicular plane in relation to the compaction is generally higher than that determined parallel to compaction. However, we note that thermal cracks at low temperatures are generally perpendicular to the direction of compaction of the pavement. Lowering road temperature creates contraction stress; the contraction is blocked in the longitudinal direction of the road which leads to transverse cracking (Olard 2003, Olard, Di Benedetto et al. 2003). The IDT configuration allows determining parallel creep compliance contrary to the direct tensile and direct compression configurations. Additionally, we note that compaction procedure with gyratory compactor is not very representative of field compaction.

The viscoelastic theory offers the possibility to get creep compliance results directly from complex modulus results. Olard et al. conducted a study at binder scale for the prediction of BBR results (creep compliance test) from shear complex modulus results (G*) (Olard, Di Benedetto et al. 2004). Complex modulus tests were performed by Métravib (tensile/compression configuration) then the results were converted to shear complex modulus using Poisson's ratio ($|E^*| = 2\ (1 + \nu)\ |G^*|$). incompressibility was supposed, so that $\nu = 0.5$ and the approximation $|E^*| = 3\ |G^*|$ was used (Olard 2003, Olard, Di Benedetto et al. 2004). To change from the frequency domain to the time domain, Olard et al. used four approximate equations namely Kopelman equation (1958), Christensen equation (1982), Ninomiya and Ferry equation (1959) and Schwarzl and Struik equation (1968) (Marasteanu 2000, Olard, Di Benedetto et al. 2004, Olard, Di Benedetto et al. 2005). Creep compliance results obtained from BBR data were compared with the converted results from the approximate equations (prediction). The predicted results describe the experimental data well.

Any linear viscoelastic body can be modelled by the generalized Kelvin–Voigt model (GKV) (Figure 6-1 a) (Marques and Creus 2012). This model is an assembly of simple rheological elements like springs and dashpots, the complex modulus and the creep compliance are given by Equations (6.5) and (6.6).

$$E^*(\omega) = \left(\frac{1}{E_{00}} + \frac{1}{i\omega\eta_{00}} + \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{E_i + i\omega\eta_i} \right)^{-1} \tag{6.5}$$

$$D(t) = \frac{1}{E_{00}} + \sum_{i=1}^{n-1} \frac{1}{E_i} \left(1 - e^{\frac{t}{\tau_i}}\right) \tag{6.6}$$

where:

E*(ω): complex modulus (MPa).

E_{00} and η_{00} value of the complex modulus and the viscosity when $\omega \rightarrow 0$.

ω: is the angular frequency, so that $\omega/2\pi$ is equal to the frequency.

η_i and E_i: viscosity and elastic modulus of each Kelvin Voigt branch.

D(t): creep compliance (1/MPa).

τ: is the relaxation time for single branch.

The unidimensional rheological model with continuous spectrum called 2S2P1D (Figure 6-1 b) (Olard and Di Benedetto 2003) is widely used for the prediction of the LVE behavior of bituminous materials; it consists of two elastic (spring) elements, two parabolic creep elements and one viscous (dashpot) element. The complex modulus is given by the Equation (6.7). However, no analytical expression of the creep compliance function of this model is available in the time domain.

$$E^*(\omega) = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \tag{6.7}$$

where:

E_0 is the value of the complex modulus when $\omega\tau \rightarrow \infty$.

δ, k and h are dimensionless constants and β is a dimensionless parameter, related to Newtonian viscosity η.

Several studies present a method to get viscosities (ηi) and modulus (Ei) of the generalized Kelvin–Voigt (GKV) model from 2S2P1D model (Di Benedetto, Mondher et al. 2007, Tiouajni, Di Benedetto et al. 2011, Carret, Falchetto et al. 2015) . After the calibration of the 2S2P1D model in the frequency domain (E*), the method consists of minimizing the difference between the GKV model results and the results given by a reference viscoelastic model (2S2P1D).

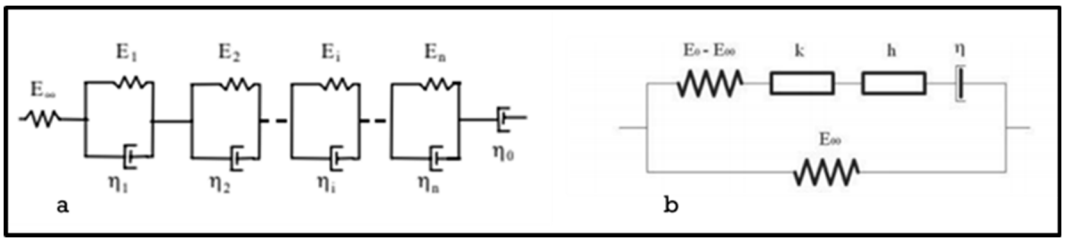


Figure 6-1 a: the generalized Kelvin-Voigt model (GKV); b : 2S2P1D model

6.3 Methods and Materials

6.3.1 Methods

The objective of this study is to predict the results of creep compliance in time domain D(t) directly from the results of complex modulus.

The methodology is divided into two main parts: an experimental part and a modelling part. The experimental part consists of realization of complex modulus tests and creep compliance tests (Figure 6-2).

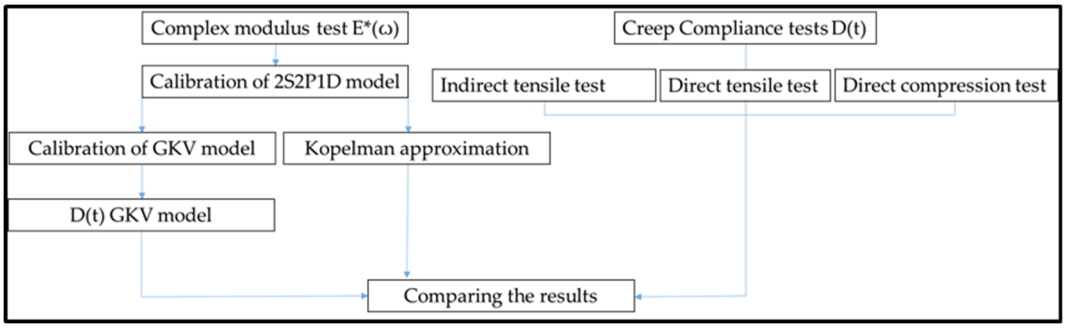


Figure 6-2 The work plan.

Complex modulus tests were performed in traction-compression configuration according to Quebec's standard LC26-700. Seven test temperatures ranging from −20 °C to 40 °C with a step of 10 °C and a frequency sweep from 0.1 Hz to 10 Hz were used. The imposed strain was ± 50 μstrain. Complex modulus results were fitted using 2S2P1D model, then two different methods were used to switch from the frequency domain to the time domain for creep compliance. First, 2S2P1D results were coupled with the approximation proposed by Kopelman which is mathematically simpler than the other three equations proposed in Olard's et al. study (Olard, Di Benedetto et al. 2004). Second, the GKV model was calibrated according to the minimization with 2S2P1D model proposed by Tiouajni et al. (Tiouajni, Di Benedetto et al. 2011). and the creep compliance in time domain is given by Equation (6.6).

Creep tests were performed using three configurations namely: direct tensile configuration, direct compression configuration and indirect tensile configuration. Direct tensile and direct compression tests were achieved on cylindrical specimens with a diameter of 75 ± 1 mm and a height of 135 ± 2 mm. A static traction or compression stress load was applied on the samples for 300 s; it took 0.1 s to reach the imposed load, without impact, from a contact force of 50 N. The measurement of deformation was insured by three extensometers of 50 mm in length. Four test temperatures were used ranging from −20 °C to 10 °C with a step of 10 °C. The amplitude of the imposed stress was fixed by taking in to account complex modulus results. For each test temperature, before to start the creep test and at the end of it, a partial complex modulus test was done in order to check if the material was still in the viscoelastic behavior domain. Indirect tensile creep tests were performed on cylindrical samples with a diameter of

150 mm and a thickness of 38 mm. AASHTO T322-07 has not set a load application speed or a maximum amplitude, so, in order to have the same test parameters, the IDT loading was applied in 0.1 s and the amplitude was fixed manually in order to have a minimum 50 µstrain at 0.1 s.

6.3.2 Materials

A 0–10mm surface mix, namely ESG-10, was used. The gradation is given in Figure 6-3. The bitumen is an unmodified PG 58-34, the penetration and the ring and ball temperature of this bitumen are respectively 153 ± 1, 1/10 mm and 43 ± 0.1 °C. The mixing temperature used was 155 °C, and the compaction temperature 140 °C. The aggregates were heated 15 °C more than the bitumen as indicated in the LC (26-003) test method, i.e 170 °C.

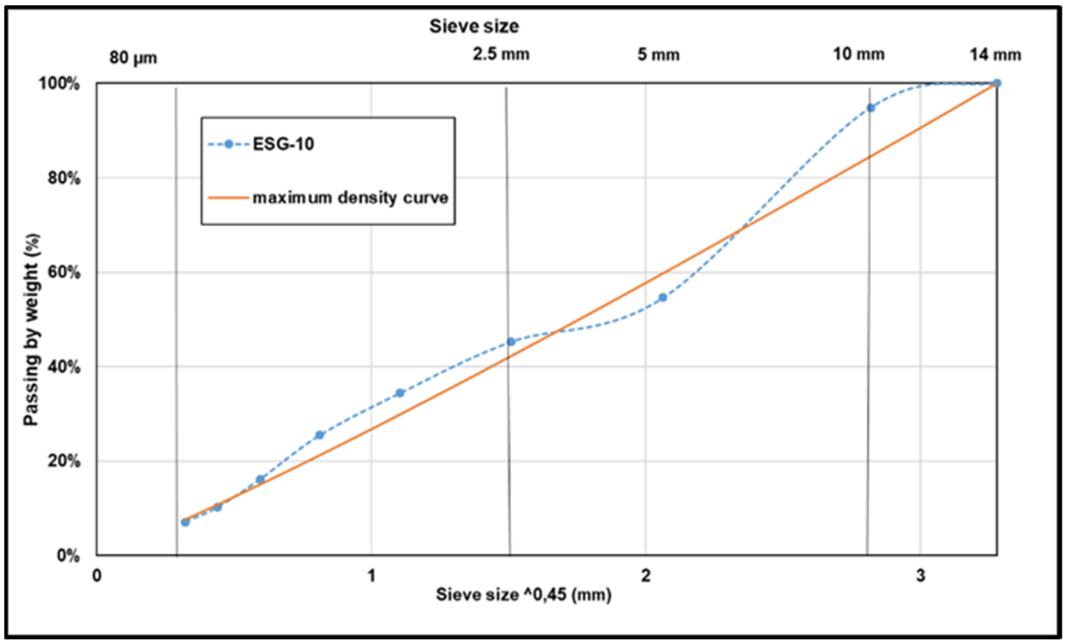


Figure 6-3 The gradation of asphalt mix (ESG-10).

The cylindrical samples for complex modulus tests, direct tensile and direct compression creep tests were cored from slabs (100 mm × 180 mm × 500 mm) compacted in laboratory using MLPC (*Materiel Laboratoire Ponts et Chaussées*) wheel compactor according to Quebec's LC

test method (Figure 6-4). For indirect tensile creep tests, the specimens were cut from cylindrical samples compacted by gyratory compactor (Figure 6-5). Before doing tests, the air voids content was measured using hydrostatic weighing and the maximum density of asphalt (D_{mm}).

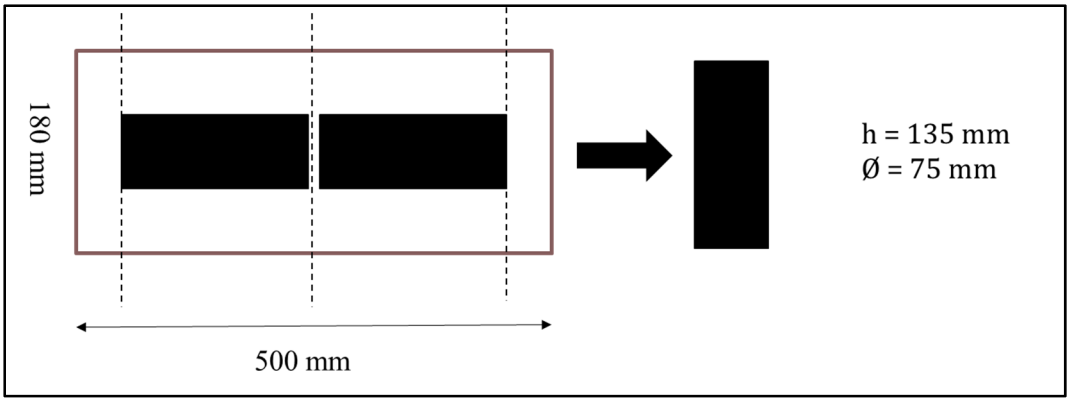


Figure 6-4 Sample preparation for complex modulus test, direct tensile test and direct compression test.

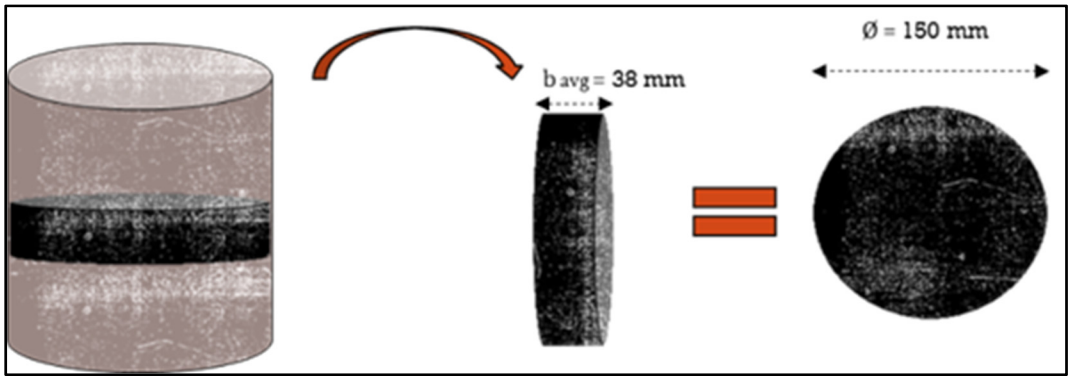


Figure 6-5 **S**ample preparation for indirect tensile test.

6.4 Results and Discussion

6.4.1 Complex modulus results and 2S2P1D calibration

Complex modulus results are presented in Figures 6-6 and 6-7. The calibration of the 2S2S1D model was performed in Cole–Cole curve and black space in order to fix the shape parameters (k, h, δ and β). Asymptotic moduli E_{00} and E_0 were fixed by a linear extrapolation respectively at very low frequencies and very high frequencies. Characteristic time τ depends on temperature as follow (Eq.6.8)

$$a_T = \frac{\tau}{\tau_0} \tag{6.8}$$

where τ_0 is the characteristic time at the reference temperature (T_{ref}) and a_T is the shift factor. a_T values may be approximated by the Williams–Landel–Ferry (WLF) equation (equation (6.9)) when Time-Temperature superposition is valid (Ferry 1980, Di Benedetto, Olard et al. 2004, Perraton, Di Benedetto et al. 2016).

$$\text{Log}\,(a_T) = \frac{-C1\,(T-Tref)}{C2+(T-Tref)} \tag{6.9}$$

where C1 (23.90) and C2 (148.90) are empirical constants depending on the material. The calibration of GKV model was performed according to the minimization proposed by (Tiouajni, Di Benedetto et al. 2011, Carret, Falchetto et al. 2015), 19 branches of Kelvin Voigt model were used.

Master curve is presented in Figure 6-7 at Tref = 0 °C. As it is noted, the 2S2P1D model and GKV model describe very well the experimental points. The error between the experimental points and 2S2P1D model are presented in Figure 7. The majority of the points are located within an error interval of ± 5% for the norm of complex modulus (|E*|) and ± 2 for phase angle (φ). The maximum error noted is 10.5% for |E*| and 3.3 for '. The maximum error between the GKV model and the 2S2P1D model is 14% for |E*| and 3 for φ.

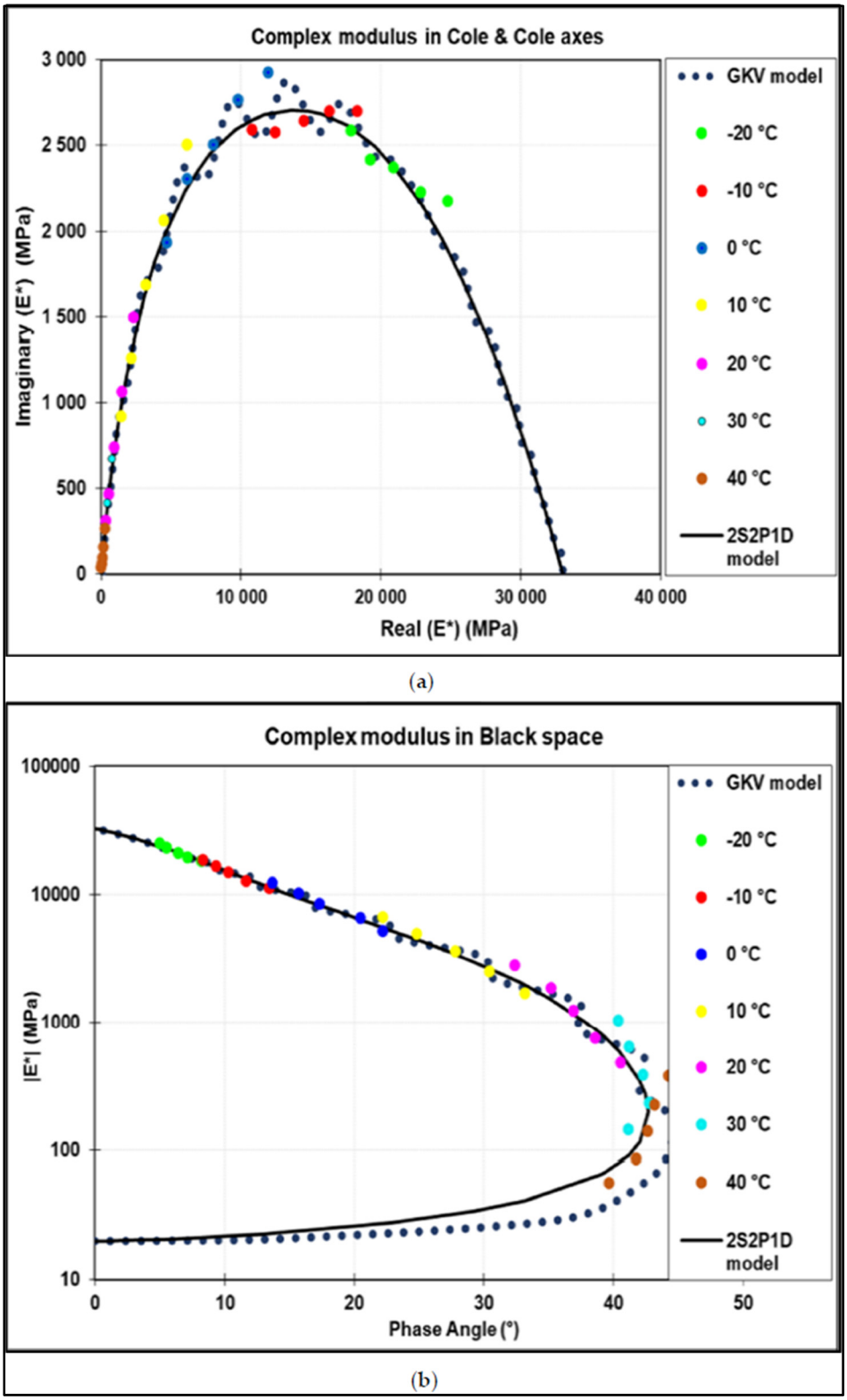


Figure 6-6 Complex modulus results in (a) Cole-Cole representation and (b) black space.

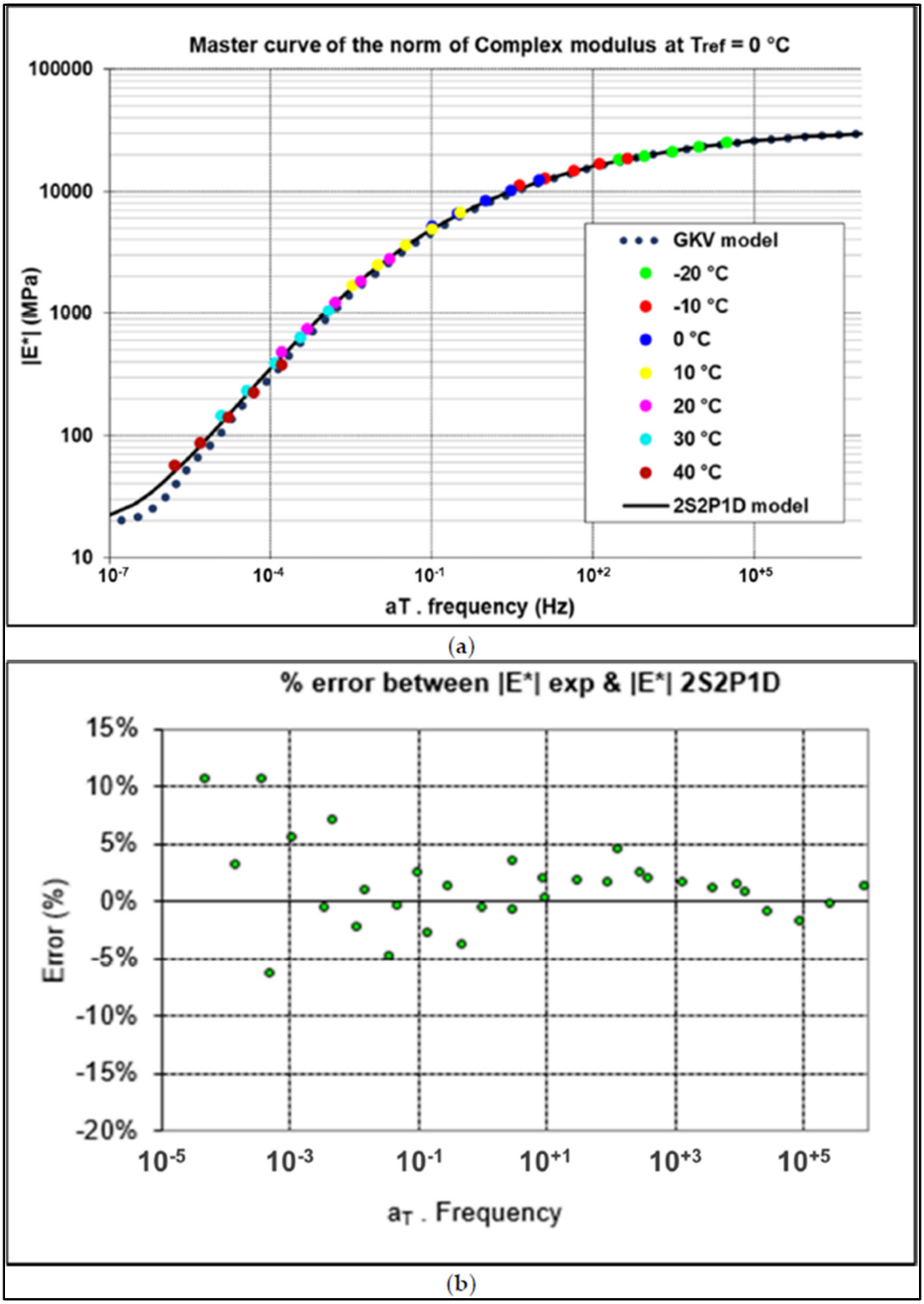


Figure 6-7 (a) master curve of complex modulus and (b) the error between 2S2P1D model and the experimental points.

The calculation of creep compliance is done using two different methods. First, using the GKV model, the creep compliance of this model is given by Equation (6.6). The second method consists of coupling the 2S2P1D results with the approximation proposed by Kopelman. The 2S2P1D model doesn't have a creep function in frequency domain while using Kopelman Equation (6.15) can allow to switch from the frequency domain to the time domain. The explanations of the calculations are given below (Eqs.6.10-6.14):

$$E^* = E_1 + iE_2 \tag{6.10}$$

$$D^* = D_1 - iD_2 \tag{6.11}$$

$$E^*(\omega) \times D^*(\omega) = 1 \tag{6.12}$$

$$D_1 = \frac{E_1}{E_1^2 + E_2^2} \tag{6.13}$$

$$D_2 = \frac{E_2}{E_1^2 + E_2^2} \tag{6.14}$$

$$D(t) = |D(\omega)|_{\omega=1/t} \tag{6.15}$$

where:

E_1: the real part of the complex modulus (storage modulus) (MPa).

E_2: the imaginary part of the complex modulus (loss modulus) (MPa).

D_1: the real part of the complex compliance (1/MPa).

D_2: the imaginary part of complex compliance (1/MPa).

i: the imaginary unit.

Creep compliance from the GKV model and from the 2S2P1D model coupled with Kopelman approximation are presented in Figure 6-8. The two curves are very close. The error is calculated from 10^{-5} s to 10^{+5} s using Equation (6.16).

$$\%\, Error = \frac{D(t)_{2S2P1D+Kopelman} - D(t)_{GKV}}{D(t)_{2S2P1D+Kopelman}} \tag{6.16}$$

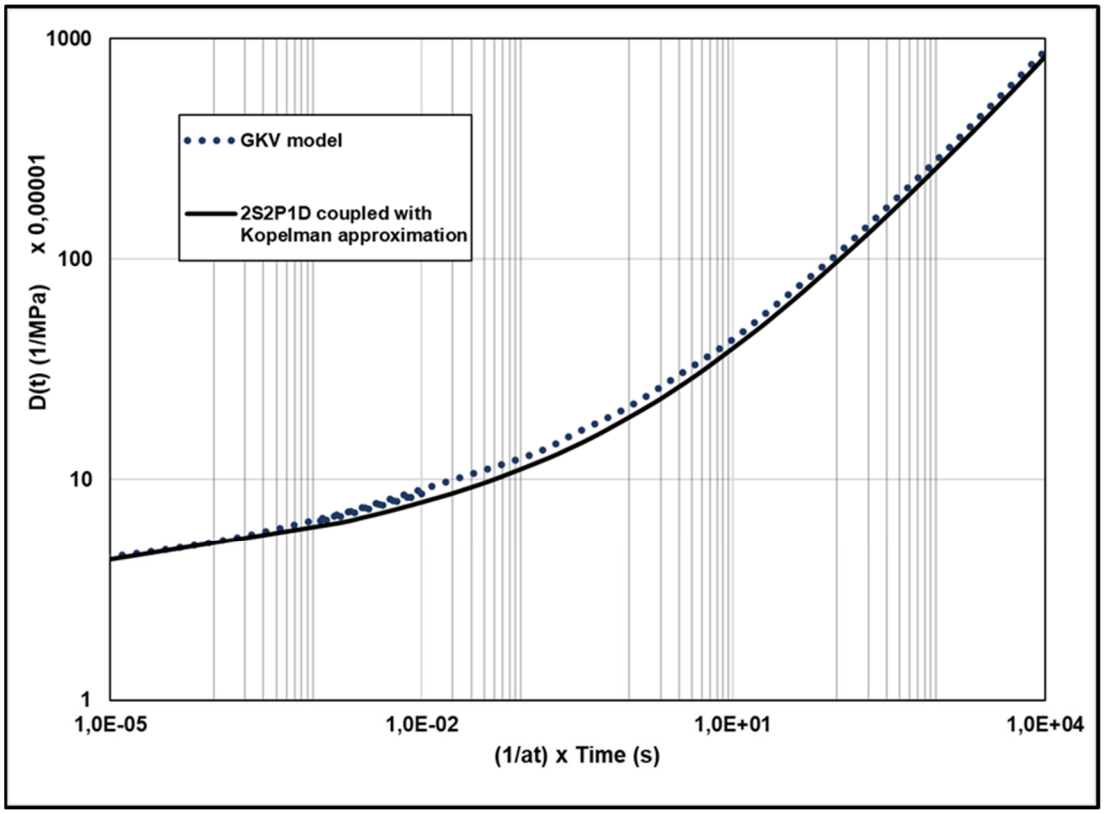


Figure 6-8 Creep compliance predicted with the GKV model and with the 2S2P1D coupled to Kopelman approximation.

The results are presented in Figure 6-9. The error is between -2% to -15%.

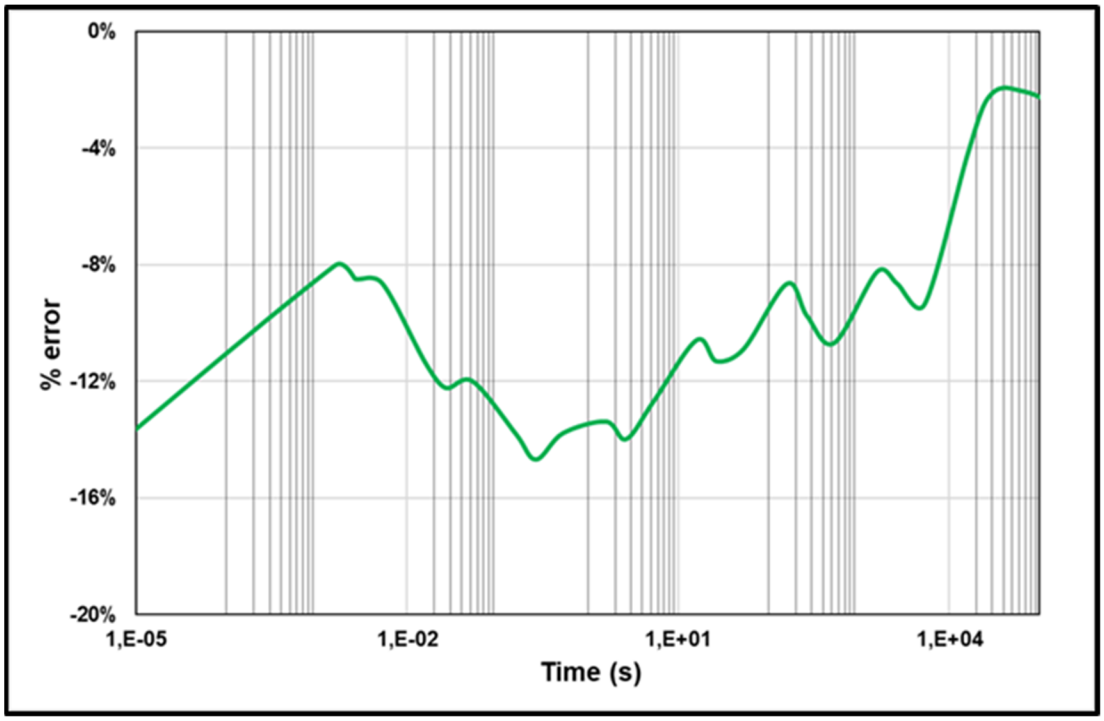


Figure 6-9 The error between D(t)GKV model and D(t) from 2S2P1D coupled to Kopelman approximation

6.4.2 Direct Tensile and Direct Compression Creep Tests Results

Creep tests were performed using three configurations namely direct tensile test, direct compression test and indirect tensile test. As shown in Figure 6-10, for direct tensile tests and direct compression tests, a static stress was applied to the cylindrical samples. This configuration allows to have a homogeneous stress distribution, so the creep compliance can be calculated directly using the equation 6.17.

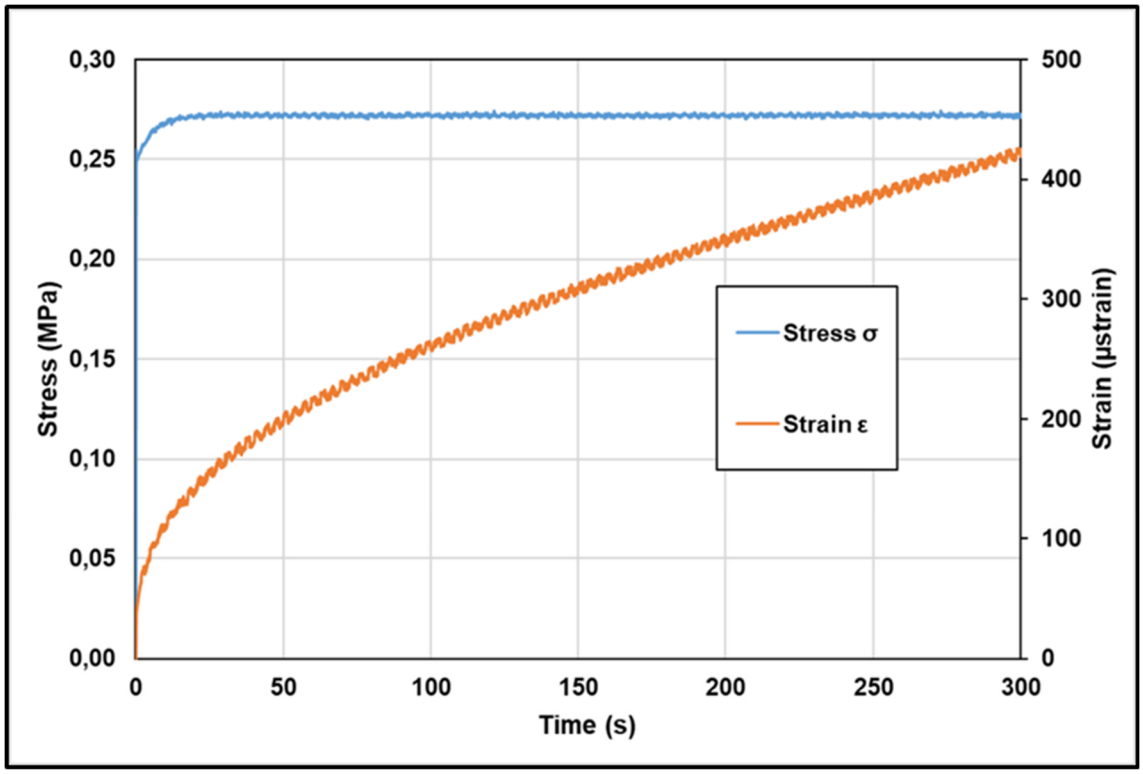


Figure 6-10 Creep loading for direct tensile and direct compression tests

The load was applied in 0.1 s. The amplitude of force and stress applied are presented in table (6-1). For the first 10 s to 15 s, the applied load was not stable. Creep compliance was calculated (equation 6.17) when the load is stabilized at ± 2% of the target value at t equal to 0.1 s, 1 s, 3 s, 10 s, 30 s, 100 s and 300 s.

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_{max}} \tag{6.17}$$

Table 6-1 Forces and stresses amplitude applied for direct tensile and direct compression tests.

Temperature (°C)	Force max (N)	Stress max (MPA)
-20	1800	0.41
-10	1500	0.34
0	1200	0.27
10	500	0.11

The results of creep compliance are presented in Figure 6-11 at different test temperatures (isotherms at -20 °C, -10 °C, 0 °C and 10 °C). According to the results, we notice that the creep compliances from direct tensile and from direct compression are the same. The majority of points are superposed on the equality line with an error interval between ± 3% and a maximum error of 18% at high creep compliance value.

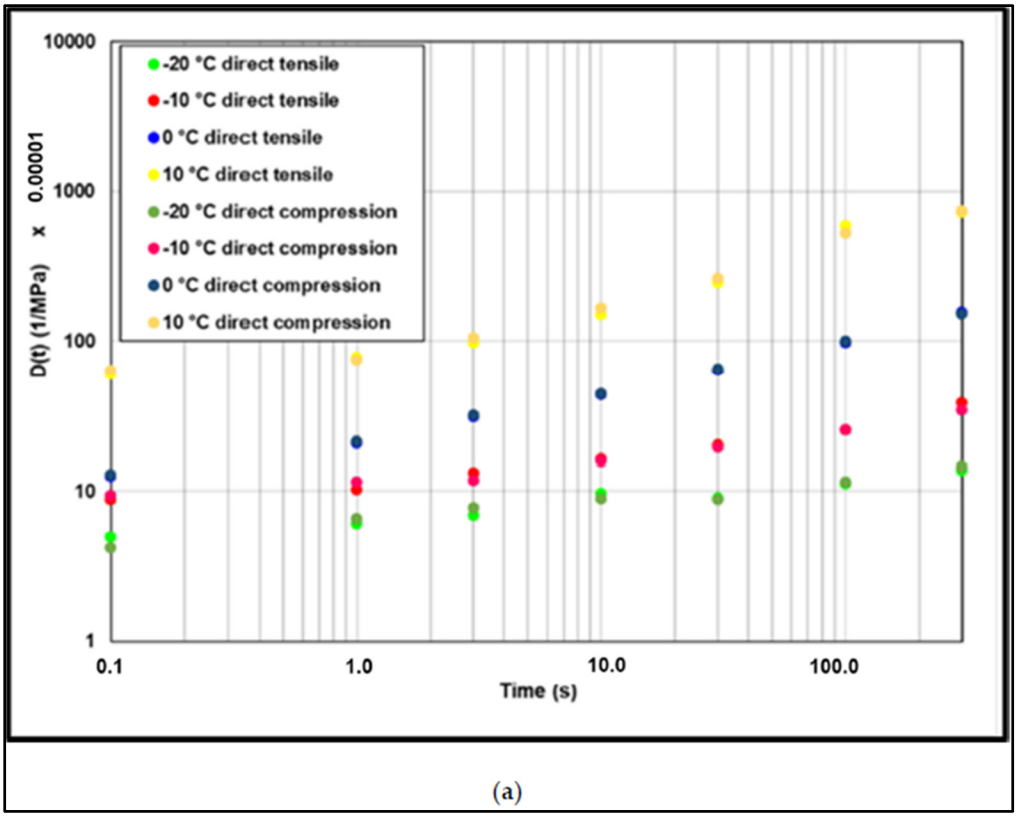


Figure 6-11 Results of direct tensile and direct compression creep tests and (b) error analysis

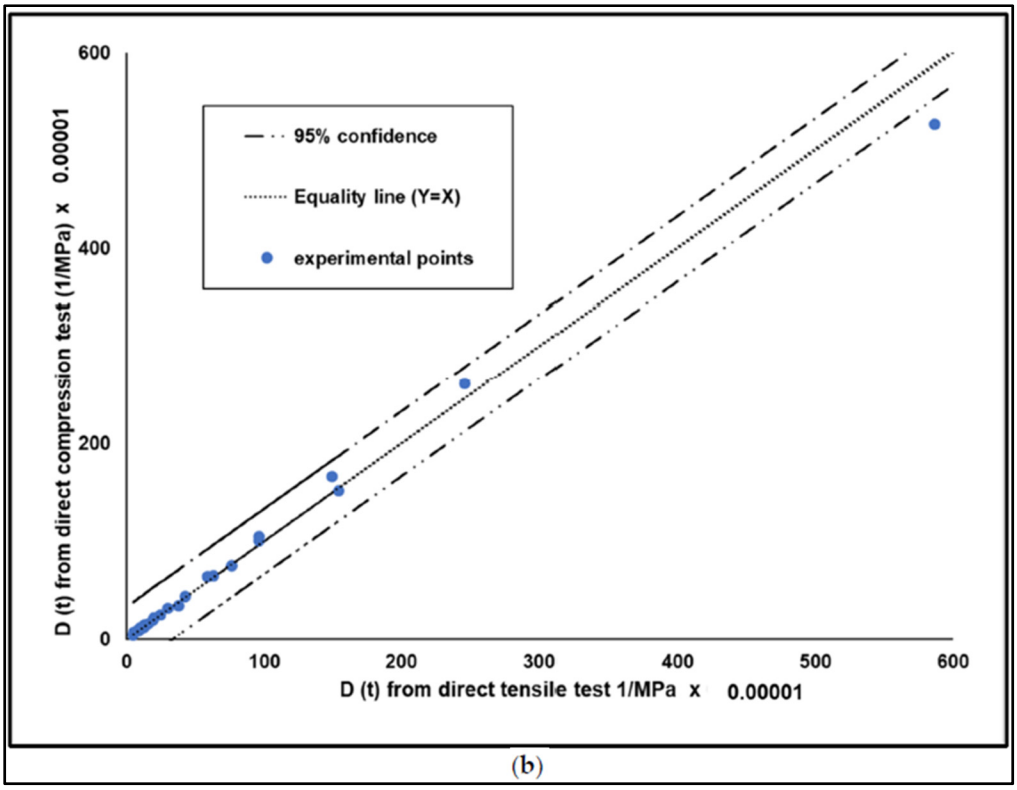


Figure 6-11 (Suite)

This results are contradictory with the results presented by NCHRP (Christensen and Bonaquist 2004). The explanation could be that the results presented by NCHRP were out of the VEL domain. As mentioned before, to verify that our results are inside the linear viscoelastic domain, partial complex modulus tests were performed before and after direct traction and compression tests. Exceeding the viscoelastic limit is characterized by a loss of |E*|. Table 6-2 presents the percentage of loss of |E*| at test temperatures and frequencies. These percentages were calculated using Equation (6.18). The non-significant losses observed confirm that viscoelastic limit viscoelastic limit was not exceeded.

$$\%\ of\ loss = \frac{\left|E^*_{before\ direct\ creep\ tests}\right| - \left|E^*_{after\ direct\ creep\ tests}\right|}{\left|E^*_{before\ direct\ creep\ test}\right|} \qquad (6.18)$$

Table 6-2 Calculation of loss in |E*|

	modulus loss			
	-20 °C	**-10 °C**	**0 °C**	**10 °C**
10 Hz	0.32%	0.02%	-0.13%	1.50%
3 Hz	0.19%	0.51%	0.51%	2.41%
1 Hz	0.39%	0.53%	0.17%	2.11%
0.3 Hz	0.05%	0.00%	-1.37%	2.17%

The application of the time temperature superposition principle (TTSP) allows having a unique curve. The WLF equation is widely used to determine the shift factor (a_T) for bituminous materials. However, this shift factor is used in the frequency domain. In order to apply the TTSP to creep compliance results, two methods are used to determine the shift factor in time domain. First a graphical method is used (experimental: EXP) and second the inverse of at WLF calculated from complex modulus test were used. The results are presented in Figure 6-12. It can be noted that the graphical exp shift factor can be approximated by the inverse of WLF equation.

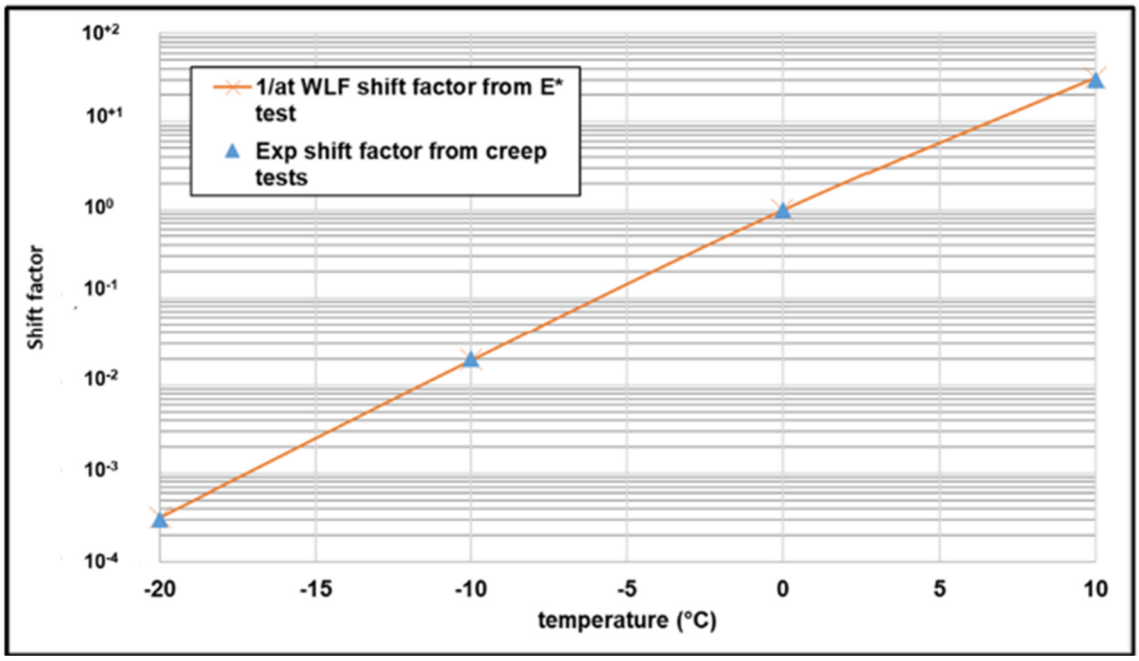


Figure 6-12 . EXP shift factor vs the inverse of Williams–Landel–Ferry (WLF) equation

The master curve built with the experimental points is presented at 0 °C (Figure 6-13) comparatively with the creep compliance predicted with GKV model and 2S2P1D model coupled to Kopelman approximation. Both of models seem to describe very well the experimental points. These results confirm that it is possible to predict creep compliance (static load test) results directly from complex modulus (cyclic load test) results.

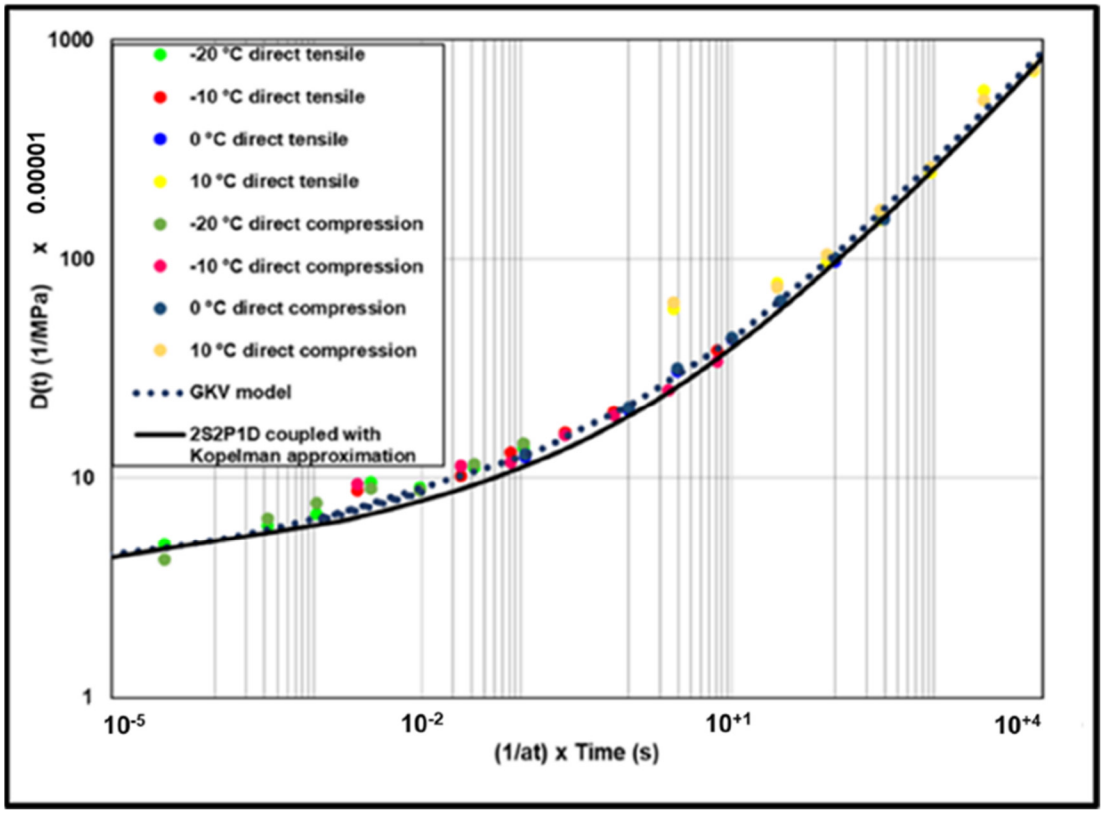


Figure 6-13 Master curve of creep compliance at 0 C.

6.4.3 Indirect Tensile Creep Test Results

IDT creep tests were carried out by applying a static load on a diametral axis on cylindrical specimens. The deformations were measured on both sides of the specimens. The applied loads as well as the deformations on both faces are presented in Figure 6-14.

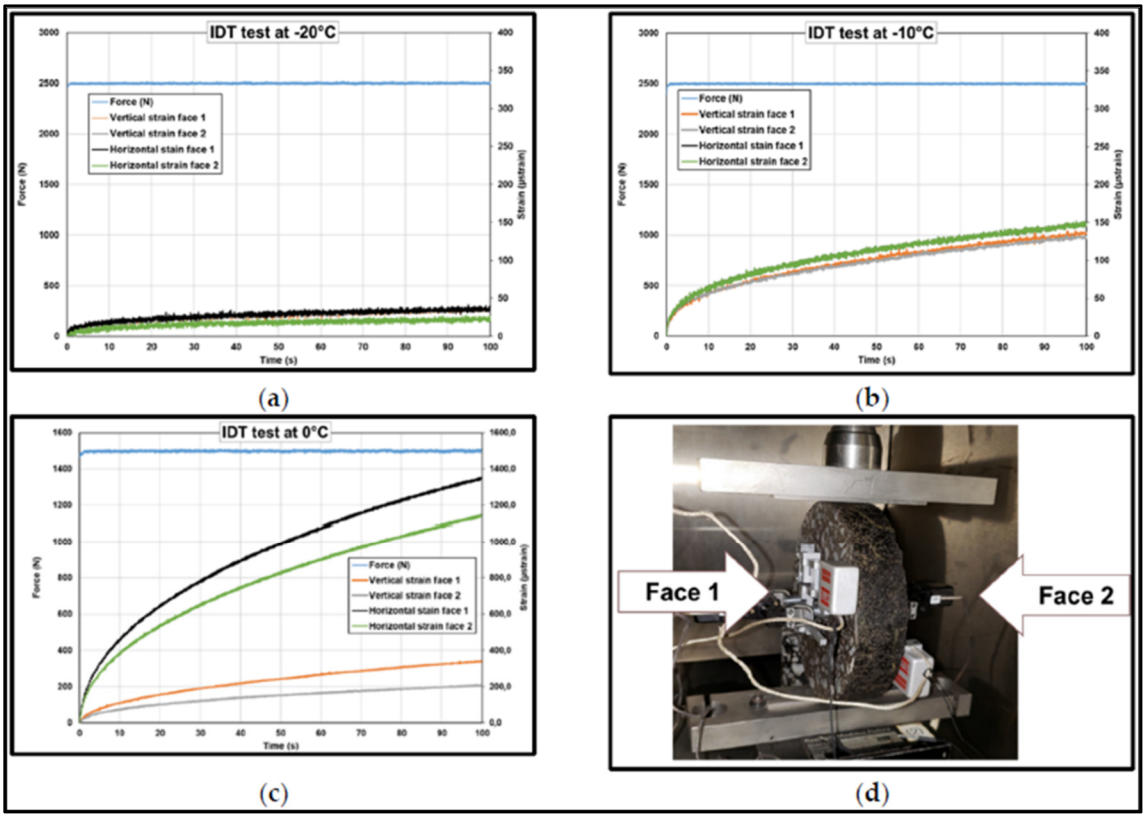


Figure 6-14 Creep loading for indirect tensile test at (a) -20° C, (b) -10° C, (c) 0° C and (d) IDT configuration

The difference in strain measured on both sides increased by increasing test temperature. At -20 °C the variation of horizontal strain between face 1 and face 2 was 2% ± 5% and for vertical strain the difference was 30% ± 10%. At -10 °C the gap for horizontal strain was 4% ± 3% and vertical strain it was 5% ± 1%. Finally, for 0 °C the difference was very significant for horizontal strain 37% ± 3% and 16% ± 1% for vertical strain. Additionally, it can be noted that the maximal vertical strain at 0 °C was greater than the limit of viscoelastic domain found in the literature. However, because of the shape of the specimen, it was not possible to test the complex modulus before and after the static load. The gap between strains measured on both faces can be an indicator that the viscoelastic limit was exceeded; for that reason, the test was stopped after 100 s and not carried out at 10 °C.

The ratio between the mean horizontal strain (X) and the mean vertical strain (Y) was measured, the results are presented in Figure 6-15. The points follow a polynomial law of order two in the range of temperature tested.

IDT creep results were calculated using the equation proposed by AASHTO. The results (isotherms) are presented in Figure 6-16. The values appear lower than direct tensile (DT) and direct compression (DC) tests except for the test points at 0 °C, which may confirm that the linear viscoelastic limit was exceeded. At -20 °C, creep compliance from IDT test was lower than direct tensile and direct compression creeps with factor ranging between 15.0 to 1.05. At -10 °C there is a factor of 3.0 to 1.05 with two points at 0.85. At 0 °C, the factor ranges from 0.75 to 0.35.

The master curves of IDT creep compliance test are presented at 0 °C in Figure 6-17 where the creep compliance from GKV model and the creep compliance from the 2S2P1D model coupled to Kopelman approximation and from direct tensile and compression creep test are compared. To build the master curve for IDT, test shift factors were determined graphically and seem to be ten times bigger the inverse of WLF law using the same C1 and C2 from complex modulus test. It is difficult to know the reason of that, C1 and C2 are empirical constants depending on the material. However, this may be related to the correction factor proposed by the AASHTO. The results show that creep compliance determined from IDT (corrected) test appears lower than the creep predicted from GKV model and 2S2P1D model coupled to Kopelman approximation except for the points determined at 0 °C. This could be explained by the fact that the viscoelastic domain was exceeded and therefore the creep was much more pronounced in this case. Additionally, Figure 6-17 shows the non-corrected IDT creep compliance (without applying C_{cmpl}). In this case, to build the master curve, the shift factors were determined using the inverse of WLF law.

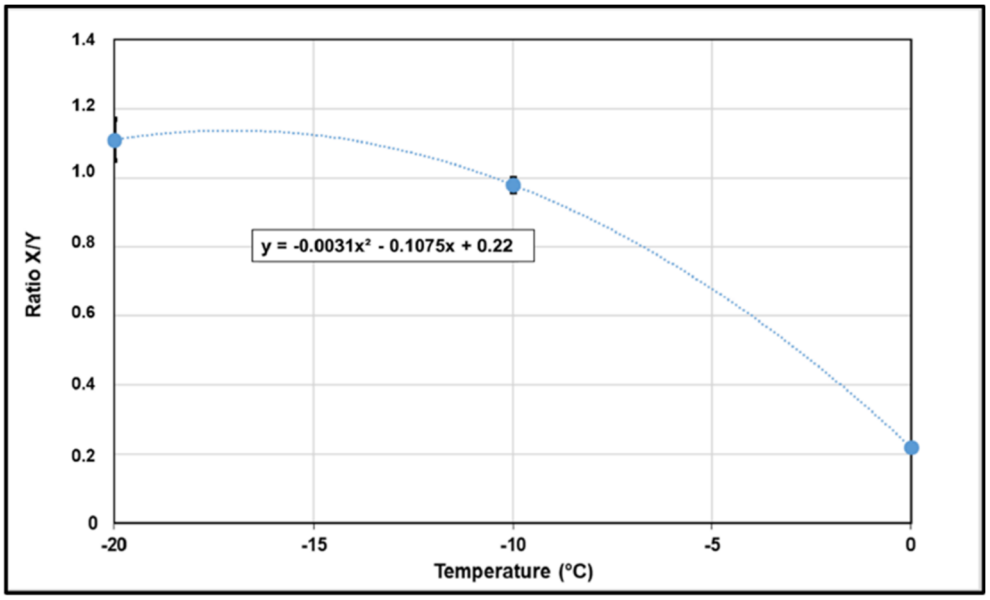


Figure 6-15 X/Y vs tests temperature

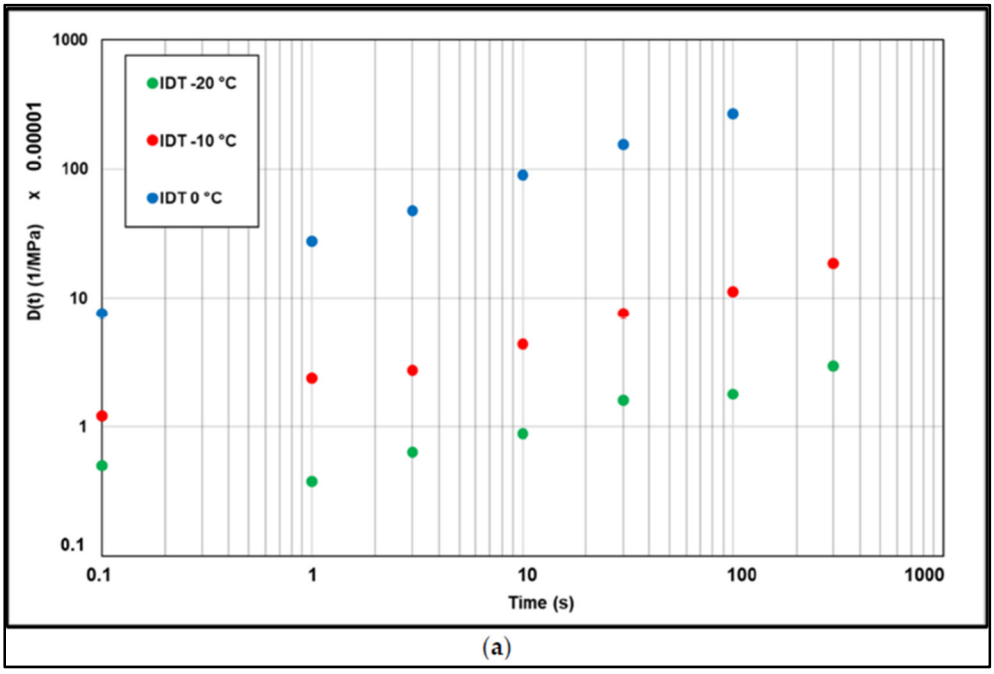


Figure 6-16 (a) Isotherms of IDT creep compliance.
(b) IDT creep compliance vs direct creep compliance.

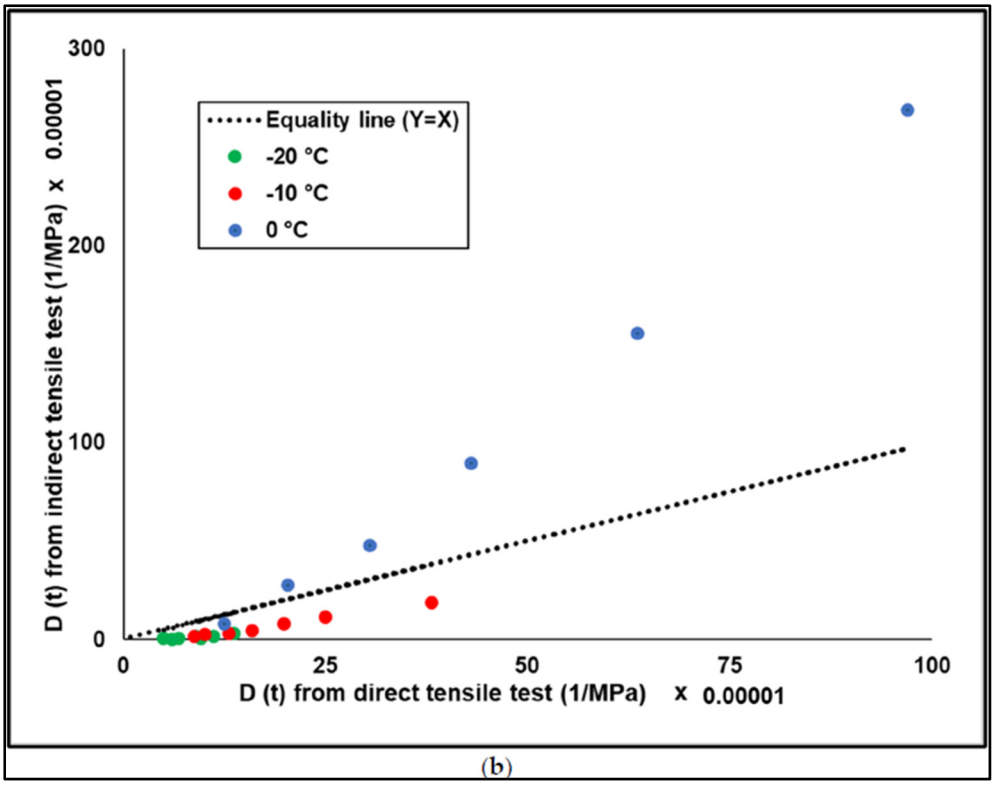


Figure 6-16 (Suite)

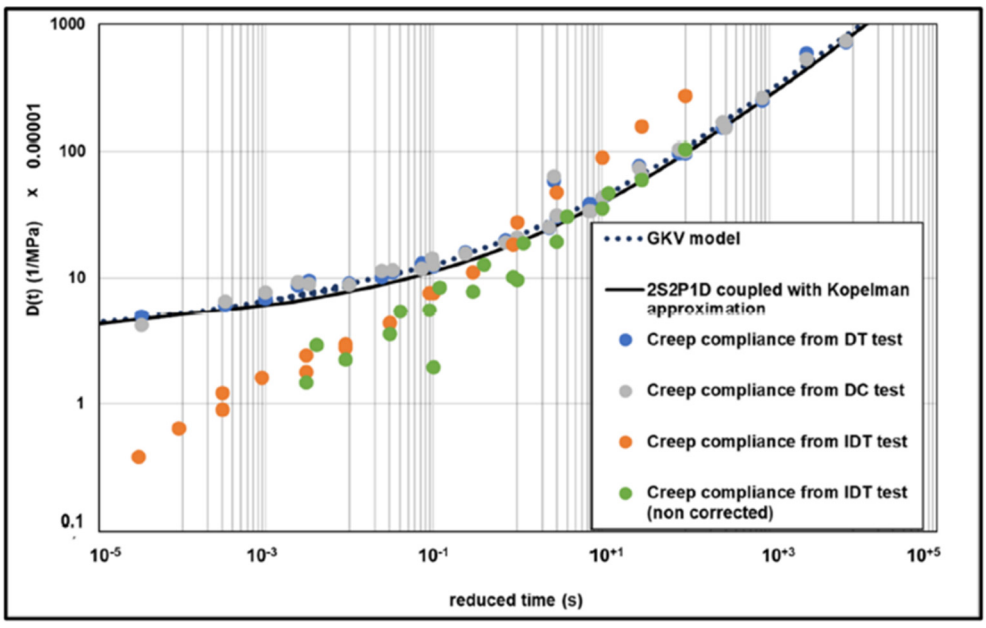


Figure 6-17 Master curve of creep compliance at 0°C

6.5 Conclusion

The objective of the work presented here was to predict creep compliance D(t) results from complex modulus E*(ω) results. Several methods are proposed in the literature allowing to go from the frequency domain to the time domain and vice-versa such as the inverse of the transform of Carson-Laplace and by more or less complex numerical methods. Rheological models, if properly calibrated, seem to be a very good and simple method to go from E* (cyclic test) to D(t) (static test). To achieve this objective, the proposed working method consists of two main parts: an experimental part and a modelling part. For the experimental part, two types of test were performed namely: cyclic test–E*(ω) and creep static test–D(t). Complex modulus tests were done using direct tensile and compression tests. For creep test, a comparison was done between indirect tensile configuration (proposed by AASHTO) and direct tensile and direct compression tests.

The results show that D(t) from direct tensile and direct compression tests are the same in the viscoelastic behavior domain and are greater than D(t) from indirect tensile test. This can be explained by the direction of the measured creep modulus. D(t) perpendicular to the direction of compaction are higher compared to the parallel one. Compared to the field, the cracks observed by lowering of temperature are in an axis perpendicular to the direction of compaction of the roads. Moreover, the compaction method proposed by AASHTO (with the gyratory compactor) is not very representative compared to compaction on site. For direct tensile and direct compression tests, the samples were compacted using MLPC wheel compactor. Additionally, it is complicated to compare creep test in IDT configuration to direct compression or tensile tests. For IDT, the results show significant difference between the strain measured in both faces. Further, it's very difficult to know if the load applied remains inside the viscoelastic behavior domain for IDT configuration. The proposed method for converting E*(ω) to D(t) consists in using existing rheological models. 2S2P1D is very commonly used for modelling of asphalt materials but this model does not have a creep function in time domain. To change from the frequency domain to the time domain, we propose to couple the results from 2S2P1D to the approximation proposed by Kopelman. The generalized Kelvin–

Voigt model can predict the creep compliance in time domain, but it is more difficult to calibrate. A minimization method is proposed in literature to calibrate GKV model from 2S2P1D model and therefore having D(t) results directly from E* results. The two methods were compared, and the results show a very good concordance between them.

Author Contributions: Conceptualization, methodology and validation, A.D. (Abdeldjalil Daoudi), D.P., A.D. (Anne Dony) and A.C.; writing—original draft preparation, A.D. (Abdeldjalil Daoudi); writing—review and editing, D.P., A.D. (Anne Dony) and A.C. All authors have read and agree to the published version of the manuscript.

Funding: This research was partially funded by Transport Quebec.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

© 2020 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

CHAPITRE 7

ASSESSMENT OF NEW CRITERIA FOR COMPACTIBILITY EVALUATION OF WARM MIXES ASPHALT

Abdeldjalil Daoudi[1], Anne Dony[2], Alan Carter[1], Layella Ziyani[2], Daniel Perraton[1]

1 École de technologie supérieure, Montréal / ÉTS, Montréal, Canada
2 École Spéciale Travaux Publics, Paris / ESTP, Paris, France.
abdeldjalil.daoudi.1@etsmtl.net.

Submitted for publication in Advances in Civil Engineering Materials (10-11-2020)

7.1 Abstract

The guarantee of good properties of the final asphalt mix at service life is conditioned by the control of the properties at laying operations. For a given formula, the mechanical behaviour of the asphalt mix relies strongly on obtaining the required density. A reduction of the mixing and compaction temperature does decrease the workability and the compactibility of Hot Mix Asphalt (HMA). Several techniques are used with Warm Mix Asphalt (WMA) technology, such as the use of additives or bitumen foam, to avoid or reduce this laying issue. Workability and compactibility are two interlinked but different properties. The workability, important for the worker, is the ability of the loose asphalt mix to be handworked and putted in place easily while the compactibility, important for the final performance, represents the ease of mechanized compaction. This paper aims to determine the relevance of several analysis methods used to assess the compactibility of two WMA (EVOTHERM® WM30 additive developed by Ingevity and foam process), in comparison with a conventional HMA, at three compaction temperatures. The results showed that the European standardized exploitation of shear gyratory compactor's data is not relevant to evaluate the effect of the decreasing test temperature on the compactibility. The calculation of compactibility indices (CEI) is interesting, but is rather complex. The calculation of performance and gyration ratios are the simplest and most relevant approach. The use of the double-acting static compaction proposed by the Duriez method seems to be a good way to evaluate compactibility, but it is still not

sensitive enough to test temperature. In our study, the use of liquid additive is the most promising towards the compactibility of WMA.

Keywords: Compactibility, Warm Mix Asphalt (WMA), Compaction Energy, Gyratory Shear Compaction.

Highlights

- The gyratory compactor test can assess the effect of lowering of temperature on the compactibility with a convenient analysis of results.
- The standardized European specification allows only partial interpretation and is insensitive to changes in test temperature.
- The CEI method is relevant but is time-consuming for the calculations.
- The ratio approach has the advantage of being simple, fast and relevant.
- The double acting static compaction test is insensitive to the variation of test temperature in the range of studied loads.

7.2 Introduction

According to the French guide on lowering temperature of asphalt mixes (IDRRIM, Cerema, 2016), warm mix asphalts (WMA) are manufactured at a temperature 30 °C lower than the average production temperature of classic hot mix asphalts (HMA). Comparatively to the classic HMA, WMAs allow to reduce manufacturing energy and have a reduced environmental and sanitary impact. These mixes must guarantee technical performances at least equivalent or even better than HMA in terms of both laying and finished product properties. To overcome to this issue, the French institute of roads, streets and mobility Infrastructures (IDRRIM) suggests several techniques such as additivation and foaming.

Two properties could be considered during laying operations: the workability and the compactibility. They can be correlated, but are different. The workability is the ability of the

asphalt mix to be put in place by hand easily. Depending on the job site and the degree of the manual effort required, this characteristic can be more or less significant when spreading down the mix. In urban construction sites, this workability is crucial because the workers must often use a shovel or a rake (consideration of health hazards). On the other hand, the compactibility of an asphalt mix is the ease with which the mix can be compacted, mechanically, to reach a reference density with a given compaction effort (compaction energy). The degree of compaction is directly related to the mix performance.

The evaluation of workability and compactibility starts on loose asphalt mixes at compaction temperature, which depends on the type of bitumen used, but their determination is different. The workability can be assessed by several methods, such as the measurement of a torque or the measurement of a shear force. Some studies were carried out in the United States, especially in the context of WMA for example (Bonaquist 2011).

A test standard with a specific workability device is proposed in Europe (NF EN 12697-53). The test method consists of measuring the maximum pushing force necessary to shear a sample of asphalt mix confined in a mold. Fabre des Essarts (Fabre des Essarts, Dony et al. 2016) studied the behavior of HMA and WMA at compaction temperatures and compared several approaches and criteria with this device. Finally, the author proposed an operating procedure with controlled density to characterize and evaluate the workability of asphalt mix (Fabre des Essarts, Dony et al. 2016). The objective of a compactibility test is to determine the ability of the mix to reach a target void content at the end of the mechanical compaction operations according the type of asphalt mix (Fabre des Essarts, Dony et al. 2013, Fabre des Essarts 2016). Compactibility assessment serves as a focal point for several asphalt mix design methods. The shear gyratory compactor (SGC) test is conventionally used for this purpose. It consists of putting a determined mass of loose asphalt mix in an inclined mold (about 1°), then the compaction is carried out by both a rotational shear force and an axial resultant force applied by a mechanical head. The horizontal applied stress is about 0.6 MPa for a 150 mm diameter mold.

The classic analysis of SGC test results consists only of measuring the height of the specimen, which is directly related to the air void content with respect to a number of gyrations (EN 12697-10, 2017). For example, the void content of an asphalt concrete AC 0/10 (BBSG) is specified to be between 5 to 10% at 60 gyrations. The Canadian and American SGC specifications (LC 26-003, LC26-004, AASHTO T312) are divided into three levels of requirement: N initial, N design and N max. For each level, there is an air void specification associated with a number of gyrations (N). N initial is the number of gyrations used as a measurement of mixture compactibility during construction. It represents the compaction just outside the paver before compaction, and the requirement normally calls for air voids equal or greater than 11% at a N_{ini} of 10 gyrations. N design corresponds to the number of gyrations that gives the level of compaction expected at the end of the compaction operations on site. N max represents the number of gyrations that gives the level of compaction expected at the end of the service life.

The classic analysis of SGC's data enables to validate a granular skeleton and a binder content. However, according to several studies (Bahia, Hanson et al. 2000, Dony, Nunes et al. 2010), this analysis is not very sensitive to temperature variations between 160 to 110 °C and to changes in bitumen grade: no significant variation is observed between SGC results of HMA and WMA with and without additive or between SGC results of a same HMA with 10/20 and 35/50 bitumen. According to (Huner and Brown 2001), the SGC test is insensitive to the changes in test temperature because of the high load applied by the press.

Several approaches were developed to evaluate the compactibility from SGC data. First, the calculation of the CEI (Compaction Energy Index) (Bahia, Friemel et al. 1998) shows the area below the compaction curve from eight gyrations until reaching 92 % of maximum density. It simulates the work performed during the compaction period on site. According to (Bahia, Friemel et al. 1998), the first eight gyrations simulate the force applied by a typical paver during the asphalt laying action (so-called pre-compaction). Other studies (Mo, Li et al. 2012, Daoudi, Dony et al. 2018) showed that variations of the compaction temperature have an important influence on the CEI; a lower CEI means a better ability for the mix to be compacted.

(Omranian, Hamzah et al. 2018) used the CEI calculation to assess the compactibility of asphalt mixes containing reclaimed asphalt pavement (RAP) and/or Evotherm® or R-H WMA warm mix additive. The result showed that CEI indexes are higher when incorporating RAP in mixes. The authors concluded that the addition of RAP reduces the workability of mixes. However, the study was carried out using the SGC and dealt with the characteristic of compactibility. It illustrated the possible confusion between the workability and the compactibility, as noted in several studies (Omranian, Hamzah et al. 2018, Yu, Leng et al. 2018). Other indexes were proposed from SGC data, such as TFI (traffic force index) based on the same reasoning (calculation of areas below the compaction curve) (Faheem and Bahia 2004).

In the National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) project 691 (Bonaquist 2011), the author compared the number of gyrations required to reach a fixed relative density of mixes manufactured at different temperatures. Then, the gyration ratio was calculated using equation 7.1. According to this study, for asphalt mixes with a similar compactibility, the gyration ratio must be less or equal than 1.25.

More recently, another parameter named performance ratio was proposed by (Smith and James 2016) to compare specifically the effect of temperature on compactibility. It is calculated using equation 7.2 and consists of comparing the numbers of gyrations to reach a fixed relative density between a warm mix and a similar hot mix tested at the same temperature.

$$\text{Gyration ratio} = \frac{\text{Ng}_{\text{T°ref}-30}}{\text{Ng}_{\text{T°ref}}} \tag{7.1}$$

$$\text{Performance ratio} = \left(\frac{\text{Ng}_{\text{HMA}}}{\text{Ng}_{\text{WMA}}}\right)_{\text{T°ref}} \tag{7.2}$$

The double-acting static compaction method is used to prepare test specimens for the Duriez load testing (EN 12697-12, 2008). It consists of applying a static load of 60 kN during 5 min

with a loading speed of 1 mm / min. Then, the relative density is determined geometrically or by hydrostatic weighing. No publication was identified in the literature using the Duriez method for the study of WMA and HMA's compactibility.

The compaction in the laboratory can also be performed with a roller compactor (EN 12697-33, 2007). In this method, a wheel (pneumatic tyre or metal wheel) rolls over an asphalt mix slab at constant speed along a parallel axis to the longitudinal direction. The compaction is achieved either under controlled compaction energy (number of passes), or until a specified target void content is achieved. According to the level of compaction energy (high or low), a slab is obtained with a given void content verified by hydrostatic weighing (EN 12697-6, 2012) or by gamma rays (EN 12697-7, 2003).

In field conditions, the compaction train (compactor's type, number of passes) is determined to obtain the target air void content. Decreasing air void content leads to an increase in stiffness of the material and makes it less susceptible to temperature (Di Benedetto and Corté 2004).
The French guide for compaction of hot mix asphalts (Gallenne, Goyon et al. 2003) fixes, according to the bitumen grade, recommendations regarding the temperatures of mixing, spreading and end of compaction. For example, for a 35/50 penetration grade bitumen, the temperature of mixing is about 150 to 170 °C, the minimal temperature of spreading is 130 °C and the minimal temperature at the end of compaction is 110 °C. This latter is generally equal to the maximum value of the Ring and Ball softening point (R&B) range of the pure bitumen considered increased by 50 °C.

According to the French guide, the difference between manufacturing temperature and the minimum compaction temperature is about 40 to 60 °C. This temperature gap covers the cooling due to possible storage, transport, spreading and compaction and is the same, whatever the bitumen grade. However, there are no mentions if this is applicable to WMA.

Considering the literature, there is a gap in the knowledge related to the compactibility measurement of asphalt mixes, and this is mostly true for warm mix asphalt. Because of this,

the goal of this study is to evaluate relevance of the different compactibility criteria proposed in literature for warm mix asphalt.

7.3 Materials and methods

The study was carried out on a classic 0-10 mm French surface asphalt mix called BBSG 0/10 (*béton bitumineux semi grenu*). The gradation is given in Table 7-1 . A non-modified 35/50 penetration grade bitumen was used for manufacturing asphalt mixes. The heating temperature for aggregates was 165 ± 5 °C for hot mixes and 145 ± 5 °C for warm mixes. The bitumen was heated at 165 ± 5 °C for all mixes (HMA and WMA).

The first WMA, noted WMA WM30 throughout this paper, was prepared by adding 0.4 % (according to the bitumen weight) of the liquid chemical additive EVOTHERM® WM30 developed by Ingevity. For the second WMA, called foam WMA here, no chemical additives were added to the bitumen. In this case, only 2.5 % (according to the bitumen weight) of water was introduced simultaneously with the bitumen during the manufacture of the asphalt mix. The third mix in this study is the reference HMA which was manufactured without additive or water. The gradation and the amount of bitumen in the three mixes were identical.

Table 7-1 BBSG 0/10 gradation

	Content (%)
6/10	41.76
2/6	21.02
0/2	31.44
Filler	0.47
Bitumen	5.30

Compactibility tests were performed with the SGC press (PCG3, Nextroad) and with the double acting static compaction (Duriez method) using an electromechanical MTS press. The SGC tests were carried on the three types of mixes (HMA, WMA WM30 and foam WMA).

According to the French guide for compaction of hot mix asphalts (Gallenne, Goyon et al. 2003) three test temperatures were chosen: 140 °C (optimum laying temperature for HMA with 35/50 bitumen), 110 °C (minimum compaction temperature for HMA with 35/50 bitumen) and 80 °C (minimum compaction temperature extrapolated for WMA by fixing the same Δ temperature of 30 °C used for HMA). After mixing and filling of pre-heated SGC molds, the samples were stored at room temperature to cool and reach the target test temperature to start the tests. For the HMA manufactured at 165 °C, the three compaction temperatures tested were 140 °C, 110 °C and 80 °C. For the WMA, the mixing temperature was set at 145°C, and two compaction temperature were tested, 110 °C and 80 °C. Three repetitions for each mix at each temperatures were performed.

The results were analysed by three methods: i) The European classical method, ii) the calculation of the CEI $_{92\%}$ using Bahia's approach, and iii) the calculation of the gyration and performance ratios at 110 and 80 °C according to the equations 7.3 to 7.6 based on equations 7.1 and 7.2 . Also, it is proposed to adapt the CEI index to the European specification. For a BBSG 0/10, the void content is specified between 5 and 10 % at 60 gyrations. Therefore, we defined CEI $_{90\%}$ and CEI $_{95\%}$ as the areas below the compaction curve from eight gyrations until reaching respectively 90 % and 95 % of the maximum specific gravity. CEI 60 gyrations represents the area below the compaction curve from eight until 60 gyrations.

$$Gyration\ ratio_{110°C} = \frac{Ng_{110°C}}{Ng_{HMA_{140°C}}} \tag{7.3}$$

$$Gyration\ ratio_{80°C} = \frac{Ng_{80°C}}{Ng_{HMA_{110°C}}} \tag{7.4}$$

$$Performance\ ratio_{110°C} = \left(\frac{Ng_{HMA}}{Ng_{WMA}}\right)_{T°=110°C} \tag{7.5}$$

$$Performance\ ratio_{80°C} = \left(\frac{Ng_{HMA}}{Ng_{WMA}}\right)_{T°=80°C} \quad (7.6)$$

For the double-acting compaction, the tests were achieved only on the HMA at two test temperatures, 140 and 110 °C, and using three load levels:

- 60 kN, 300 seconds
- 10 kN, 300 seconds
- 10 kN, 100 seconds

Moreover, two sets of molds were used; one with a diameter of 80 mm (conventionally used for 0/10 mixes) and the other one with a diameter of 120 mm. The three load levels were used with the 80 mm molds, and only the 300 seconds loads (10 and 60 kN) were used with the 120 mm molds. Passing from a diameter of 80 mm to a diameter of 120 mm allowed to reduce the stress applied by a factor of 2.25. It is important to note that it was not possible to reduce the applied force lower than 10 kN because of the precision of the MTS press. In this part of the study, as for the SGC part, the double-acting compaction tests were performed in triplicate to assure their repeatability.

Figure 7-1 summarizes the work methodology

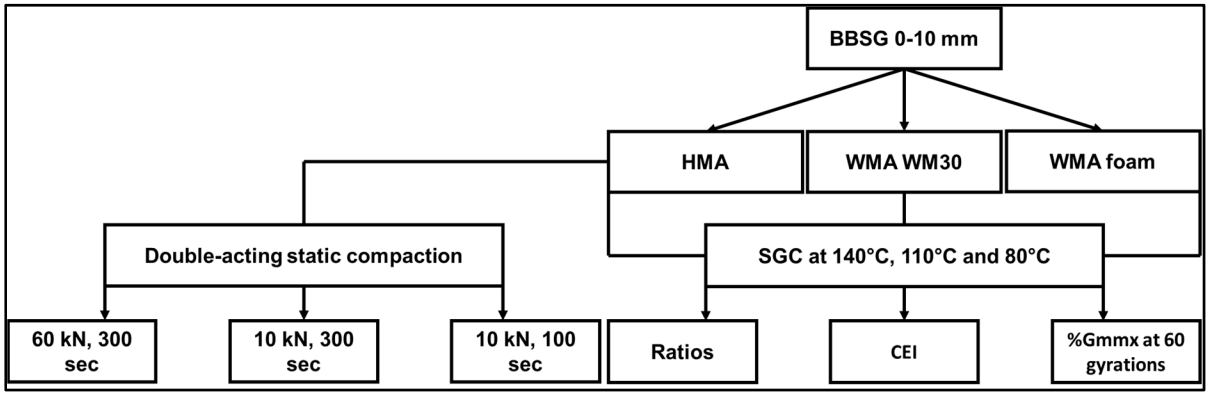


Figure 7-1 Experimental plan of the study

7.4 Results and discussion

In this section, the SGC test results and analysis are presented first before the results and analysis of the compaction applied with the Duriez method (double-acting static compaction). The SGC test results are presented in Figure 7-2 and each curve represents the average of three tests. The calculations result of CEI, gyration and performance ratios are presented in Tables 7-2 and 7-3.

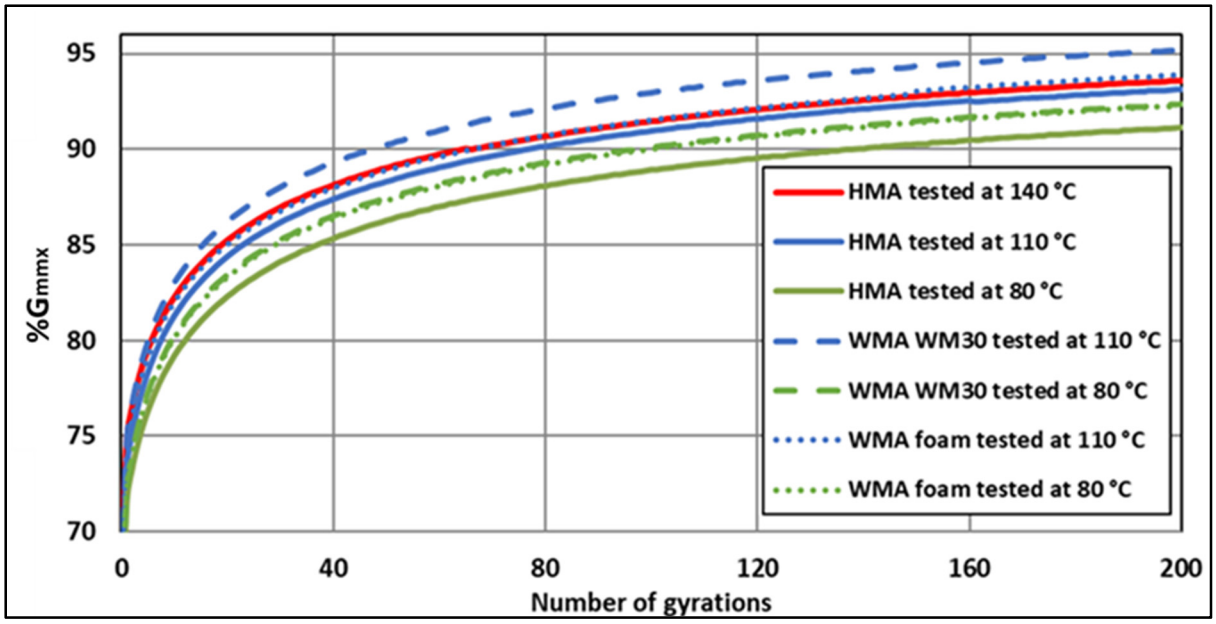


Figure 7-2 SGC tests results

As it can be noted on Figure 7-2 and Table 7-2, using the classical European approach (i.e. comparing relative density expressed as a percentage of the theoretical maximum specific gravity (% G_{mmx}) at 60 gyrations), the results varied between 87 and 91%. The WMA WM30 tested at 110 °C presents the highest % G_{mmx} (G_{mmx} = 91.0 % ± 0.3) and the HMA tested at 80 °C the lowest one (G_{mmx}= 87 ± 0.3 %). The WMA foam tested at 110 °C and the HMA tested at 140 °C have the same relative density. Moreover, the difference between %G_{mmx} of HMA tested at 140 °C and HMA tested at 110 °C is not very significant (about 0.7 %) according to the given repeatability in the LPC (*Laboratoire Ponts Et Chaussées*) Bituminous Mixtures Design Guide (r = 0.95) (Delorme, De La Roche et al. 2007). This guide has identified only

composition parameters (sand content, filler content, bitumen content, rolled sand…) as affecting the void content by the SGC. The results are consistent with the literature. Furthermore, the analysis of $CEI_{60\ gyrations}$ (Table 7-2) confirms that the classical approach is not sensitive to the variation of test temperature: no significant difference is noted between asphalt mixes, whatever the test temperature or manufacturing processes.

Table 7-2 CEI calculation results

	T_{test} (°C)	$CEI_{92\%}$ (±7%)	$CEI_{90\%}$ (±7%)	$CEI_{95\%}$ (±7%)	$CEI_{60\ gyrations}$ (±1%)	C (%) at 60 gyrations
HMA	**140**	834	323	2497	290	89.7 ± 0.4
	110	1096	459	3104	303	89.0 ± 0.3
	80	2132	1101	5972	304	87.0 ± 0.6
WMA WM30	**110**	473	201	1769	311	91.0 ± 0.3
	80	1531	678	3949	313	88.2 ± 0.3
WMA Foam	**110**	819	348	2466	295	89.6 ± 0.2
	80	1684	700	4045	311	88.1 ± 0.3

Regarding the calculation of CEI at different percentages (different target $\%G_{mmx}$) a significant difference is noted for each CEI depending on test temperature and on manufacturing process. For a same type of mix (HMA, WMA WMA30 or WMA foam), the CEI increases with decreasing the test temperature, whatever the targeted $\%G_{mmx}$ (92 %, 90 % or 95 %). For example, for the HMA, an increase of about 31 % of $CEI_{92\%}$ is noticed between 140 and 110 °C and 156 % between 140 and 80 °C. This finding reinforces the well-known point that for a classical HMA, it is necessary to control the temperature and to recommend limits (Gallenne, Goyon et al. 2003). It also confirms that the loss of compactibility is not linear but increases with the lowest temperatures. The lowest values of CEI were found with WMA WM30 tested at 110 °C with a decrease of $CEI_{92\%}$ around 45 % in comparison with the HMA tested at 140 °C; and around 60 % in comparison with the HMA tested at 110 °C. The CEI of the foam WMA tested at 110 °C and the HMA tested at 140 °C are comparable. The same tendency is observed by analysing $CEI_{90\%}$ and $CEI_{95\%}$. However, for a same type of mix, at a given

temperature, a large difference between $CEI_{90\%}$ and $CEI_{95\%}$ is observed. A ratio between 5.5 to almost 9 according to asphalt mix is found between both indices.

Figure 7-3 represents the variation of CEI vs the variation of $\%G_{mmx}$. Unlike the classical criteria, $CEI_{\%}$ method allows to compare manufacturing processes (HMA, WMA WM30 and WMA foam) at several test temperatures with significant difference. The analysis of CEI is more relevant comparatively to the standardized method. However, the method is time consuming because of the calculation of the areas.

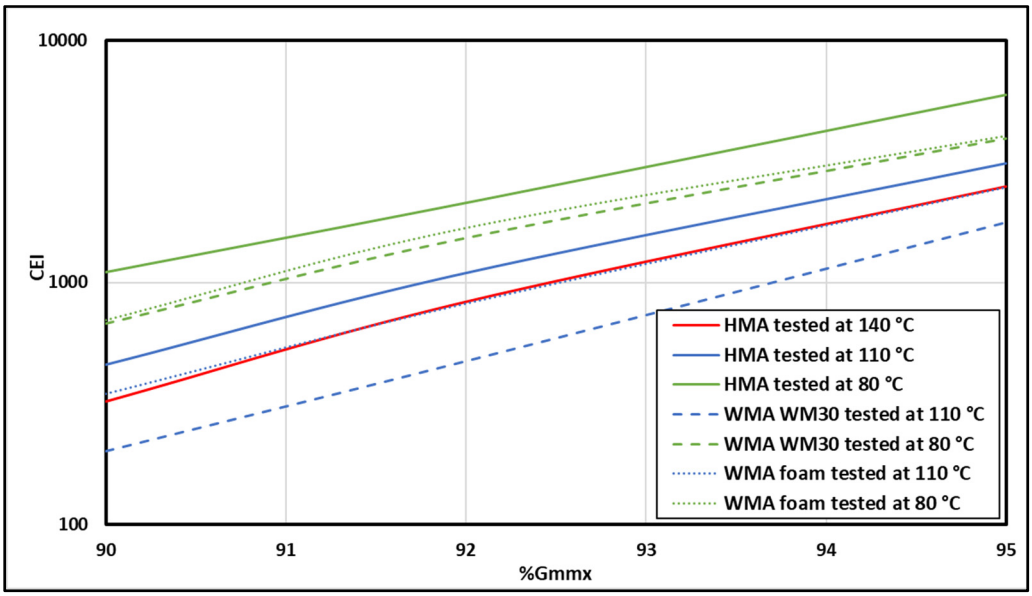


Figure 7-3 CEI variation vs the target levels of compaction

The third approach studied here is the calculation of gyration ratio and the performance ratio from the SGC results as proposed by (Bonaquist 2011, Smith and James 2016). This method allows to compare two manufacturing processes (WMA to HMA) either at different temperatures by the gyration ratio or at a same temperature by the performance ratio. In our study, these indices are calculated at 110 and 80 °C. The calculated gyration and performance ratios are presented in Table 7-3.

Table 7-3 Gyration ratio and performance ratio results

	Gyration ratio		Performance ratio	
	110 °C	**80 °C**	**110 °C**	**80 °C**
HMA	1.20	1.77	1.00	1.00
WMA WM30	0.70	1.28	1.60	1.40
WMA Foam	1.00	1.30	1.20	1.40

The performance ratio calculation showed that the additive WM30 was more efficient than foaming at 110 °C and both WMA have a similar performance at 80 °C. These results are consistent with the calculations of the energy of compaction "CEI". More precisely, it is noted that the lowest value of CEI corresponds to the lowest value of gyration ratio and the highest value of performance ratio (WMA WM30 at 110 °C). The CEI of HMA at 140 °C and foam WMA at 110 °C are very close. This result is consistent with the value of gyration ratio of foam WMA at 110 °C (gyration ratio = 1). Furthermore, the CEI of the tested WMA technique (WM30 and foam) at 80 °C are very similar, which explains the same performance ratio at 80 °C. These similar findings confirm the relevance of both methods (CEI and ratios).

These methods consisting of comparing the number of gyration to reach a reference density seem to be vary promising, they are relevant and quite simple to do.

The results of the double-acting static compaction are given in Table 7-4 and Figure . The table shows the results of $\%G_{mmx}$ obtained by hydrostatic weighing.

Table 7-4 The double-acting static compaction results

Diameter of mold	**80 mm**			**120 mm**	
Level and duration of load	**60 kN, 300 s**	**10 kN, 300 s**	**10 kN, 100 s**	**60 kN, 300 s**	**10 kN, 300 s**
Applied stress (MPa)	11.94	1.99	1.99	5.31	0.89
%G_{mmx} (140 °C)	90.5 ± 0.4 %	88.2 ± 0.4 %	87.8 ± 0.4 %	89.3 ± 0.3 %	85.4 ± 0.1 %
% G_{mmx} (110 °C)	90.7 ± 0.2 %	87.3 ± 0.5 %	86.6 ±0.9 %	89.2 ± 0.1 %	85.6 ± 0.1 %
Δ %G_{mmx} (140 °C – 110 °C)	0.2 %	0.9 %	1.2 %	0.1 %	0.2 %

For an identical compaction load condition, the variation of the test temperature showed no significant influence (a variation of %G_{mmx} between 0.1 to 1.2 %). Its important to note that the stresses applied to the specimens (11.94 MPa, 1.99 MPa and 0.89 MPa) were always higher than the stress applied by the SGC press (0.6 MPa). According to the literature(Huner and Brown 2001), the latter (SGC stress) is already judged very huge to show a difference with test temperatures between 160 and 110 °C. Lastly, the SGC test provides the variation of the air void content with the gyration while the double-acting static compaction mode gives only a level of compaction for one applied load, which is a limitation for this test.

7.5 Conclusion

The main objective of this study was to evaluate a discriminant and relevant method to compare the compactibility of WMA and HMA. The study of compactibility of the asphalt mixes was achieved with the shear gyratory compactor and by the double-acting static compaction proposed in the European standard EN 12697-12. The compaction mode between these two tests is different. Despite the application of lower stresses, the SGC led to higher relative density at the end of the test comparatively to the double-acting static compaction. The latter is insensitive to the variation of test temperature. The results of the conventional SGC tests were studied by three types of analysis, namely the classical European standardized method,

the calculation of the compaction energy index (according Bahia [Bahia and al.,1998] and adapted to European standard) and the determination of the gyration and performance ratios. The tests were carried out on three types of asphalt mixes (hot, warm with additive and warm foam), at three fixed test temperatures and taking into account the existing specifications (from 140 °C to 80 °C). Our study confirms that the classical approach is insensitive to changes in test temperature because the specification of an asphalt mix is based on a range of air void for a fixed number of gyration, a non-discriminating criterion. The several CEI calculations allow to evaluate the effect of test temperature but it is time-consuming. It shows that the choice of target compaction level is important. An exponential function was noticed between CEI and the relative density: the higher the relative density, the higher the compaction energy. The ratios approach, based on the comparison of the number of gyration needed to reach a target relative density has been validated on HMA and WMA: it has the advantage of being fast, discriminant and relevant. They allow to compare the compactibility of a same asphalt mix at two temperatures (gyration ratio) or the compactibility of two asphalt mixes at a same temperature. In our study, the gyration and the performance ratios indicate that using the liquid chemical EVOTHERM® WM30 additive allows more improvement in terms of compactibility than the foaming process Finally, a new interpretation of the SGC results using ratios allows to evaluate the effect of warm temperatures and processes on the compactibility of asphalt mixes. Its application to other types of mixes and other methods would make it possible to extend the method like the use of recycling materials (RAP or RAS) in asphalt mixes, which can impact the compactibility of asphalt mixes depending on rates.

Conflict of interest

The authors do not have any conflict of interest with other entities or researchers.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge Ingevity for funding this research project and specially Julien BUISSON and Nicolas PICARD (FRANCE).

CHAPITRE 8

CARACTÉRISATION À L'ÉCHELLE DES ENROBÉS

8.1 Introduction

Dans ce chapitre, les différents résultats des essais réalisés à l'échelle de l'enrobé sont présentés. D'abord, les formules d'enrobés proposées ont été confrontées aux épreuves de validations proposées par la norme du Québec LC 4202. Ensuite, le comportement thermomécanique a été étudié en termes de module complexe, de module de rigidité et par l'essai de retrait thermique empêché.

8.2 Validation des formules d'enrobés

Après la formulation théorique des enrobés, il a été nécessaire de les valider expérimentalement. Comme proposé dans la méthode de formulation du Québec, les formulations d'enrobés ont été soumises à des essais de compactibilité à la presse à cisaillement giratoire (PCG), de tenue à l'eau par la méthode Marshall et de résistance à l'orniérage par l'orniéreur MLPC.

8.2.1 La compactibilité

La compactibilité des enrobés formulés a été testée par l'essai à la presse à cisaillement giratoire. Les essais ont été réalisés sur huit formules. Comme indiqué dans la méthode d'essai LC 26-003 et LC 26-004, la température d'essai est fixée à 140 °C. Avant la réalisation des essais, les enrobés fabriqués ont été conditionnés à l'étuve à la température de compactage pendant 30 minutes.

Le tableau 8-1 montre les résultats des essais à la presse à cisaillement giratoire. Les enrobés formulés ont répondu aux exigences fixées par la norme de Québec en termes de pourcentage vide (Vi%) au nombre de giration N_{INI} =10, N_{DES} = 80 et N_{MAX} = 200.

La figure 8-1 montre les résultats de la variation des Vi (%) en fonction des girations. Les différentes courbes sont très proches les unes des autres. De plus, la pente de la variation de Vi (%) en fonction du nombre de girations est très similaire spécialement entre la giration 10 et la giration 80. Cela signifie que malgré leurs pourcentages en bitume d'apport différent, les enrobés formulés ont montré un comportement similaire à la presse à cisaillement giratoire.

Tableau 8-1 Résultats des essais à la presse à cisaillement giratoire

	Bitume d'apport	**V_i (%) 0 giration**	**V_i (%) 10 girations N_{INI}**	**V_i (%) 80 girations N_{DES}**	**V_i (%) 200 girations N_{MAX}**	**Pente entre 10 girations et 80 girations**
Référence	5,14%	22,35 ± 0,07	12,65 ± 0,14	5,23 ± 0,28	3,08 ± 0,17	-8.10
20 % RAP 1	4,10%	22,14 ± 0,07	12,51 ± 0,14	5,31 ± 0,06	3,24 ± 0,06	-7.80
17% RAP 1 + 3% RAS	4,08%	20,66 ± 0,10	11,20 ± 0,14	4,33 ± 0,00	2,83 ± 0,06	-7.51
14% RAP 1 + 3% RAS	4,24%	22,30 ± 0,12	12,65 ± 0,10	5,12 ± 0,00	3,12 ± 0,06	-7.77
3% RAS	4,97%	22,30 ± 0,33	12,65 ± 0,33	5,35 ± 0,33	3,28 ± 0,12	-8.02
17% RAP 2 + 3% RAS	4,04%	22,45 ± 0,30	12,78 ± 0,23	5,43 ± 0,23	3,28 ± 0,12	-8.28
25.5% RAP 2 + 4,5% RAS	3,50%	22,65 ± 0,45	12,65 ± 0,42	4,96 ± 0,12	2,87 ± 0,00	-8.51
34% RAP 2 + 6% RAS	2,95%	21,31 ± 0,14	11,64 ± 0,14	5,00 ± 0,06	2,95 ± 0,00	-7.35

Afin d'étudier la facilité de compactage des différents enrobés testés, les indices de compactibilité présentés dans *cf.* CHAPITRE 7 ont été calculés. Le CEI (l'indice d'énergie de compactage) a été adapté aux spécifications de la norme de Québec, c'est-à-dire il représente la surface sous la courbe compacité (C%) vs nombre de girations à partir de la giration 10 jusqu'à atteindre 95% de la densité maximale. Le ratio de giration a été calculé à 140 °C, il représente le rapport entre : le nombre de girations pour atteindre Vi = 5% de l'enrobé de référence par le nombre de girations pour atteindre Vi = 5% des enrobés avec matériaux recyclés. Étant donné que les essais ont été réalisés à une même température, le ratio de performance n'a pas été calculé.

Les résultats sont présentés dans le tableau 8-2, ils montrent que les différents enrobés formulés ont une facilité de compactage (compactibilité) similaire. Cela se traduit par des CEI très proches (496 ± 11) et par des ratios de giration très proche de 1 sauf pour l'enrobé 17% RAP 1 + 3% RAS et l'enrobé 34% RAP 2 + 6% RAS qui semblent être deux points aberrants.

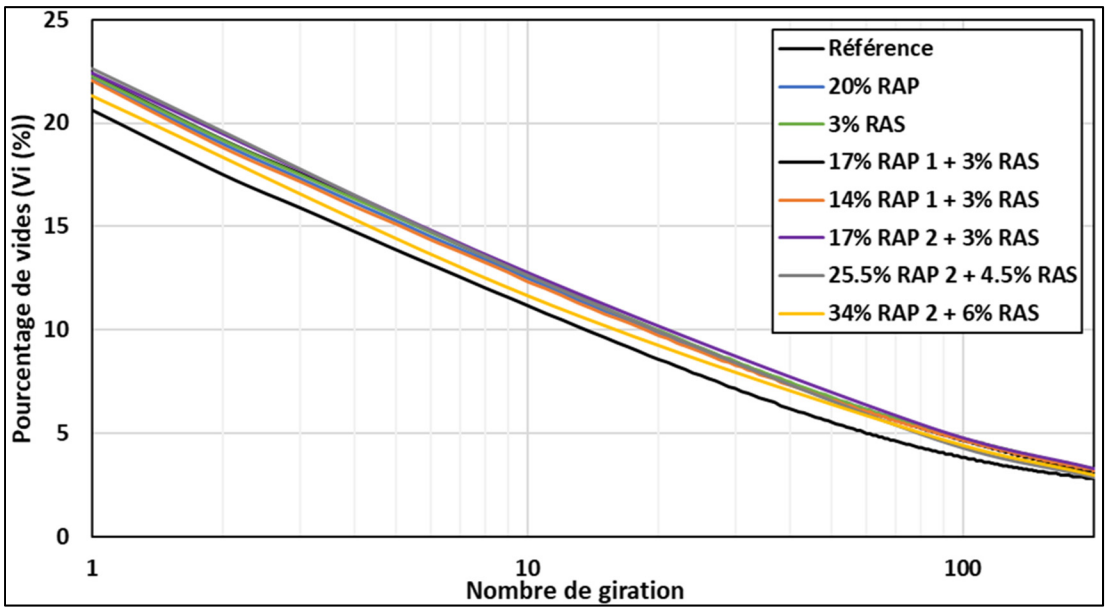


Figure 8-1 Variation de Vi en fonction du nombre de giration

Tableau 8-2 Résultats indices de compactibilité

	CEI	Ratio de giration
Référence	489,32	1,00
20% RAP	492,74	1,03
3% RAS	511,46	1,05
14 % RAP 1 + 3% RAS	489,08	1,00
17% RAP 1 + 3% RAS	256,73	0,70
17 % RAP 2 + 3% RAS	#N/A	1,09
25.5% RAP 2 + 4.5% RAS	#N/A	0,90
34% RAP 2 + 3% RAS	#N/A	0,79

À l'exception des deux points aberrants, les résultats montrent que les enrobés formulés présentent tous un même comportement aux températures de mises en œuvre, et plus précisément vis-à-vis du compactage. La compactibilité est influencée beaucoup par les granulats (distribution granulométrique plus au moins favorable au compactage) et par la teneur en bitume. Le grade de bitume quant à lui, à ces températures, ne joue pas un rôle très important. Aux températures de compactage le bitume est tellement liquide et il se contente de jouer un rôle de lubrifiant entre les granulats soumis à l'effort de compactage appliqué par la PCG. Ceci est davantage valable pour les enrobés Québécois où la température de compactage semble être très élevée par rapport aux bitumes très mou utilisés. Par exemple, au démarrage de cette thèse la température de compactage des enrobés fabriqués à base d'un bitume de grade PG 58-34 (équivalent à un bitume Européen de grade 160/220) a été 140°C. Cette température est équivalente à la température de compactage pour l'utilisation d'un bitume de grade 35/50 en France, qui est beaucoup plus dur par rapport à un PG 58-34. Étant donné que dans notre étude les enrobés ont une granulométrie très similaire (ESG-10) et en prenant en considération la température d'essai très élevée et le niveau de contrainte appliquée par la PCG, il a été normal d'observer une même facilité de compactage. En d'autres termes, on ne dit pas que l'ajout des matériaux recyclés n'a pas d'influence sur la compactibilité des enrobés. Mais, il n'était pas possible d'observer une variation de la compactibilité dans les conditions d'essai étudier. Cependant, si notre hypothèse est vraie, ça veut dire que les enrobés fabriqués

présentaient une teneur en bitume très équivalente et semble être un indicateur que les hypothèses de degrés de mobilisation données par la norme LC 4202 sont corrects.

8.2.2 La tenue à l'eau

Les essais de stabilité Marshall et de tenue à l'eau (stabilité conservée) ont été réalisés sur six formulations avec un taux de matériaux recyclés variant de 0% à 40%. Les figures 8-2, 8-3 et 8-4 montrent les résultats de la stabilité à l'eau et les résistances maximales des échantillons humides et saturés.

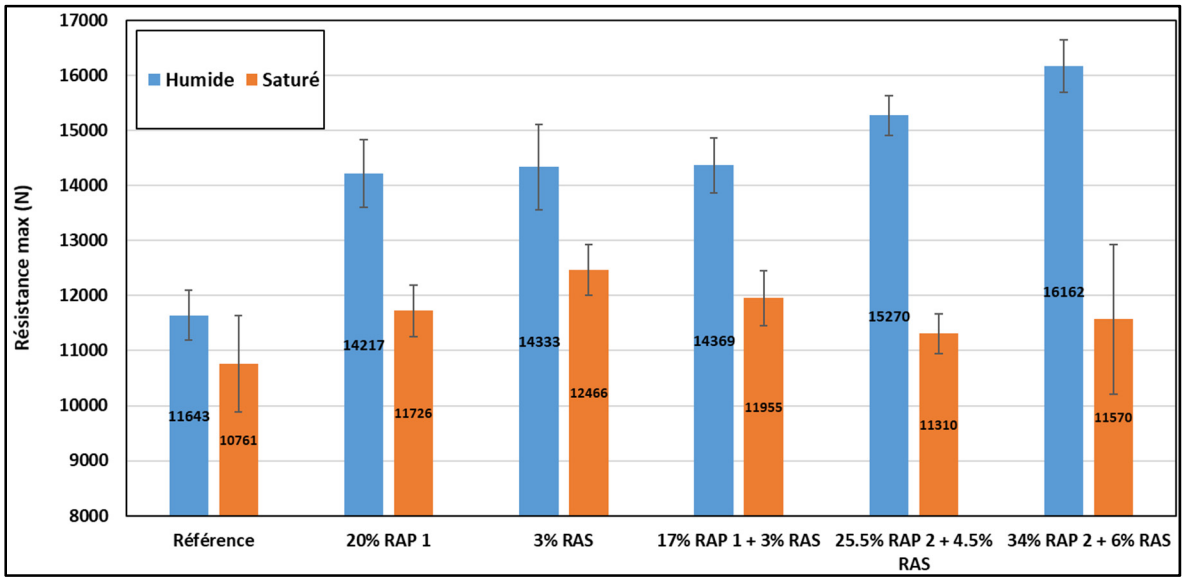


Figure 8-2 Résultats des résistances maximales obtenues par l'essai de tenue à l'eau

La norme 4202 fixe une valeur minimale de la stabilité conservée. Pour les enrobés de type ESG-10, la valeur minimale est de 70%. Les six enrobés testés ont répondu à cette exigence. Cependant, il est nécessaire de signaler que les deux enrobés contenant plus que 30% de matériaux recyclés se situent à la limite de la valeur fixée.

En termes de résistance mécanique (stabilité Marshall), les stabilités humides augmentent avec le pourcentage de matériaux recyclés. Pour les enrobés avec moins de 20% de recyclé,

l'augmentation a été de l'ordre de 22% à 23% par rapport à l'enrobé de référence. Pour les matériaux avec de 30% et 40% de matériaux recyclés, les augmentations ont été respectivement 31% et 39%. Par contre, les stabilités Marshall des échantillons saturés ont été stables au tour de 11631 N ± 579.

En termes de stabilité conservée (tenue à l'eau), la valeur la plus élevée a été remarquée pour l'enrobé de référence (93%), puis une diminution linéaire en augmentant le taux de matériaux recyclés a été notée (Figure 8-3). Cela semble dire que le bitume présent dans les enrobés perd de plus en plus de ses qualités d'adhésion et de cohésion en augmentant le taux de matériaux recyclés. Ceci indique un mélange entre le bitume neuf et les bitumes recyclés. Cependant, ce mélange ne semble pas être très avantageux d'un point de vue de performances, spécialement en admettant qu'une partie du bitume des RAP et RAS reste non mobilisée. Dans ce cas, le liant présent dans les enrobés n'est plus en contact direct avec les grains, mais il est en contact avec un autre bitume (non mobilisé) de viscosité très différente. Cette configuration semble être moins forte qu'un contact direct entre le liant et le granulat. Ajoutons à cela que les bitumes recyclés ont un degré de vieillissement avancé, spécialement le bitume RAS, et donc leurs caractéristiques sont fortement alternées. Ces conditions réunies ont un impact direct sur l'adhésivité avec les granulats et la cohésion entre bitumes conduisant à une perte de stabilité conservée en augmentant le taux de matériaux recyclés. Cela peut conduire à un risque d'arrachement sur le terrain.

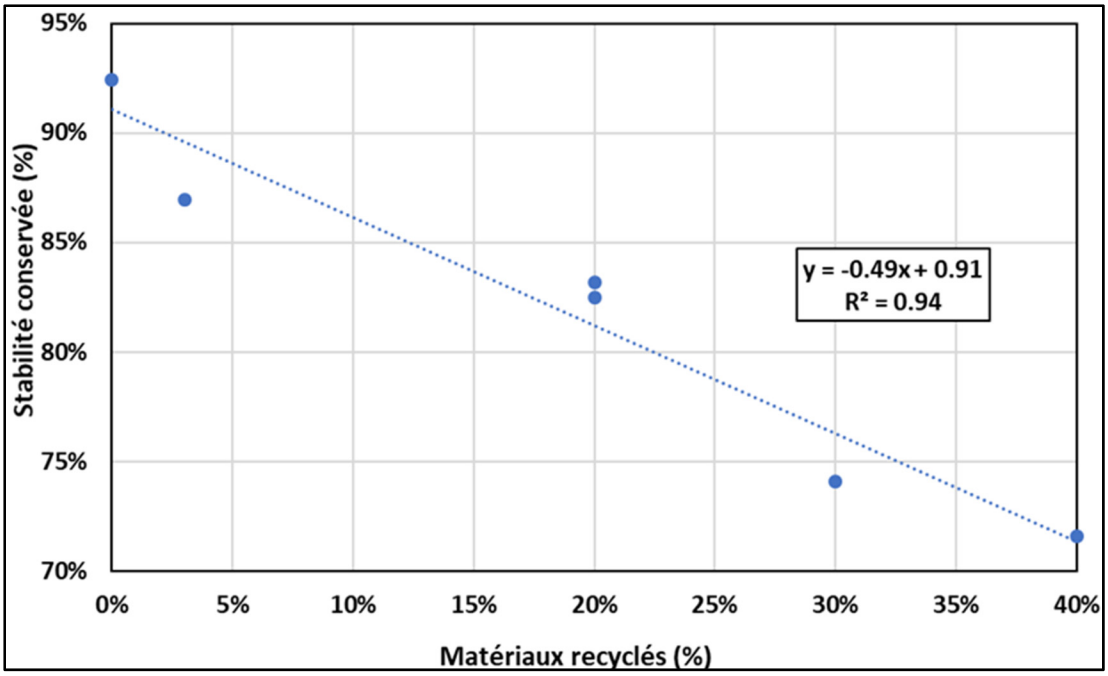


Figure 8-3 Variation de la stabilité conservée en fonction de la teneur en matériaux recyclés

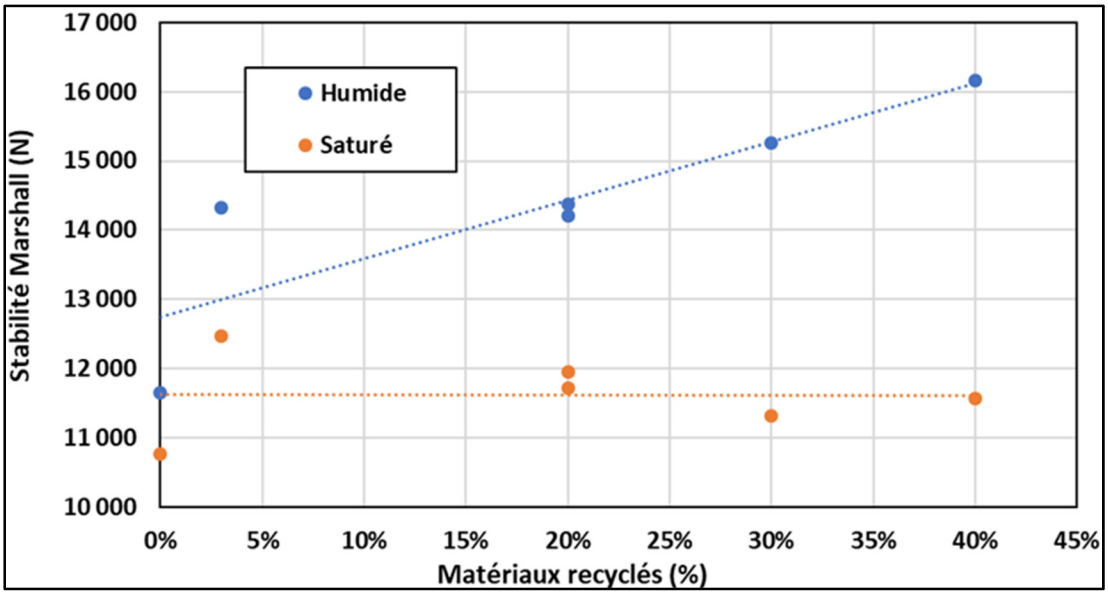


Figure 8-4 Variation de la stabilité Marshall en fonction de la teneur en matériaux recyclés

8.2.3 La résistance à l'orniérage

La résistance à l'orniérage a été mesurée sur six mélanges contenant un pourcentage de matériaux recyclés inférieur ou égal à 20%. Les tableaux 8-3 et la figure 8-5 présentent les résultats d'essais.

Comme il peut être constaté, l'enrobé de référence, le ESG-10 sans RAP ou RAS, a montré une très bonne résistance à l'orniérage et a très bien répondus aux exigences fixées par la norme 4202 à savoir un pourcentage d'orniérage inférieur à 10% et à 20% respectivement à 1000 et 3000 cycles.

À 1 000 et 3 000 cycles, l'ajout de 20% de RAP n'a pas montré un effet significatif sur la résistance à l'orniérage comparativement à l'enrobé de référence. Ensuite, une amélioration a été constatée de l'ordre de 24% à 10 000 cycles et 23% à 30 000 cycles.

Les enrobés contenant des RAS ont montré une meilleure résistance à l'orniérage que l'enrobé de référence, les taux d'améliorations observées ont été de 20%, 18%, 46% et 43% à 1 000, 3 000, 10 000 et 30 000 cycles respectivement.
La variation de la source des RAP n'a pas montré un effet significatif sur la résistance à l'orniérage, les écarts types entre la formule 17% RAP 1 + 3% BPC et la formule 17% RAP 2 + 3% BPC ont variés de 0,07% à 0,4%.

Les résultats montrent une amélioration de la résistance à l'orniérage avec l'ajout de matériaux recyclés. La résistance à l'orniérage est influencée par le squelette granulaire et par la teneur et la nature du bitume utilisé. Dans notre étude et spécialement pour les enrobés testés à l'orniérage avec un pourcentage de matériaux recyclés est inférieur à 20% par rapport à la masse, le squelette granulaire a été quasi-identique. Comme dans le cas de la tenue à l'eau, l'amélioration de la résistance à l'orniérage est expliquée par un mélange entre le bitume neuf d'apport et les bitumes recyclés. Ce mélange, comme démontré dans les chapitres *cf.* CHAPITRE 3 CHAPITRE 4 CHAPITRE 5, provoque une augmentation du module complexe

et une diminution du module de fluage. Ces constatations sont le plus souvent marquées beaucoup plus aux basses fréquences donc hautes température expliquant ainsi l'amélioration de la résistance à l'orniérage.

Tableau 8-3 Résultats d'essai d'orniérage

		Pourcentage d'orniérage (%)			
Enrobés	**Bitume d'apport**	**1000 cycles**	**3000 cycles**	**10000 cycles**	**30000 cycles**
Référence	5,14%	3,6 ± 0,7	4,9 ± 0,7	8,3 ± 1,4	10,5 ± 2,2
20 % RAP	4,10%	3,6 ± 0,3	5,1 ± 0,4	6,3 ± 0,3	8,1 ± 0,3
3% RAS	4,08%	3,0 ± 0,3	4,4 ± 0,2	5,6 ± 0,7	6,0 ± 0,7
17% RAP 1 + 3% RAS	4,24%	2,7 ± 0,3	4,0 ± 0,4	4,6 ± 0,4	6,0 ± 0,6
14% RAP 1 + 3% RAS	4,97%	2,6 ± 0,1	4,3 ± 0,1	4,6 ± 0,5	6,2 ± 0,6
17% RAP 2 + 3% RAS	4,04%	2,9 ± 0,4	4,5 ± 0,4	5 ± 0,2	5,9 ± 0,6

.

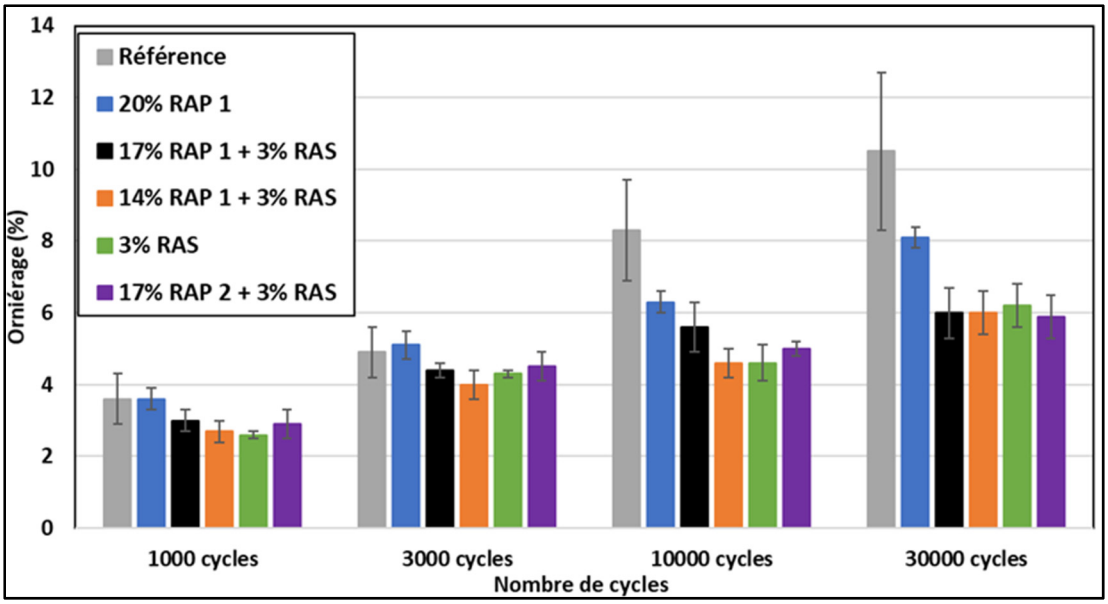


Figure 8-5 Résultats d'essai de résistance à l'orniérage

8.3 Essais thermomécaniques

8.3.1 Essai de module complexe

Les essais de module complexe ont été réalisés sur les neuf enrobés fabriqués. Le modèle 2S2P1D a été calibré et utilisé pour analyser les résultats. Les analyses sont présentées en termes de variations des paramètres de forme, d'évolution des paramètres décrivant le principe d'équivalence temps-température et en terme d'effet mécanique (modules).

8.3.1.1 La forme

- **Comparaison entre les modules normalisés des enrobés vs les modules normalisés des bitumes**

Dans un premier temps, les modules normalisés des enrobés ont été tracés en comparaison à ceux des bitumes. Selon la littérature (Olard 2003, Di Benedetto, Olard *et al*. 2004, Pouget, Sauzéat *et al*. 2010, Mangiafico 2014), une superposition est notée pour les enrobés et leurs bitumes correspondants. Cependant, d'après nos résultats (Figure 8-6) cela n'a pas été

remarqué même pour les matériaux de références (bitume vierge et l'enrobé de référence). Comme mentionné dans le chapitre *cf.* CHAPITRE 4, cela est expliqué par la sous-estimation des résultats à très basse température obtenus par le DSR; cette sous-estimation est potentiellement due à des problèmes de distorsion présentés par la configuration de l'essai de module complexe en cisaillement. En effet, Mangiafico et al. (Mangiafico, Di Benedetto *et al.* 2013) ont déjà remarqué le même effet, et leurs résultats aux basses températures ont été corrigés à l'aide d'un appareil Métravib (essai en traction compression directe).

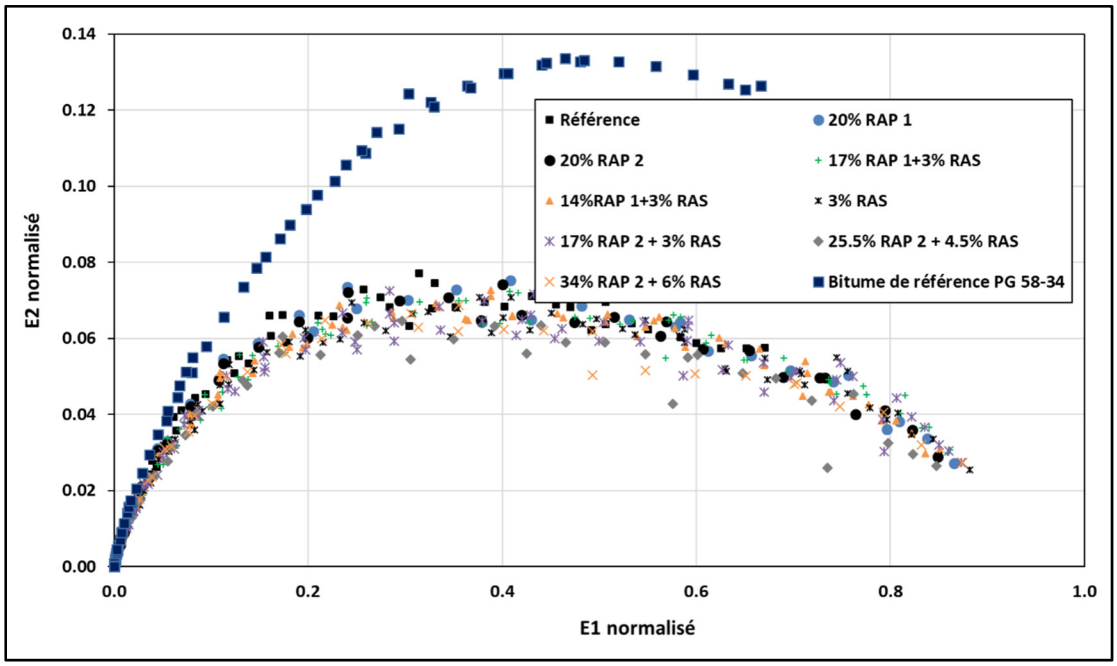


Figure 8-6 Modules normalisés dans le plan Cole-Cole;
Enrobés vs bitumes de référence

- **Calibration des paramètres de forme**

La différence entre les modules normalisés (bitumes et enrobés) a conduit à avoir des paramètres de forme différents. Pour calibrer le modèle 2S2P1D, d'abord, les analyses ont été faites sur le plan Cole-Cole et dans l'espace de Black. Ces deux représentations sont indépendantes de la fréquence d'essai et permettent d'analyser les paramètres de forme sans l'influence des modules asymptotiques et des fréquences. Les modules normalisés des enrobés

avec matériaux recyclés ont été tracés comparativement à l'enrobé de référence. Comme précédemment expliqués, les modules normalisés permettent de juger la forme générale de la courbe. Les résultats sont présentés dans sur la figure 8-7. Il a été remarqué que la forme générale des courbes est très comparable. La différence notable a été remarquée par rapport à la hauteur des courbes normalisées qui a diminué en ajoutant des matériaux recyclés. Pour décrire cela, dans un premier temps, il a été décidé de fixer les paramètres k (0.151), h (0.49) et β (1200), et seul le paramètre δ a été varié. Les résultats sont présentés sur le tableau 8-4. La courbe montre une évolution linéaire du paramètre δ en fonction des matériaux recyclés avec un bon coefficient de corrélation R = 0,60. Cependant, le coefficient de régression est très faible R^2 = 0,36. Finalement, il a été décidé d'optimiser nos résultats de la modélisation et de faire varier les autres paramètres de forme. Les résultats sont présentés sur les figures 8-8, 8-9 et 8-10.

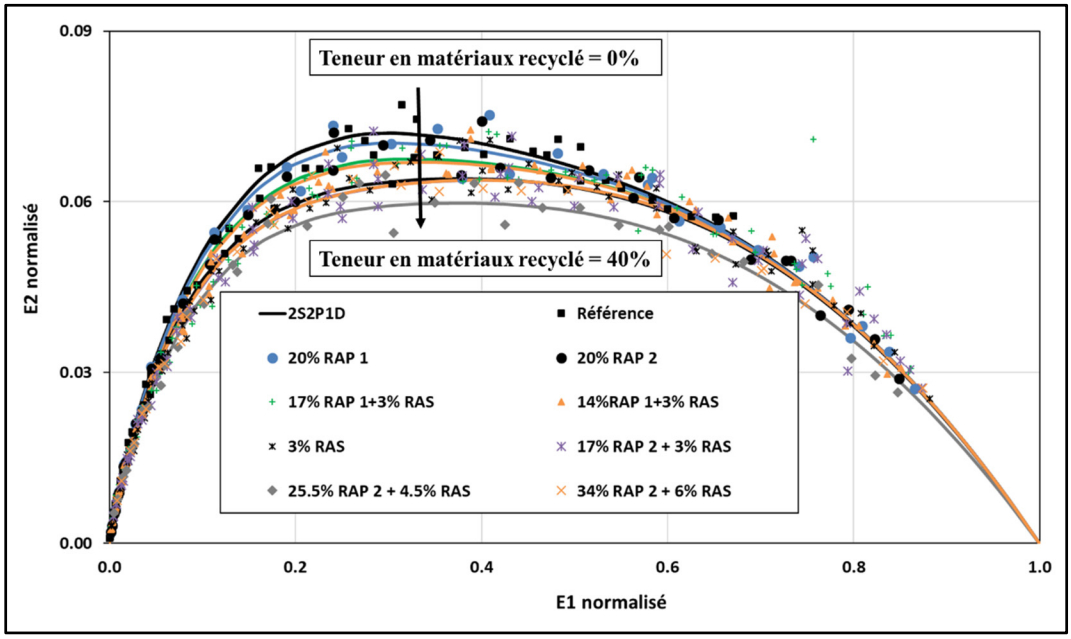


Figure 8-7 Modules normalisés des enrobés testés;
points expérimentaux vs 2S2P1D

Tableau 8-4 Paramètres 2S2P1D

	δ	k	h	β
Référence	2.40	0.151	0.49	1200
20% RAP 1	2.47			
20% RAP 2	2.53			
3% RAS	2.90			
17% RAP 1 + 3% RAS	2.70			
14% RAP 1 + 3% RAS	2.75			
17% RAP 2 + 3% RAS	3.00			
25.5% RAP 2 + 4.5 % RAS	3.00			
34 % RAP 1 + 6% RAS	3.10			

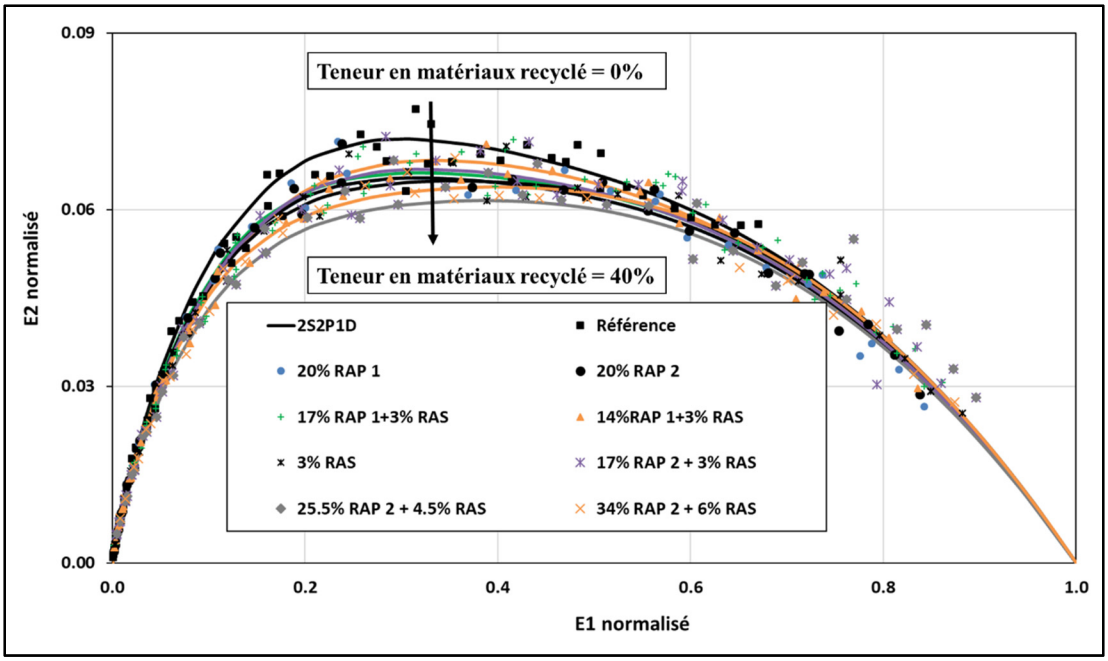


Figure 8-8 Modules normalisés des enrobés testés;
points expérimentaux vs 2S2P1D après optimisation

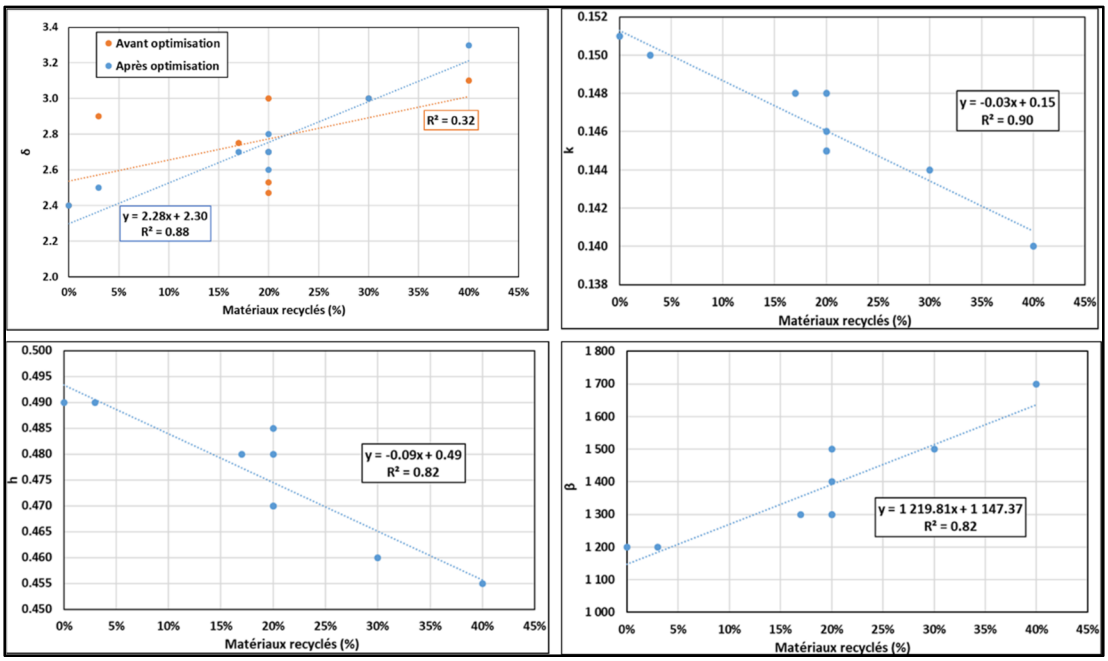


Figure 8-9 Variation des paramètre de forme en fonction de la teneur
en matériaux recyclés

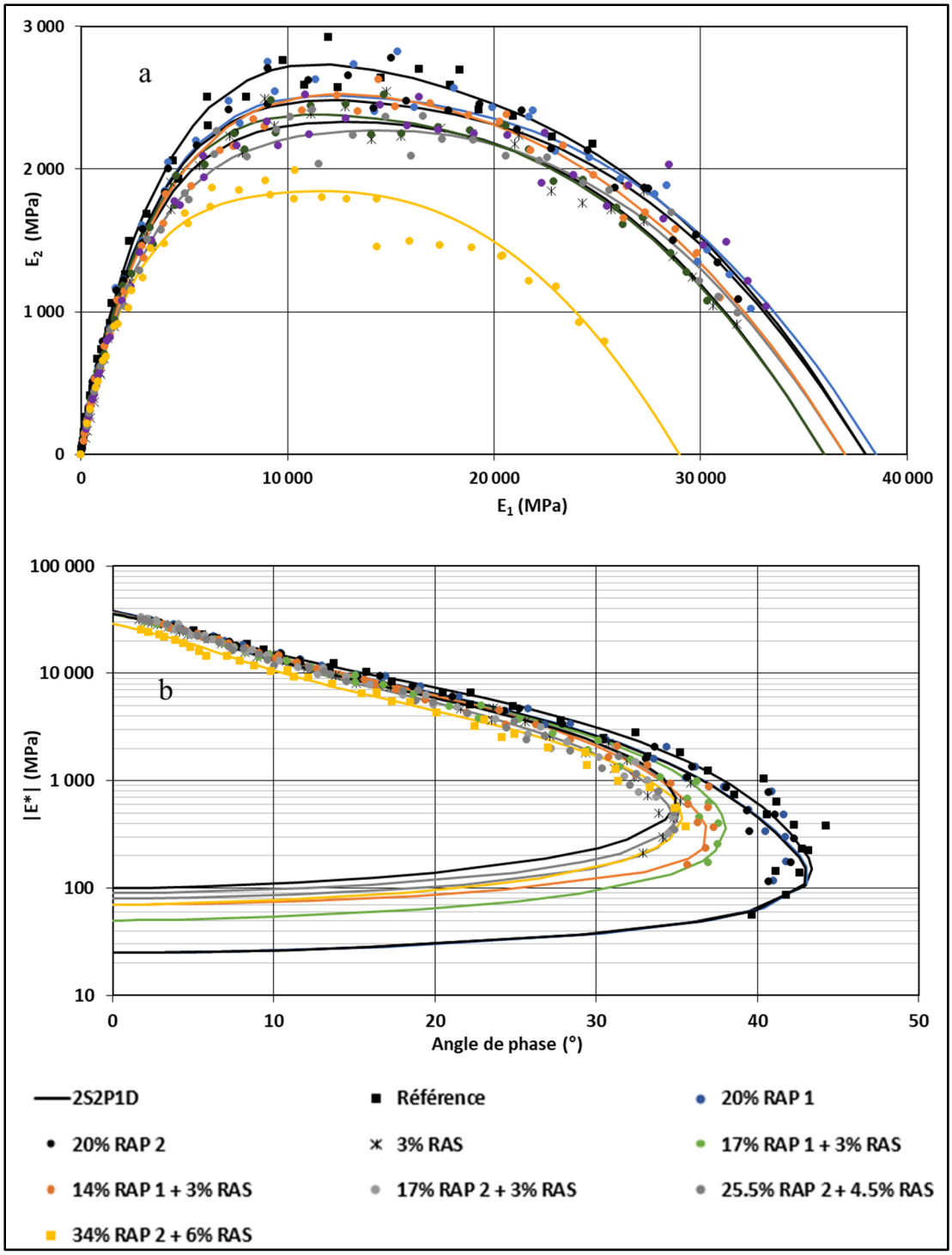


Figure 8-10 Résultats de modules complexes (a) plan Cole-Cole et (b) représentation de Black

Pour conclure cette partie, comme à l'échelle du bitume et du mastic, des évolutions linéaires des paramètres de frome sont remarquées avec le taux de matériaux recyclés. Là aussi, ça indique un mélange entre le bitume neuf et les bitumes recyclés. Ce mélange a été même caractérisé et quantifié pour deux enrobés (*cf.* CHAPITRE 4). Cependant, et à cause des problèmes de distorsion présentés par le DSR, les paramètres de forme des enrobés étaient très différents par rapport à ceux des bitumes, et même au niveau de l'enrobé de référence et son bitume correspondant. Cela nous a empêchés d'étudier la validité des lois de mélange proposées dans *cf.* CHAPITRE 3 et CHAPITRE 5 à cette échelle. L'étude de l'évolution et la comparaison des paramètres de forme à l'échelle des enrobés et à l'échelle des bitumes auraient dû être un bon indicateur pour le degré de mobilisation et de mélange entre le bitume d'apport et les bitumes inclus dans les matériaux recyclés.

8.3.1.2 Le principe d'équivalence temps-température

Le temps caractéristique τ permet de décrire le principe d'équivalence. Sa calibration a été faite d'abord graphiquement en minimisant l'écart entre les points expérimentaux et le modèle 2S2P1D à chaque température d'essai. Ensuite, les résultats de la première étape ont été approchés par la loi de WLF en déterminant les facteurs C1 et C2. Cela a été réalisé par une minimisation entre les τ établis graphiquement et les τ prédits par la loi WLF. Les résultats de la variation du paramètre τ en fonction de la température sont présentés à la figure 8-11. Les résultats ont montré une évolution linéaire sur une échelle logarithmique de τ en fonction de la température. En comparant les résultats entre enrobés, on constate graphiquement que les courbes sont parallèles et décalées (translation selon l'axe des x) de 6 °C à 16 °C en fonction de la teneur en matériaux recyclés.

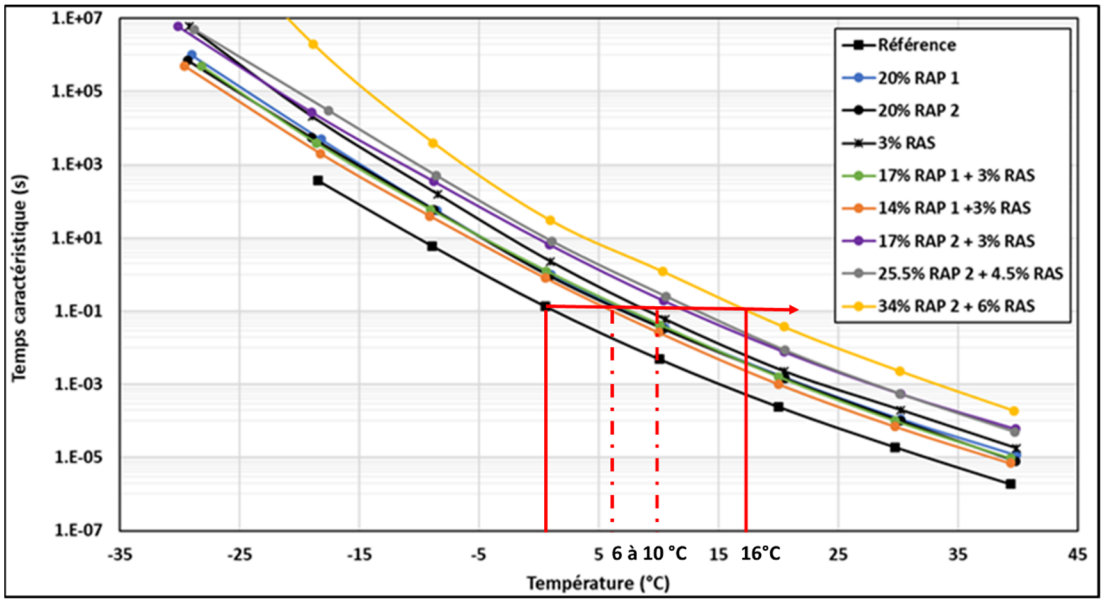


Figure 8-11 Évolution de τ en fonction de la température d'essai

Le paramètre τ_0 établi pour chacun des enrobés testés (temps caractéristique à la température de référence ; T_{ref} = 10°C) a été tracé en fonction du taux de matériaux recyclés dans un domaine semi-logarithmique. Les résultats montrent une évolution quasi linéaire avec une augmentation de la valeur de " τ_0" suivant une augmentation du dosage en recyclés dans l'enrobé (Figure 8-12).

Les paramètres de forme ont très peu varié pour les enrobés à faible taux de matériaux recyclés (≤ 20%) ; en prenant en considération les évolutions de τ et τ_0, cela signifie que leurs comportements ont été très similaires à celui de l'enrobé de référence (paramètres de forme très similaires), mais à une température plus élevée (les translations remarquées pour le paramètre τ), créant ainsi un effet de durcissement. Cette constatation a été remarquée également à l'échelle bitume et mastic. Et donc on peut expliquer cette évolution linéaire dans une échelle logarithmique (Figure 8-12) par mélange entre le bitume neuf et les bitumes recyclés. Le mélange provoque un vieillissement et un durcissement (changement de la rhéologie) du bitume d'apport conduisant à cette évolution de τ_0.

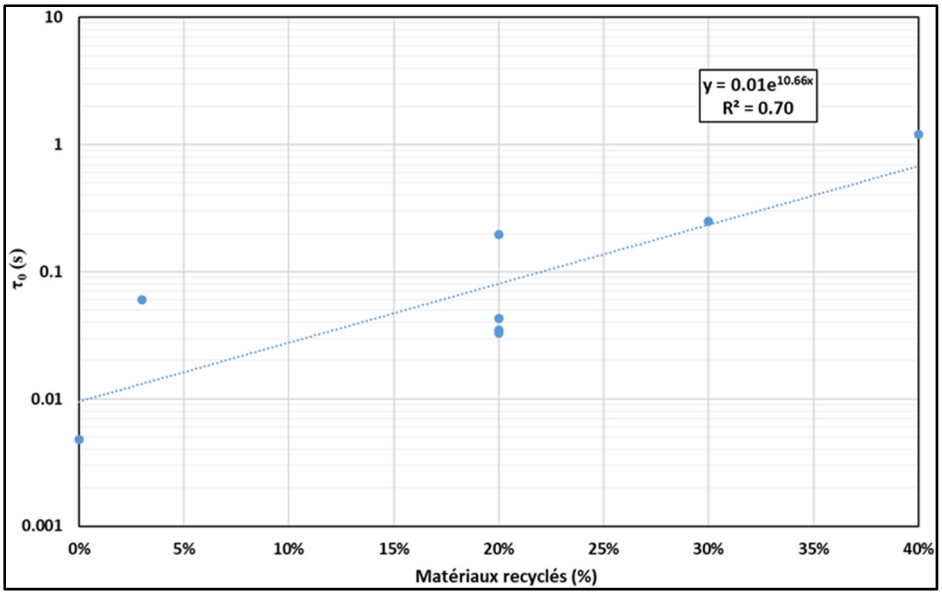


Figure 8-12 Évolution de τ_0 en fonction de la teneur en matériaux recyclés

Concernant les facteurs de translation a_T, leur variation est présentée sur la figure 8-13. On remarque que les a_T des enrobés avec matériaux recyclés sont quasi identiques avec les a_T de l'enrobé de référence spécialement à hautes températures. Cela est en concordance avec la littérature (Pham, Sauzéat *et al*. 2015). Rappelons que ces facteurs ont été déterminés à l'aide de la loi WLF et les constantes C1 et C2 sont rapportés au tableau 8-5.

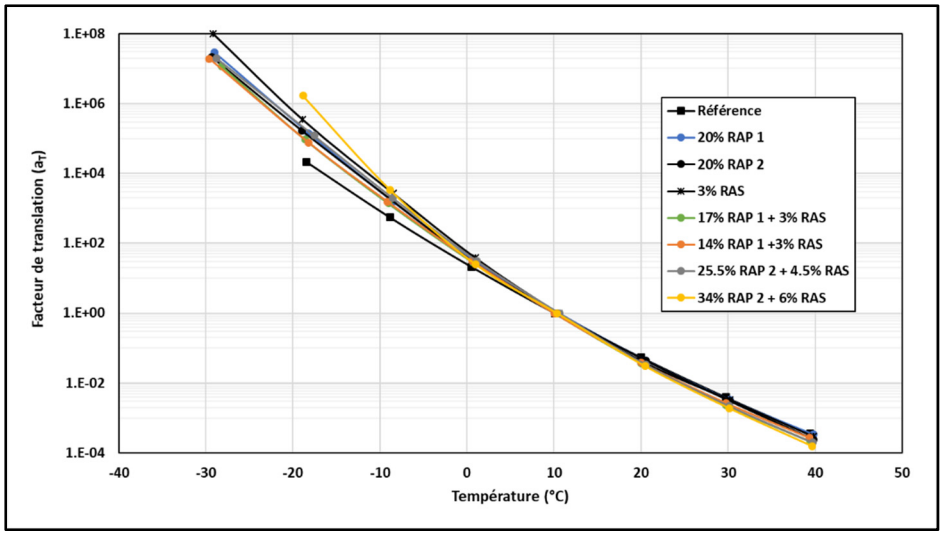


Figure 8-13 La variation de a_T en fonction de la température

Tableau 8-5 Constantes C1 et C2 de la loi WLF

	C1	C2
Référence	23.90	148.90
20% RAP 1	21.26	149.44
20% RAP 2	21.38	149.34
3% RAS	24.48	161.35
17% RAP 1 + 3% RAS	21.46	152.58
14% RAP 1 + 3% RAS	21.39	149.62
17% RAP 2 + 3% RAS	34.74	228.29
25.5% RAP 2 + 4.5 % RAS	27.64	184.18
34 % RAP 1 + 6% RAS	28.65	188.53

8.3.1.3 Les modules

En termes de module dynamique, une augmentation significative de la norme du module complexe a été remarquée avec l'ajout de matériaux recyclés. Le Tableau 8-6 montre la synthèse des résultats des modules dynamiques pour tous les enrobés obtenus à 10 °C et 10Hz. L'ajout de 20% de RAP a conduit à une augmentation d'environ 43% du module dynamique (norme de module complexe). Dans le cas où seuls les 3% de RAS ont été introduits dans la

formulation, l'amélioration a été de l'ordre de 38%. Lorsque les RAP et RAS ont été combinés dans la formulation à un pourcentage inférieur à 20%, les améliorations ont varié de 32% à 70%. Dans ce cas-si, la source du RAP a été un facteur très influant. Pour l'utilisation de la première source de RAP, l'amélioration a été de l'ordre de 43%, alors que pour la deuxième source le module dynamique et le module réversible (E_1) ont augmenté d'environ 70%. Ce résultat était attendu puisque la deuxième source de RAP a été vieillie artificiellement en laboratoire. Par contre, en comparant les enrobés avec 20% RAP, que ce soit pour la première ou pour la deuxième source, les modules ont été quasi-identiques. En termes de modules visqueux (E_2), les résultats obtenus ont une valeur d'environ de 2 500 MPa ±116 MPa quelle que soit la nature du matériau recyclé utilisé, excepté pour l'enrobé à 40% de matériaux recyclés pour lequel une baisse a été remarquée d'environ 20% par rapport à la moyenne des autres.

Tableau 8-6 Modules complexes 10 °C, 10 Hz

	Module dynamique |E*| ± 5% (MPa)	**Module élastique E_1 ± 5% (MPa)**	**Module visqueux E_2 ± 5% (MPa)**
Référence	6 612	6 366	2 507
20% RAP 1	9 454	9 051	2 729
20% RAP 2	9 462	9 076	2 706
3% RAS	9 066	8 716	2 495
17% RAP 1 + 3% RAS	9 789	9 484	2 424
14% RAP 1 + 3% RAS	8 673	8 336	2 391
17% RAP 2 + 3% RAS	11 153	10 855	2 562
25.5% RAP 2 + 4.5% RAS	11 457	11 199	2 418
34% RAP 2 +6% RAS	10 542	10 353	1 989

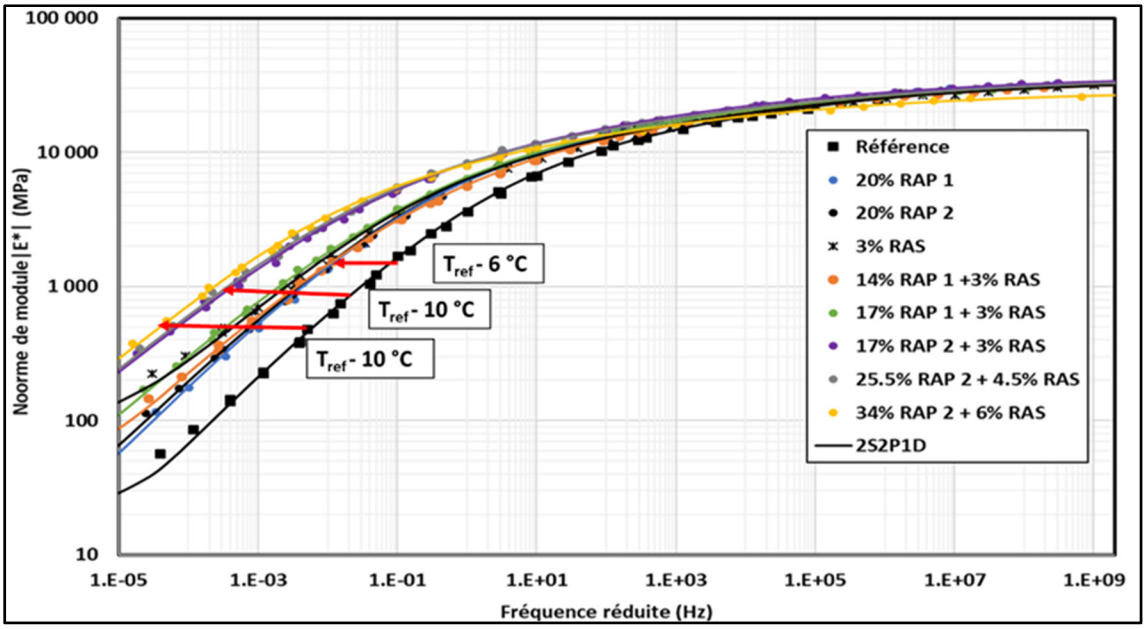


Figure 8-14 Courbes maitresses des enrobés testés à 10 °C

La Figure 8-14 présente les courbes maitresses à la température de référence de 10°C des enrobés testés comparativement aux résultats du modèle 2S2P1D. Le modèle décrit très bien les points expérimentaux à ± 5% à 10% pour la norme du module et ± 2° à 5° pour les angles de phase. Elle montre que les courbes maitresses des enrobés avec matériaux recyclés sont décalées dans l'axe des fréquences par rapport à l'enrobé de référence. En prenant en considération le principe d'équivalence temps-température, le décalage peut être compris non pas en fréquence, mais en termes de température de référence. En fonction de la teneur en matériaux recyclés, le décalage a été plus moins important et a varié de 6°C à 16°C. Par exemple, le comportement mécanique de l'enrobé de référence tracé à 10 °C a été similaire au comportement mécanique des enrobés avec un taux inférieur à 20% matériaux recyclés, tracés à 16 °C.

Afin de mieux visualiser l'effet de l'ajout des matériaux recyclés sur le comportement mécanique des enrobés, le coefficient de renforcement complexe a été tracé en fonction de la fréquence réduite à la température de référence de 10°C. Ce coefficient représente le rapport entre le module dynamique des mélanges avec matériaux recyclés par rapport au module

dynamique de l'enrobé de référence (Figure 8-15). À très haute fréquence (supérieure à 1000 Hz), les modules semblent converger et ont été identiques à l'enrobé de référence (coefficient de renforcement = 1). Cela signifie que pour les très basses températures (domaine purement élastique), tous les enrobés fabriqués présentent un comportement identique jusqu'à une température ou une fréquence donnée.

Pour des fréquences inférieures à 100 Hz, le coefficient de renforcement augmente avec l'augmentation du taux des matériaux recyclés. Pour les faibles taux de recyclage (inférieure à 20%), ce coefficient est de l'ordre de 3 à 5, sauf pour l'enrobé 17% RAP 2 + 3% RAS. Pour 30% et 40% de taux de matériaux recyclés, le coefficient est cette fois respectivement de l'ordre de 9 et 11 montrant une forte évolution par rapport à l'enrobé de référence.

Par rapport à la variation de la source de RAP, les résultats sont contradictoires. D'une part les deux enrobés avec 20% de RAP (1 et 2) ont présenté quasiment le même comportement à toutes les fréquences d'essai. D'autre part pour les deux enrobés avec 17% RAP (1 et 2) + 3% RAS ont présentés des comportements complètement différents. Il semble à priori que cela est causé par le vieillissement artificiel qui a été réalisé sur la deuxième source de RAP. Ce vieillissement semble jouer sur le mélange entre les trois bitumes. Plus le bitume RAP est vieilli plus le mélange entre les trois bitumes est difficile. Cela provoque une augmentation de la teneur en bitume non mobilisé dans l'enrobé et une diminution de la teneur bitume totale mobilisé, conduisant ainsi à un coefficient de renforcement plus important (17% RAP 2 + 3% RAS).

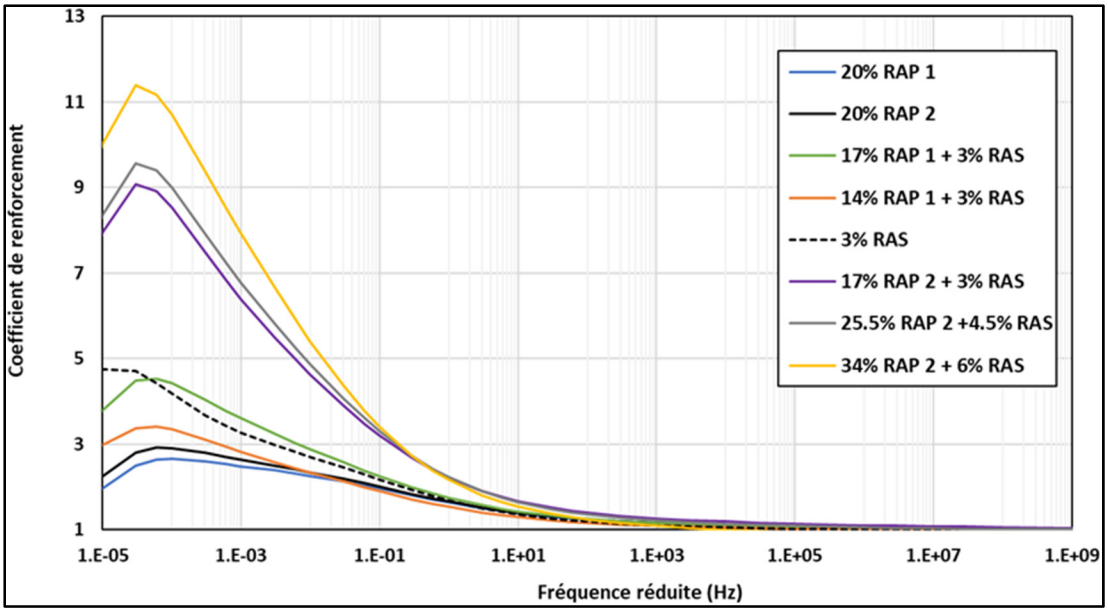


Figure 8-15 Coefficient de renforcement complexe

Globalement les résultats montrent que l'ajout des matériaux recyclés conduit à une augmentation de la rigidité des enrobés. Elle est caractérisée par une augmentation du module complexe et une diminution du module visqueux. Cela augmente le risque de fissuration thermique aux basses températures. Ce domaine de température est étudié plus en détail ci-dessous.

8.3.2 Le module de fluage

Les essais de fluage ont été réalisés en configuration traction directe et compression directe. De plus, des prédictions à partir des résultats de module complexe ont été faites en suivant la méthode proposée dans le chapitre *cf.* CHAPITRE 6. Seuls les résultats des prédictions à partir du module complexe sont présentés ici.

Comme mentionné au chapitre (*cf.* CHAPITRE 6), les courbes maitresses sont présentées à la température de référence 0°C.

Pour des temps d'application très courts, tous les enrobés ont un même comportement vis-à-vis le fluage. Par contre, le comportement diverge pour des temps plus élevés. D'après la Figure 8-16, l'ajout des RAP et RAS conduit à une perte de module de fluage. Cette perte est d'autant plus prononcée en fonction du temps (donc de la température) et en fonction de la teneur en matériaux recyclés. Cela explique l'amélioration de la résistance à l'orniérage remarquée dans *cf.* 8.2.3 par contre peut conduire à une diminution de la résistance à la fissuration thermique aux températures basses. Le fluage est un caractère très important à ces températures. Il permet de soulager les contraintes thermiques qui se développent au sein du matériau. Les enrobés présentant moins de fluage se saturent plus rapidement en contrainte et ils atteignent leurs limites de rupture à des déformations moins élevées comparativement à l'enrobés de référence.

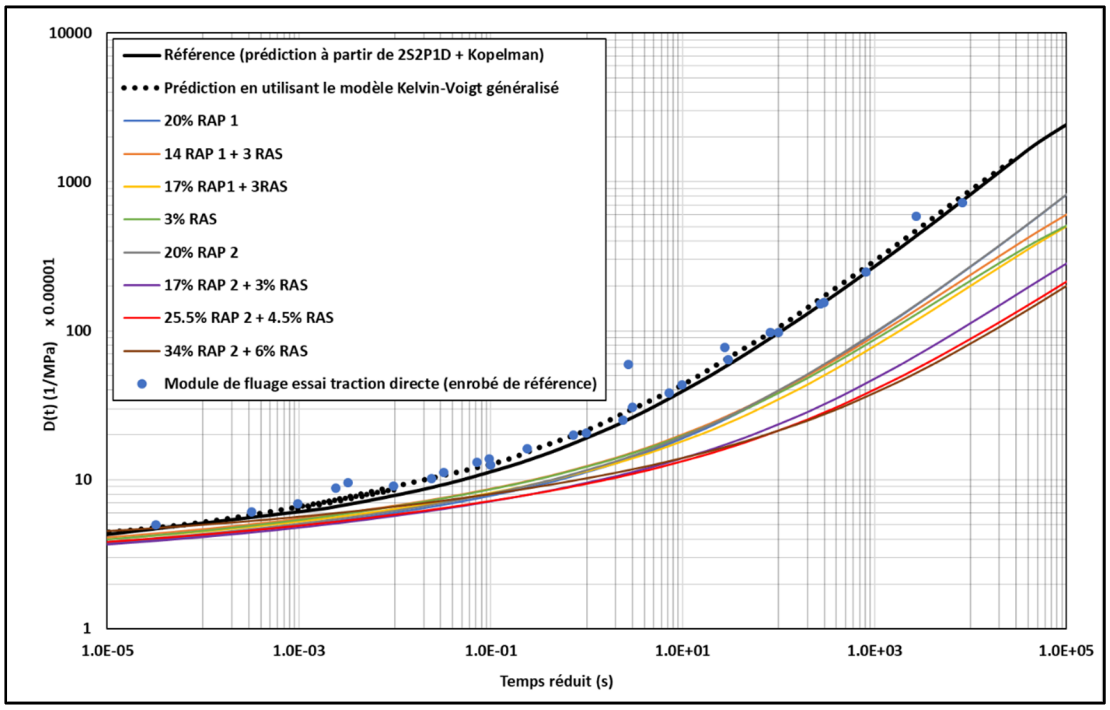


Figure 8-16 Résultats du module de fluage

Par analogie à ce qui se fait pour les bitumes (S(t) et m(t) *cf.*1.2.1.2), la rigidité de fluage en traction / compression $S_E(t)$ (l'inverse du module de fluage D (t)) et le taux de fluage m_E (t) ont été calculés (Eq.8.1), les résultats des courbes maitresses sont présentés à 0°C sur la figure 8-18. Puis, le S_E (60) et le m_E-value correspondants respectivement à la valeur du module de

rigidité et du taux de fluage à 60 secondes ont été calculés, et les résultats sont présentés dans le tableau 8-7.

$$m_E(t) = \frac{dlog(S_E(t))}{dlog(t)} \tag{8.1}$$

Tableau 8-7 Résultats de $S_E(60)$ et m_E-value à 0 °C

	S_E (60) (MPa)	**m_E-value**	**S_E (60)/ S (60) $_{ref}$**
Référence	1370	0.401	1.0
20% RAP1	2950	0.335	2.2
20% RAP2	2931	0.332	2.1
3% RAS	2985	0.306	2.2
17 RAP 1 % + 3 % RAS	3282	0.303	2.4
14% + 3 % RAS	2922	0.313	2.1
17% RAP 2 + 3% RAS	4725	0.250	3.4
25.5% RAP 2 + 4.5% RAS	5153	0.226	3.8
34% RAP 2 +6% RAS	5066	0.203	3.7

En termes de rigidité de fluage, une augmentation a été remarquée en augmentant le taux massique de matériaux recyclés. À 60 secondes, la rigidité de fluage des enrobés avec matériaux recyclés a été 2 fois à 3,7 fois plus élevée par rapport à l'enrobé de référence. En ce

qui concerne le taux fluage, une diminution a été remarquée en fonction de l'augmentation du taux de matériaux recyclés.

D'après les résultats, l'ajout des matériaux recyclés a conduit à avoir des enrobés plus rigides et plus susceptibles aux variations de températures. Cela affaiblit leur capacité à soulager les contraintes thermiques aux basses températures.

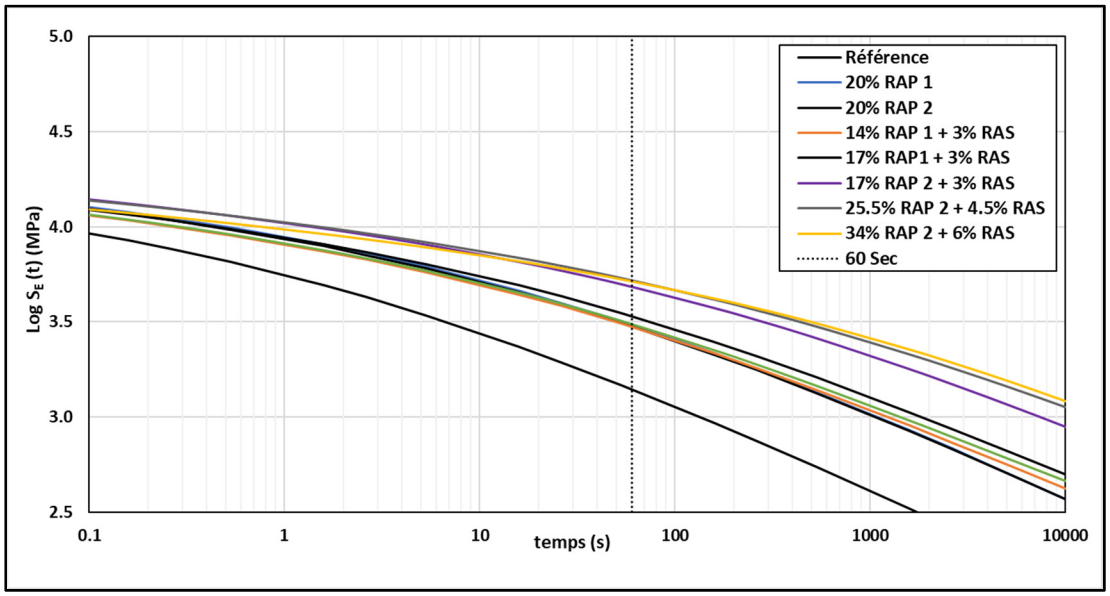


Figure 8-17 Courbes maitresses de la rigidité de fluage en traction/compression (S_E (t)) en fonction du temps (T_{ref} = 0 °C)

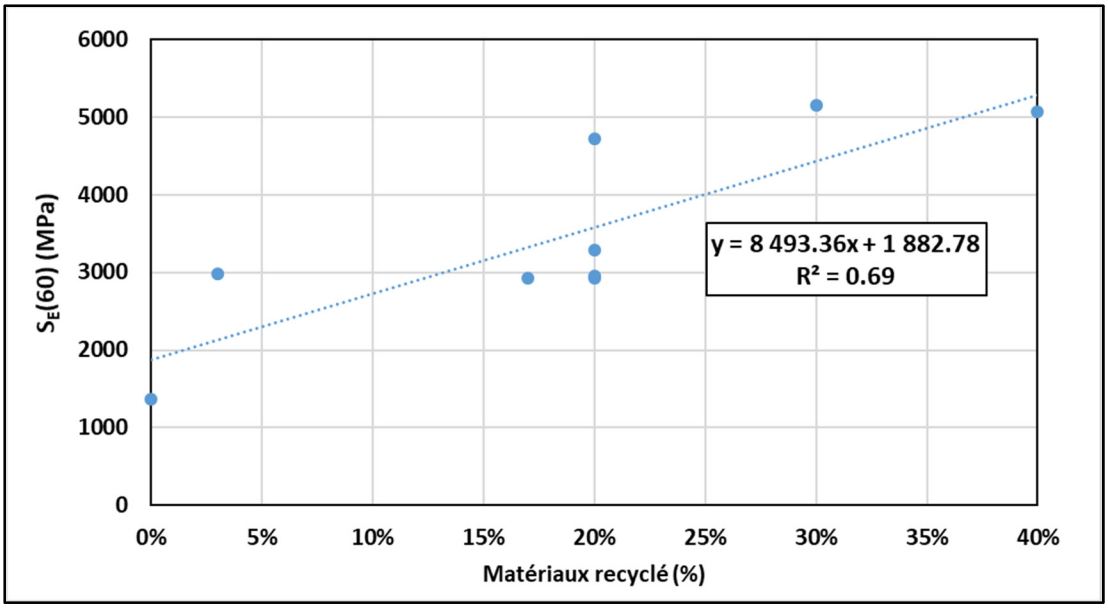


Figure 8-18 Relation entre la rigidité de fluage, calculée pour un temps de charge de 60 secondes ($S_E(60)$), et la variation de la teneur en matériaux recyclés dans l'enrobé ESG10

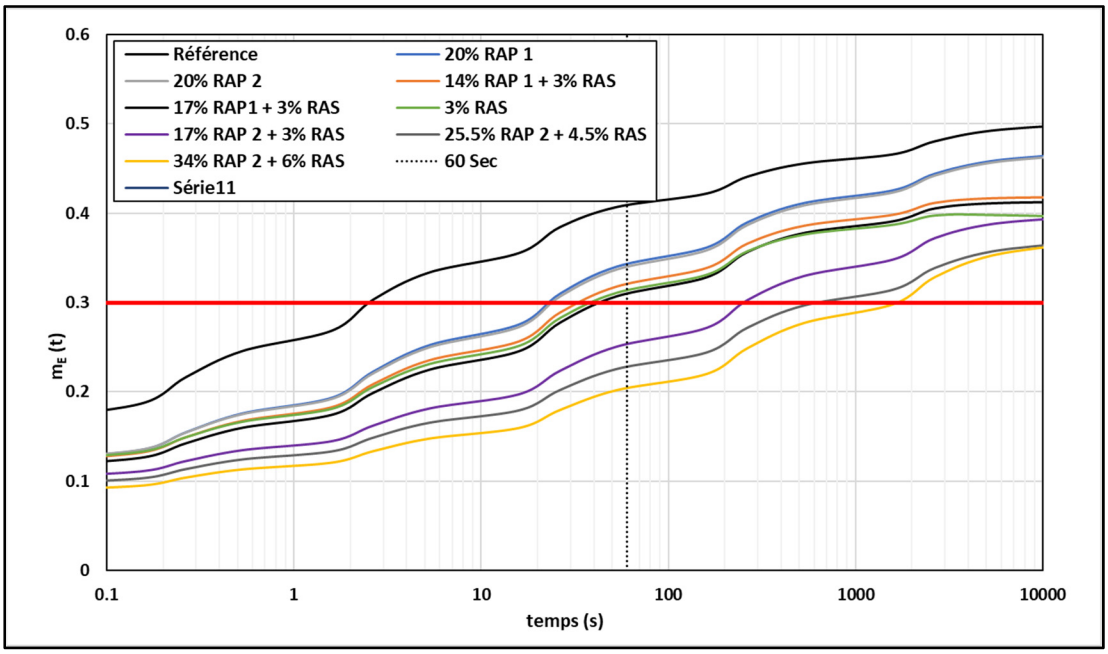


Figure 8-19 Courbes maitresses du taux de fluage ($m_E(t)$) en fonction du temps (T_{ref} : 0 °C)

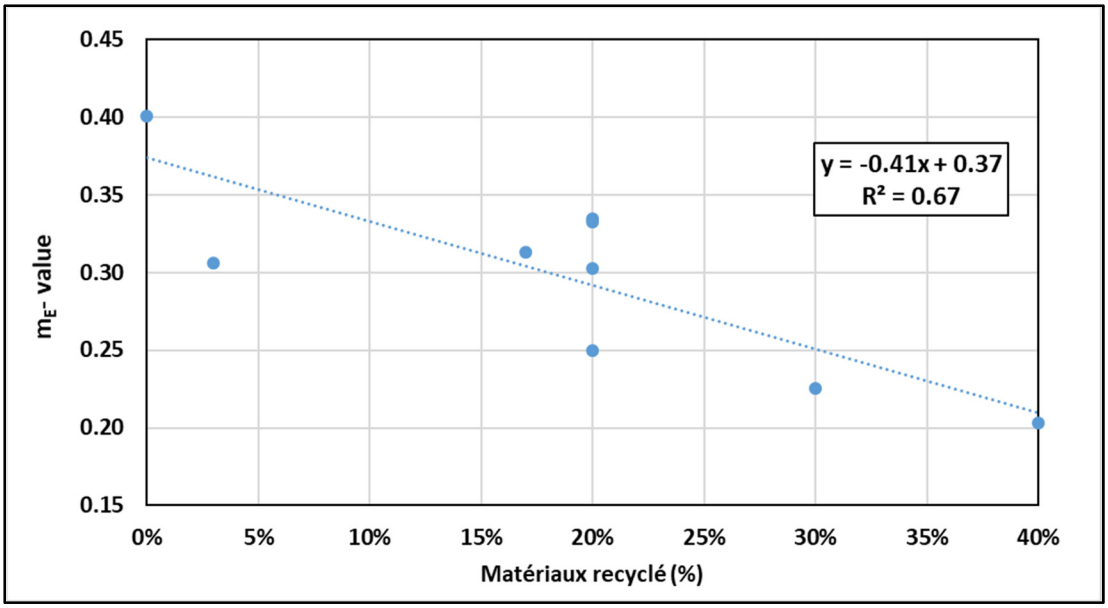


Figure 8-20 Variation de m_E-value en fonction du temps

8.3.3 Le retrait thermique empêché

Les essais de retrait thermique empêché ont été réalisés sur 7 formulations, soit :

- L'enrobé de référence
- L'enrobé avec 20% de RAP 1
- L'enrobé avec 3% de RAS
- L'enrobé contenant 17% GBR 1 + 3% RAS
- L'enrobé contenant 17% RAP 2 + 3% RAS
- L'enrobé contenant 25.5% RAP 2 + 4.5% RAS
- L'enrobé contenant 34% RAP 2 + 6% RAS

Deux répétitions ont été réalisées sur chaque mélange, mais en analysant les résultats, des essais ont été supprimés à cause de problèmes de répétabilité ou autre. Par exemple, le casque en aluminium qui casse pendant l'essai. Les résultats des essais de retrait thermique sont présentés dans le tableau 8-8 et les figures 8-21 et 8-22 .

En termes de contrainte de rupture, l'ajout de matériaux bitumineux recyclés n'a pas montré un effet significatif. Les enrobés testés ont été brisés à une contrainte moyenne de 4.21 MPa ± 10% (Figure 8-21).

En termes de température de rupture, la température la plus basse a été remarquée pour l'enrobé de référence, elle était de -35 °C ± 1°C. Ensuite, une augmentation linéaire de la température de rupture a été remarquée avec l'augmentation du taux de matériaux recyclés dans l'enrobé (Figure 8-22).

Globalement, l'ajout jusqu'à 20% de matériaux recyclés n'a pas induit une très grande variation de la résistance à la fissuration thermique, la température de rupture a augmenté de 1 °C à 3 °C. L'influence a été beaucoup plus marquée dans le cas d'utilisation de 30% et de 40% de matériaux recyclés. L'augmentation de la température de rupture a été respectivement de 8 °C à 10°C.

Concernant la température de transition vitreuse (Tg), l'effet de l'ajout des matériaux recyclés a été similaire à l'effet sur la température de rupture. La température la plus basse a été remarquée pour l'enrobé de référence (-28 °C). Puis, une augmentation a été notée en fonction de l'augmentation des matériaux recyclés. Il est très important de signaler que la température de transition de l'enrobé de référence a été moins élevée comparativement à la température de rupture des enrobés contenant 30% et 40% de matériaux recyclés.

En ce qui a trait à la pente qui caractérise la courbe d'évolution de la contrainte en fonction de la température sous le seuil (Tg), étrangement, la pente la plus raide a été remarquée pour l'enrobé de référence. Ensuite, elle s'adoucit en fonction de l'augmentation du taux massique de matériaux recyclés.

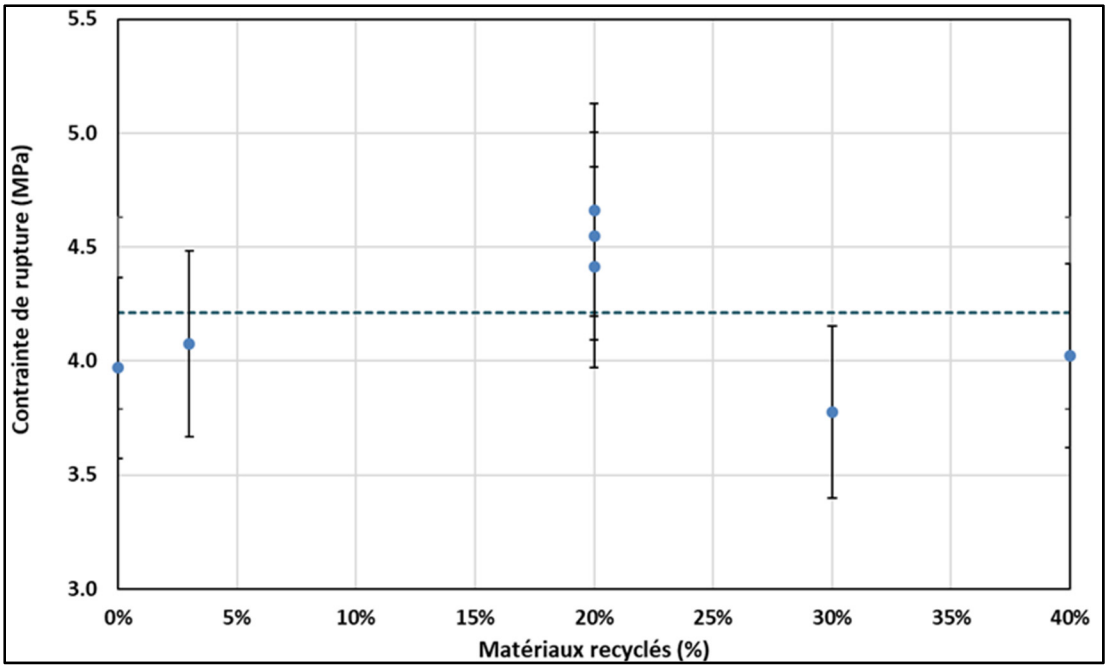


Figure 8-21 Contrainte de rupture en fonction de la teneur en matériaux recyclés

La figure 8-23 est une représentation en 3 dimensions de la variation de la température de rupture (Z) en fonction de la variation du taux d'utilisation de RAP (X) et de la variation du taux d'utilisation de RAS (Y). Une interpolation polynomiale a été utilisée pour relier les points expérimentaux. Le polynôme utilisé est de degré 1 selon l'équation (Eq.8.2) et il décrit les points expérimentaux de manière très satisfaisante avec un $R^2 = 0.91$, un écart type moyen de ± 1 °C et un RMSE = 1.013 °C. Le résultat de l'interpolation a été une surface de température de rupture pour n'importe quel taux massique d'utilisation de RAP compris entre [0% à 40] et n'importe quel taux massique d'utilisation de RAS compris entre [0% à 6].

$$Température\ de\ rupture = -36.24 + 11.17\ (\%\ \text{RAP}) + 107.80\ (\%\ \text{RAS}) \qquad (8.2)$$

Tableau 8-8 Résultats essais de retrait thermique empêché

	Référence	**20% RAP 1**	**3% RAS**	**17% RAP 1**	**17% RAP 2**	**25.5% RAP 2**	**34% RAP 2**

				+ 3% RAS	+ 3% RAS	+ 4.5% RAS	+ 6% RAS
Contrainte de rupture (MPa) ± 10%	3,97	4,41	4,07	4,66	4,55	3,78	4,02
Température de rupture (°C) ± 1	-35	-34	-33	-33	-32	-28	-25
Température de transition vitreuse (°C) ± 1	-28	-24	-23	-22	-22	-20	-13
dσ/dT (MPa/°C)	-0.26	-0.24	-0.23	-0.23	-0.23	-0.21	-0.18

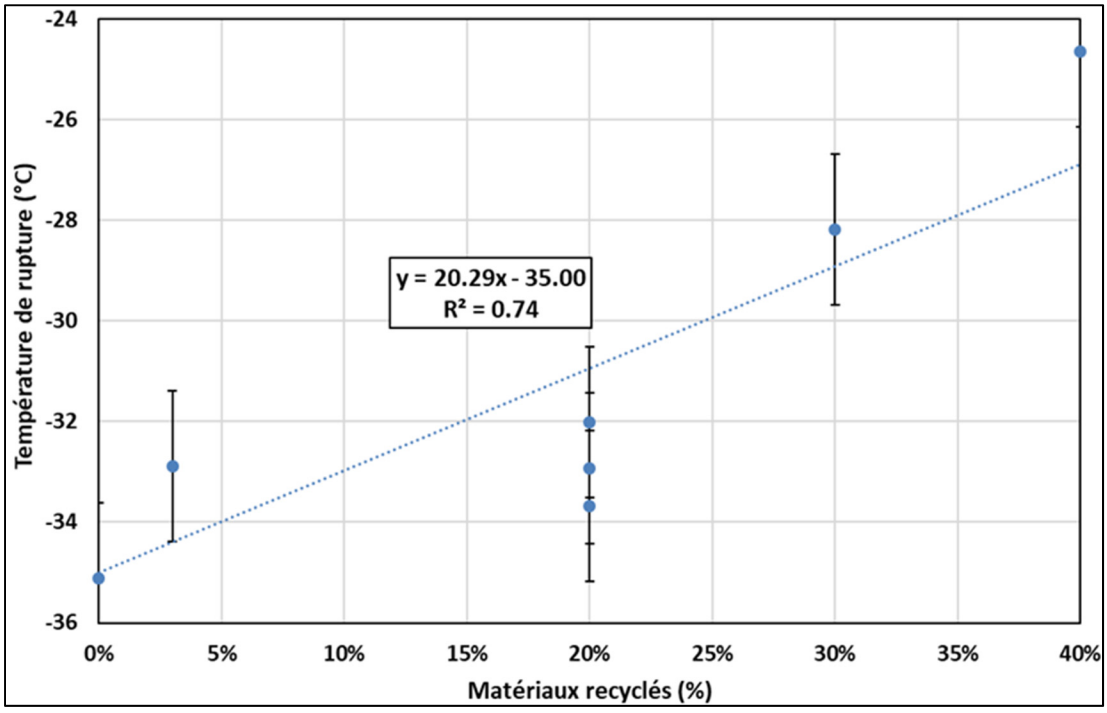


Figure 8-22 Température de rupture en fonction de la teneur en matériaux recyclés

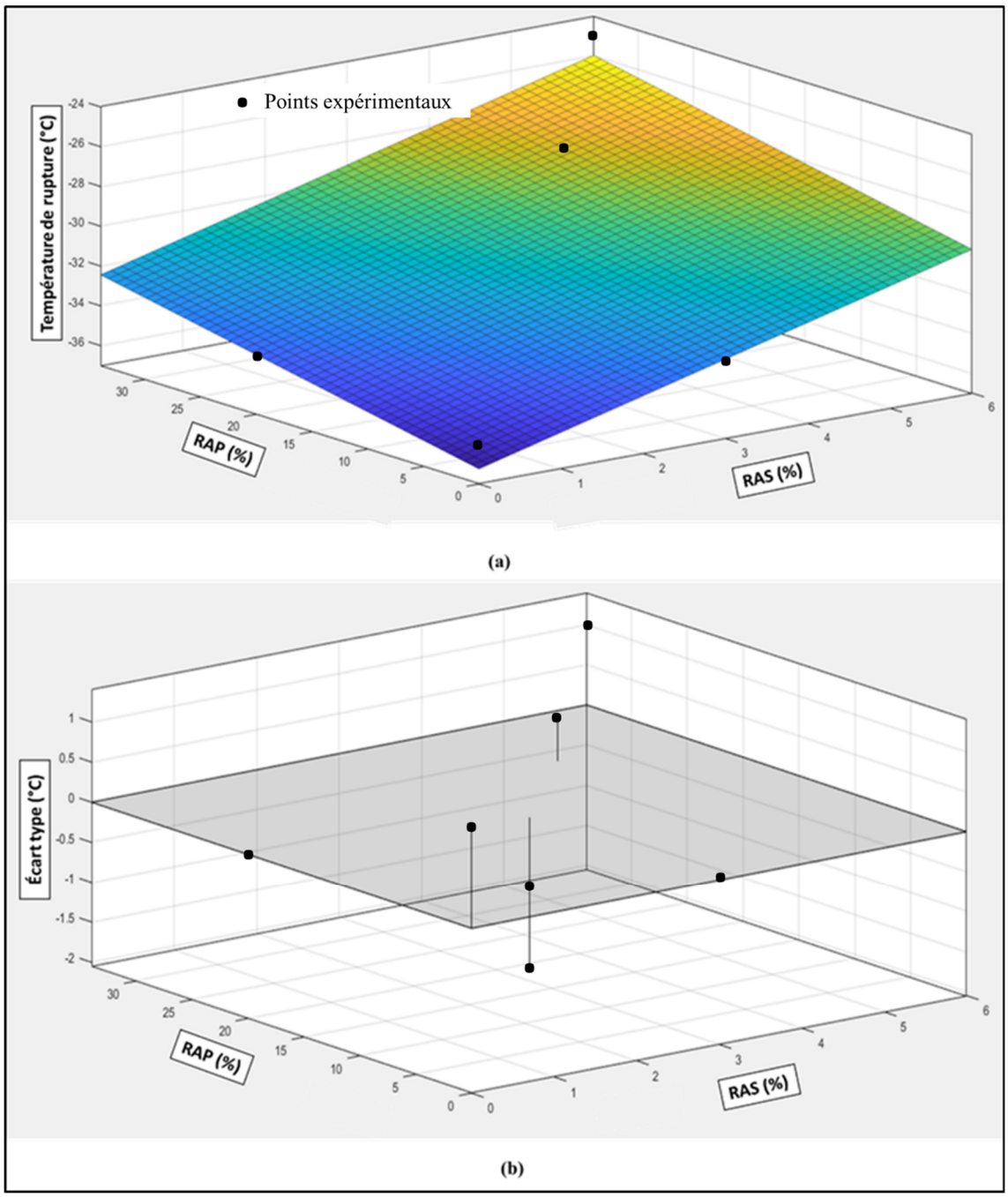


Figure 8-23 Température de rupture (Z) teneur en RAP (X) teneur en RAS (Y)

Enfin, les températures de rupture des enrobés obtenues par l'essai TSRST ont été tracées en fonction de la variation de la température pour laquelle le m_E-value est égale à 0.300. Cette

dernière valeur (0.300) a été choisie par analogie à ce qui se fait pour les bitumes (essai BBR, détermination de la température basse de caractérisation). L'objectif est de trouver les températures pour lesquelles les matériaux testés présentent un même taux de fluage. Pour leur détermination, le m_E-value a été d'abord calculé à plusieurs températures de référence selon la méthode présentée dans *cf.* 8.3.2. Ensuite la variation des m_E-values a été tracée en fonction de leurs températures correspondantes. Une relation linéaire a été vérifiée entre les deux ; elle a permis de déterminer la température de référence pour laquelle m_E-value = 0.300 par interpolation linéaire (Figure 8-24). Les résultats sont présentés au tableau 8-9

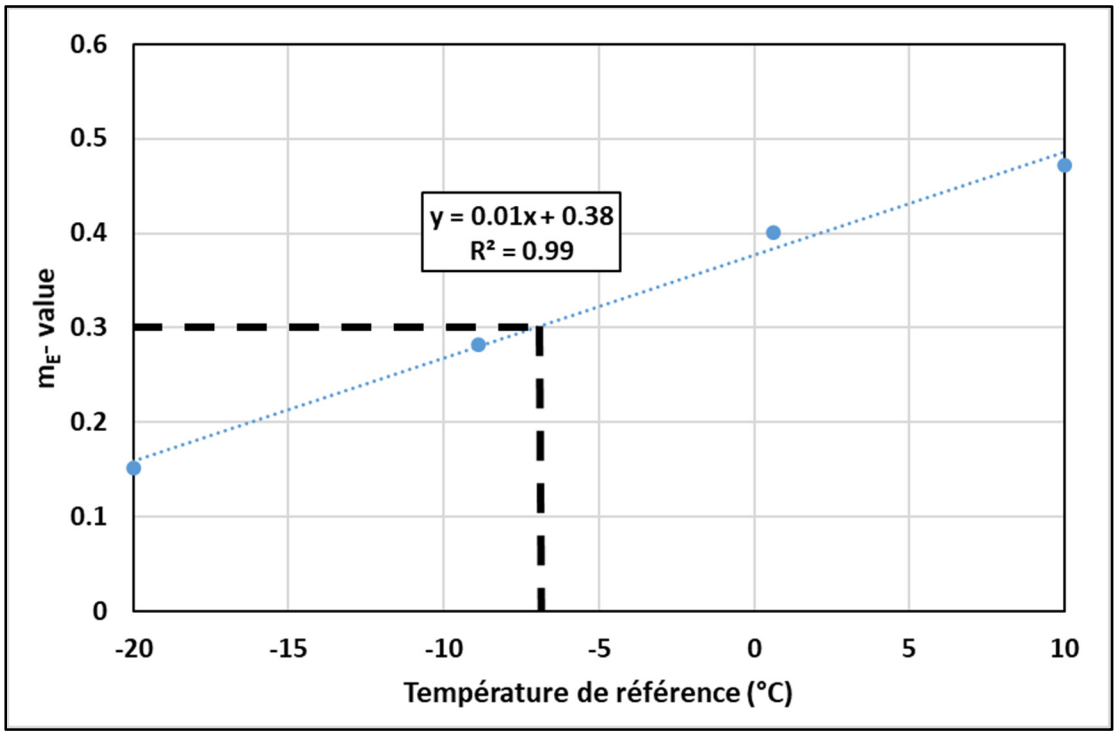


Figure 8-24 Détermination de la température pour laquelle m_E-value = 0.300 ; exemple de l'enrobé de référence.

Tableau 8-9 Variation de la température pour laquelle m_E-value = 0.300 en fonction de la température de rupture TSRST

	Référence	**20% RAP 1**	**3% RAS**	**17% RAP 1 + 3% RAS**	**17% RAP 2 + 3% RAS**	**25.5% RAP 2 + 4.5% RAS**	**34% RAP 2 + 6% RAS**
T rupture (°C) ± 1	-35	-34	-33	-33	-32	-28	-25
T m_E-value = 0.300 (°C)	-7.6	-1.3	0.4	-0.5	1.5	7.0	9.6

Une augmentation suivant une loi linéaire a été remarquée entre les deux avec un très bon coefficient de corrélation (R = 0.95) et un très coefficient de régression (R^2 = 0.90) (Figure 8-25). Rappelons que les résultats de m_E-value ont été calculés dans un premier temps, grâce au passage du module complexe au module de fluage (*cf.* 8.3.2). La corrélation proposée peut permettre de déduire la température de rupture au TSRST directement des résultats du module complexe en passant par le module de fluage et en calculant le m_E-value. Cependant, cette méthode doit être validé sur d'autres enrobés.

Même si le m_E-value est obtenu à partir d'un essai réalisé en petites déformations, il reste un bon indicateur du développement des contraintes thermiques au sein de l'enrobé. Une valeur élevée correspond à un taux de relaxation plus élevé et par conséquent un développement plus lent des contraintes thermiques en fonction de la température. De plus, l'essai TSRST est réalisé dans un domaine de températures proche de la température de transition vitreuse du matériau (domaine fragile) donc, il est possible de considérer que peu de déformations plastiques se produisent avant la rupture.

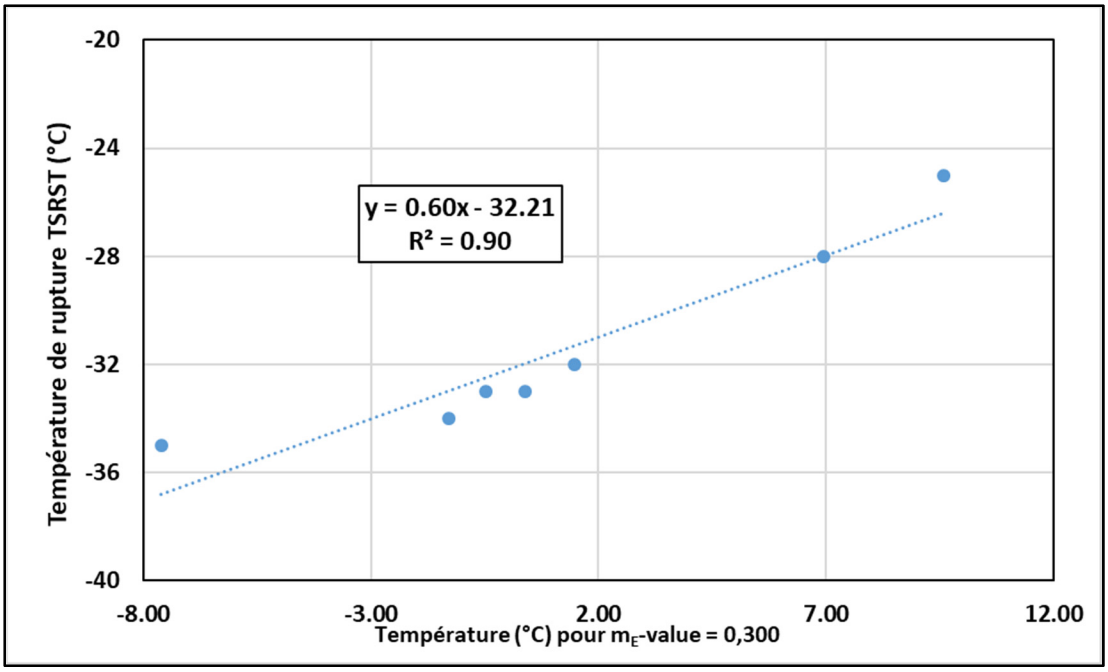


Figure 8-25 Corrélation entre la température de rupture TSRST et le m_E-value

8.4 Conclusion

Ce chapitre a traité l'effet de l'ajout des RAP et RAS sur le comportement thermomécanique à l'échelle des enrobés. D'abord, une étape de validation des formules a été réalisée selon les niveaux 1 et 2 proposés par le MTQ. Les formulations proposées ont toutes répondu aux exigences fixées par la norme de Québec LC 4202. Dans un 2ème temps, leur compactibilité a été vérifiée via la PCG et en appliquant indices de compactibilité proposés dans le chapitre *cf.* CHAPITRE 7. Les résultats ont montré que les enrobés avec matériaux recyclés ont présenté une même aptitude au compactage compte tenu des températures élevées de fabrication. Par la suite, le comportement thermomécanique a été étudié par des essais de module complexe, de module de fluage et par l'essai du retrait thermique empêché. En termes de modules, l'ajout de matériaux recyclés conduit à un comportement quasi identique des enrobés avec matériaux recyclés par rapport à l'enrobé de référence, mais à une température plus élevée. Cela conduit à une augmentation de la rigidité, mais également à une perte de la capacité de relaxation, manifestée par une augmentation du module complexe ($|E^*|$ (ω)) et du module de rigidité S_E

(t) et une diminution du taux de fluage et de m_E-value pour une température fixe. Finalement, l'essai de retrait thermique empêché a permis d'évaluer l'influence des recyclés sur la température de rupture. Une augmentation de celle-ci a été remarquée proportionnellement avec la teneur en matériaux recyclés. Les résultats montrent que dans le cas de l'utilisation combinée de RAP et RAS la température de rupture varie suivant une surface qui dépend proportionnellement de la teneur en RAP et RAS. De plus, la température de rupture a été corrélée avec la température pour m_E-value égale à 0,300. Cela peut permettre de prédire la température de rupture TSRST directement à partir des résultats de module complexe à condition de valider le modèle proposé sur d'autres formules d'enrobés.

CONCLUSION

Pour répondre à une démarche de développement durable associant des aspects économiques, techniques et environnementaux, l'utilisation des matériaux recyclés dans le domaine des routes et notamment des chaussées bitumineuses est devenue une pratique courante. Les granulats bitumineux recyclés issus d'anciennes chaussées (RAP) sont parmi les matériaux les plus utilisés au Québec comme dans le monde entier. La norme LC 4202 du ministère du transport du Québec permet de recycler jusqu'à 20% de ces matériaux en combinaison avec des granulats et du bitume neuf. De plus, la norme admet que la totalité du bitume inclus dans les RAP est mobilisable, c'est-à-dire que l'utilisation de 20% de RAP contenant environ 5% de bitume (en masse) permet une réduction d'environ 1% en bitume d'apport. Cette dernière décennie, l'utilisation de bardeaux d'asphalte de post-consommation (RAS) prend de plus en plus d'envergure, et ce particulièrement en Amérique du nord. Ces matériaux destinés à l'origine à l'étanchéité des toitures sont maintenant davantage recyclés et combinés à des matériaux neufs pour la construction des chaussées bitumineuses. Le taux de recyclage des RAS dans les formulations d'enrobé reste très faible, et ce principalement en raison de leur granulométrie fine et de la nature différente de leur bitume, plus dur que les bitumes routiers. Au Québec, la norme autorise un recyclage de RAS jusqu'à 3% (en masse) en couche de surface avec un pourcentage de mobilisation de 25%. Par ailleurs, ce contexte normatif permet d'utiliser jusqu'à 20% au total d'une combinaison de matériaux recyclés RAP et RAS. Ceci permet d'atteindre un gain économique et environnemental, à condition de répondre à des enjeux techniques. Le but est de garantir un enrobé avec matériaux recyclés ayant des performances identiques, voire meilleures, qu'un enrobé sans matériaux recyclés.

L'objectif principal de cette thèse était d'établir et de comprendre les effets de l'addition combinée de RAP et RAS, complétée d'un squelette granulaire et d'un bitume neuf, sur le comportement thermomécanique des enrobés. Pour cela un travail tant expérimental que de modélisation a été mené à différentes échelles (bitumes/mastics et enrobés) et avec des outils variés et complémentaires.

La recherche bibliographique a permis d'identifier les principaux axes d'étude, les objectifs spécifiques, les problématiques et les outils d'analyse :

- Il a d'abord été nécessaire de vérifier le degré de bitume mobilisable des matériaux recyclés. La problématique par rapport à ce sujet réside dans l'outil et la méthode de caractérisation. Si de nombreuses études font état de ce questionnement (notion de « black rock »), les méthodes les plus pertinentes développées dans la littérature présentent des faiblesses et sont spécifiques et encore très peu utilisées. Nous pouvons citer par exemple, les méthodes chimiques telles que la chromatographie par perméation sur gel, ou la microscopie électronique à balayage.
- Ensuite, et toujours à l'échelle du liant, l'interaction entre le bitume neuf et les bitumes recyclés (issu du RAP et/ou du RAS) a été étudiée. L'enjeu était de prédire le comportement et les caractéristiques du matériau final en connaissant le comportement et les caractéristiques de ces constituants de base. Plusieurs lois décrivant le mélange existent dans la littérature. Des lois linéaires ou logarithmiques de proportionnalité massique, appliquées depuis longtemps par les pétroliers pour leurs mélanges de bitumes (Shell Bitume), ont été étendues au technique de recyclage en Europe pour la prédiction des caractéristiques conventionnelles. D'autres auteurs proposent des lois similaires pour prédire d'autres paramètres tels que ceux de la modélisation. Le défi était alors de généraliser, d'unifier et de valider ces lois, sur le mélange des trois liants, pour décrire l'évolution de toutes les caractéristiques et de tous les paramètres : conventionnels, physico-chimiques, rhéologiques et de modélisation.
- À l'échelle de l'enrobé, après une étape de formulation, l'influence de l'ajout d'un combiné de RAP et RAS sur le comportement thermomécanique des enrobés a été analysée. La littérature met l'accent sur le comportement à basses températures, compte tenu de l'état de vieillissement des liants issus des recyclés. Classiquement à ces températures (domaine fragile), l'essai de retrait thermique empêché est utilisé pour la caractérisation. Cependant, ces résultats ne sont pas intégrables dans les logiciels de dimensionnement de chaussées mécanistiques-empiriques. La variante proposée dans la littérature est le module de fluage. L'essai de traction indirecte est proposé par la

norme AASHTO pour sa caractérisation. Néanmoins, outre l'absence de seuils, cette méthode ne semble pas représentative de ce qui se passe sur la chaussée (en termes de mode de compactage et axe de carottage vis-à-vis des sollicitations réelles). Hormis la caractérisation de la limite viscoélastique via d'autres essais, et contrairement à l'essai de retrait thermique empêché, les résultats du module de fluage ne donnent aucune information concernant la contrainte de rupture ou la température de rupture. En termes de caractéristiques de mise en œuvre, une large revue de la littérature a été réalisée. Elle a ciblé les approches pertinentes afin de les appliquer dans notre étude.

- Finalement, pour le travail multi-échelle, les modèles rhéologiques tels que le 2S2P1D et la transformation de passage de l'échelle du liant vers celle de l'enrobé (SHStS) ont été identifiés comme des outils d'analyses pertinents pour notre étude.

Suite à la revue de la littérature, un plan de travail a été établi afin de répondre aux objectifs fixés et aux problématiques qu'ils soulevaient. Il comporte principalement deux échelles d'étude, celle du liant (décliné en bitume et mastic) et celle de l'enrobé, puis associe une large composante expérimentale, à une composante de modélisation.

Premièrement, cette approche multi échelle a permis, de proposer la détermination du degré de mobilisation par une approche thermomécanique originale. Pour cela, nous avons comparé des résultats expérimentaux à l'échelle d'une part des liants et d'autres part d'enrobés par le biais d'outils de passage (SHStS). Plusieurs mélanges entre le bitume neuf et les bitumes recyclés ont été fabriqués (avec des proportions variables de mélanges de liants issus de RAP, RAS et neuf, basées sur les degrés de mobilisation hypothétique), et leur comportement mécanique a été caractérisé. Parallèlement, des essais de module complexe sur deux enrobés contenant respectivement 20% et 3 % (en masse) de RAP et RAS ont été réalisés. La transformation de passage SHStS est utilisée pour aller du comportement du liant au comportement de l'enrobé. Puis, une comparaison statistique a été faite entre les résultats prédits et les résultats expérimentaux. La caractérisation du liant de RAS très dur (tant à l'échelle bitume que mastic) n'a pas été réalisable par DSR et des essais physico-chimiques ont mis en évidence le caractère très oxydé du matériau. Le travail expérimental à cette échelle a ainsi confirmé la difficulté

pratique à mélanger ce bitume avec les autres bitumes. La comparaison des résultats expérimentaux et prédits à l'échelle enrobé ont permis de chiffrer cette remobilisation. Elle a ainsi confirmé l'hypothèse de la norme LC 4202, à savoir une remobilisation à 100% du liant de RAP pour un taux de recyclage de 20% : le comportement mécanique prédit sur enrobé à partir des résultats expérimentaux sur bitume contenant 20% (en masse) de bitume RAP a été bien superposé avec les résultats expérimentaux de l'enrobé contenant 20% (en masse) de RAP. Par contre, sur la seule base de nos travaux et en adoptant la même démarche, le degré de mobilisation du liant de RAS pour un taux de recyclage de 3% a été estimé plus élevé que celui avancé par la norme LC 4202 (25% de remobilisé pour 50% de prédictif).

Deuxièmement, à l'échelle du bitume, nous avons proposé deux lois de mélange permettant de prédire les caractéristiques conventionnelles, physico-chimique, rhéologiques et les paramètres de modélisation. La première est une loi log-log proportionnelle au taux massique de bitume recyclé, et qui permet de prédire les caractéristiques et paramètres dépendant de la température. La seconde est proportionnelle linéaire, et est utilisée pour prédire les caractéristiques et paramètres non dépendants de la température. Leur validation a été réalisée grâce à une compagne expérimentale sur des mélanges de bitume contenant jusqu'à 40% de bitumes recyclés (RAP B et/ou RAS B). Les deux lois de mélange proposées ont décrit les points expérimentaux de manière très satisfaisante, et ce quels que soient les caractéristiques et les paramètres étudiés : pénétrabilité, température de ramollissement, indices carbonyles, modules, angles de phase, etc. Nous avons validé nos résultats aux échelles bitume et mastic. Sans essais supplémentaires, ces lois permettent ainsi de prédire les caractéristiques de tous les mélanges de liant à partir des caractéristiques expérimentales des matériaux initiaux. Il convient cependant d'être prudent pour des taux de RAS trop élevés compte tenu de la mobilisation partielle du matériau lié à sa dureté extrême (limité à 3% de RAS soit 6% de liant RAS dans cette étude).

Troisièmement, à l'échelle des enrobés et principalement pour la caractérisation aux basses températures, le travail s'est articulé en deux parties, une expérimentale et une modélisation. Durant la première partie, en plus des essais de module complexe, nous avons comparé trois

configurations d'essai de fluage : traction directe, compression directe et traction indirecte. La deuxième partie avait pour but de prédire les résultats de l'essai de fluage directement à partir des résultats du module complexe. Nous avons proposé deux méthodes de prédiction, et nous avons tracé leurs résultats comparativement aux résultats expérimentaux. Parallèlement, nous avons réalisé des essais de retrait thermique empêché afin d'établir des corrélations entre les résultats de l'essai de fluage et l'essai de retrait thermique empêché. Les résultats ont montré qu'il est possible de prédire le module de fluage D(t), en configuration traction directe ou compression directe, directement des résultats du module complexe E*(ω). De plus et par analogie à ce qui se fait sur les bitumes, nous avons calculé la rigidité au fluage en traction compression $S_E(t)$ et le taux de fluage $m_E(t)$. Les résultats ont montré une bonne corrélation entre la température de rupture établie par l'essai de retrait thermique empêché et la température pour laquelle le m_E-value des enrobés est égale à 0.300. Ainsi, nous obtenons une bonne caractérisation (aux températures de service et aux basses températures) en ayant seulement recours aux résultats d'essai de module complexe qui peuvent être prédits à partir des résultats rhéologiques de leur bitume correspondant.

Finalement, nous avons étudié l'influence des matériaux recyclés sur le comportement thermomécanique des enrobés, et nous avons validé les performances aux températures de mise en œuvre et aux températures de service. Des outils classiques ont été utilisés pour cette caractérisation mais une exploitation critique de certains résultats est proposée en appliquant d'une part les critères retenus classiquement dans les normes et d'autre part ceux proposés dans la littérature. Sur nos enrobés recyclés, les résultats ont montré que la compactibilité n'a pas été affectée par l'ajout des RAP et/ou RAS. Nous avons constaté un comportement similaire vis-à-vis de l'essai à la presse à cisaillement giratoire. En termes de performances mécaniques, une augmentation du module complexe (|E*| (ω)) et du module de rigidité $S_E(t)$ et une diminution du taux de fluage ont été notés. Ceci conduit à une amélioration de la résistance à l'orniérage et une perte de la résistance à la fissuration thermique à basses températures. De plus, les résultats de tenue à l'eau ont présenté une perte de stabilité conservée, qui peut mener à des risques d'arrachement. Néanmoins, dans les proportions fixées par le MTQ par rapport

au taux d'utilisation de RAP et RAS l'influence sur les performances mécaniques n'a pas été importante.

RECOMMANDATIONS

L'objectif principal de cette étude était d'établir les effets de l'ajout d'un combiné constitué de granulats bitumineux recyclés (RAP) et de bardeaux d'asphalte de post-consommation (RAS) sur le comportement thermomécanique des enrobés. Les objectifs spécifiques ont été d'étudié le degré de mobilisation du bitume des matériaux recyclés, l'interaction entre le bitume neuf et les bitumes vieillis, le comportement des enrobés aux températures de mise en œuvre, la caractérisation des enrobés aux basses températures et l'influence des matériaux recyclés sur les performances mécaniques. Basées sur les résultats de cette recherche, les recommandations suivantes sont proposées :

- Fixer les taux d'utilisation de RAP et/ ou de RAS en termes de RBR et non pas en termes de quantité massique de ces matériaux. En se basant sur les lois de mélange proposées à l'échelle des liants, il est possible de fixer un RBR en fonction de caractéristiques visées. Cette approche peut permettre de recycler davantage ou du moins d'optimiser le taux de recyclage tout en respectant les performances ciblées.
- Prêter une attention particulière concernant la teneur en fine passant 80µm des matériaux recyclés. Les résultats de cette étude ont montré que la rigidification remarquée dans le cas des enrobés avec RAS s'explique principalement par la teneur très élevée en fine des RAS.
- Caractériser les matériaux recyclés en termes de granulométrie, de teneur en liant et de caractéristiques rhéologiques du liant.
- Reconsidérer le degré de mobilisation des RAS. D'après nos résultats, et avec le RAS utilisé, le degré de mobilisation testé est supérieur au 25% proposé par la norme du MTQ. Cela semble être avantageux dans une perspective économique. Cependant, cela signifie aussi plus de bitume oxydé dans l'enrobé, ce qui peut nuire de manière significative aux performances de l'enrobé, notamment à basse température et spécialement après vieillissement.
- Les conclusions établies dans cette étude ont été tirés d'essais et analyses réalisés sur des enrobés au jeune âge, il est très intéressant de dupliquer l'étude après vieillissement pour s'assurer d'une bonne durabilité des matériaux recyclés.

- Le travail à l'échelle du liant du RAS extrait a montré qu'il était particulièrement dur. L'utilisation de régénérant pourrait s'avérer efficace pour mieux remobiliser ce liant.
- L'utilisation des résultats de module complexe sur enrobés pour caractériser les performances aux basses températures semble être une méthode prometteuse. Cependant, il faut valider et améliorer les résultats et les corrélations faites en réalisant plus d'essais et en variant les paramètres de formulation (bitume, granulat, type d'enrobé).
- La méthode de caractérisation de la tenue à l'eau proposée par le MTQ ne permet pas de visualiser l'effet qu'on peut avoir sur le module complexe et elle ne permet pas d'évaluer l'effet du gel-dégel par exemple. On propose d'évaluer la sensibilité à l'eau en réalisant des essais de module complexe sur des échantillons secs et des échantillons humides ou saturés qui ont subi des cycles de gel-dégel.

ANNEXE I

CARACTÉRISATION DES BITUMES DE BASE

1. Caractérisation du bitume vierge PG 58-34

Tableau I-A Cisaillement dynamique sur bitume d'origine (AASHTO T315)

T (°C)	Ø (mm)	% déf.	G* (kPa)	δ (°)	G*/sin δ (kPa)
52	25	12.02	1.443	75.07	1.493
58	25	12.04	0.755	76.79	0.775
Température pour G*/sin δ = 1.0 kPa					55.7

Tableau I-B Cisaillement dynamique sur bitume vieilli au RTFOT (AASHTO T 315)

T (°C)	Ø (mm)	% déf.	G* (kPa)	δ (°)	G*/sin δ (kPa)
58	25	9.94	2.164	71.27	2.285
64	25	10	1.904	73.51	1.986
Température pour G*/sin δ = 2.2 kPa					59.6

Tableau I-C Flexion de poutre sur bitume vieilli au RTFOT et PAV (AASHTO T 313)

T (°C)	**s(60) (MPa)**	**m (60)**	**T (°C)**	**s(60) (MPa)**	**m (60)**
-24	172	0.306	**-30**	391	0.252
-24	198	0.305	**-30**	383	0.265
Moyenne	185	0.306	**Moyenne**	387	0.259
Température pour m(60) = 0,300 :	-24.7			**Tb**	
Température pour s(60) = 300 mPa :	-27.9			**-34.7**	

Tableau I-D Essai de pénétrabilité EN 1426

	Essai 1 (1/10 mm)	**Essai 2 (1/10 mm)**	**Essai 3 (1/10 mm)**	**Moyenne (1/10 mm)**
PG 58 - 34	150	153	153	153 ± 2
PG 58 – 34 (RTFOT)	74	75	74	74 ± 2

Tableau I-E Essai de pénétrabilité EN 1427

	Essai 1 (° C)	**Essai 2 (° C)**	**Moyenne (° C)**
PG 58 - 34	43	43	43 ± 0.1

Tableau I-F Température de transition vitreuse par l'essai DSC

	Essai 1 (° C)	**Essai 2 (° C)**	**Essai 3 (° C)**	**Moyenne (° C)**
PG 58 – 34 (Classique)	-34.3	-34.2	-34.1	-34.2 ± 0.1
PG 58 – 34 (Modulé)	-31.1	-31.3	-31.9	-31.4 ± 0.3
Teneur en asphaltènes	13.2 %			

Tableau I-G Essais Complémentaires

Point d'éclair (°C)	ASTM D 92	255
Recouvrance d'élasticité (%), à 10 °C	LC 25-005	55.0
Densité	ASTM D70-9e1	1.013
Perte en masse au RTFOT (%)	AASHTO T 240	-0.17
Viscosité Brookfield (Pa*s), à 135 °C	AASHTO T 316	0.360
Viscosité Brookfield (Pa*s), à 165 °C	AASHTO T 316	0.112
Teneur en cendre (%)	LC 25-008	0.76

2. Caractérisation du bitume RAP

Tableau I-H Essai de pénétrabilité EN 1426

	Essai 1 (1/10 mm)	**Essai 2 (1/10 mm)**	**Essai 3 (1/10 mm)**	**Moyenne (1/10 mm)**
RAP_B	13	13	13	13 ± /

Tableau I-I Essai de pénétrabilité EN 1427

	Essai 1 (° C)	**Essai 2 (° C)**	**Moyenne (° C)**
RAP_B	80	80	80 ± 0.1

Tableau I-J Température de transition vitreuse par l'essai DSC

	Essai 1 (° C)	**Essai 2 (° C)**	**Essai 3 (° C)**	**Moyenne (° C)**
RAP_B (Classique)	-20.0	N.D	N.D	-20.0
RAP_B (Modulé)	-19.5	-22.2	-22.1	-21.3 ± 1.2

N.D = Non disponible

3. Caractérisation du bitume RAS

Tableau I-K Essai de pénétrabilité EN 1426

	Essai 1 (1/10 mm)	**Essai 2 (1/10 mm)**	**Essai 3 (1/10 mm)**	**Moyenne (1/10 mm)**
RAS_B	2	2	N.D	2 ± /

Tableau I-L Essai de pénétrabilité EN 1427

	Essai 1 (° C)	**Essai 2 (° C)**	**Moyenne (° C)**
RAS_B	135	135	135 ± 0.1

Tableau I-M Température de transition vitreuse par l'essai DSC

	Essai 1 (° C)	**Essai 2 (° C)**	**Essai 3 (° C)**	**Moyenne (° C)**
RAS_B (Classique)	-42.7	-40.8	-42.1	-41.9 ± 0.8
RAS_B (Modulé)	-31.5	-35.1	-32.5	-33.0 ± 1.5
Teneur en asphaltènes	37.6 %			

Tableau I-N Teneur en fine du bitume RAS par l'essai au four à ignition (2 heures à 800 °C)

	Masse échantillon (g)	**Masse après four à ignition (g)**	**Teneur en fines (%)**
Essai 1	4.619	0.478	10.3
Essai 2	5.243	0.734	14.0

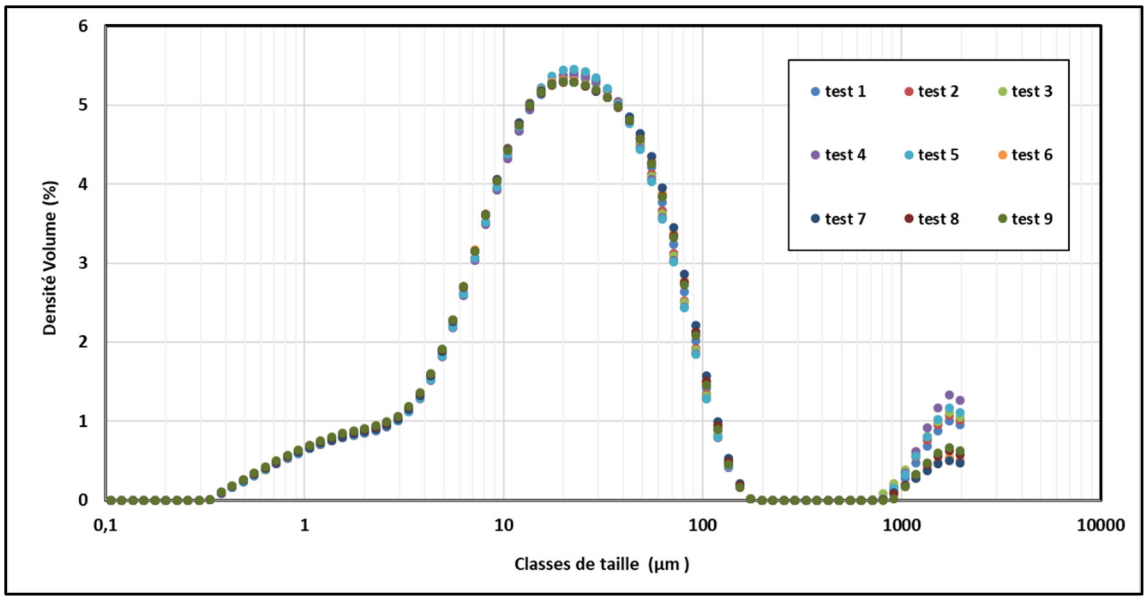


Figure I-A Analyse granulométrique laser sur résidus RAS après four à ignition et passant au tamis 80 µm

ANNEXE II

BORNES DE CALCULES DES INDICES DE VIEILLISSEMENT

Tableau II-A Bornes de calculs des indices de vieillissement

Bitumes	**C=O (cm^{-1})**	**S=O (cm^{-1})**	**Référence (cm^{-1})**
PG 58 – 34 (VB)	1685.08 – 1718.40	985.67 – 1049.22	1175.50 – 1525.39
PG 58 – 34 (RTFOT)	1685.08 – 1718.40	985.67 – 1049.22	1175.50 – 1525.39
RAP_B	1670.30 – 1729.43	974.95 – 1071.86	1169.59 – 1529.24
RAS_B	1640.50 – 1729.20	978.75 – 1073.65	1172.61 – 1526.18
VB + 15% RAP_B	1675.12 – 1721.93	983.52 – 1070.17	1176.33 – 1523.50
VB + 20% RAP_B	1669.28 – 1726.81	981.03 – 1035.08	1191.19 – 1522.88
VB + 30% RAP_B	1662.63 – 1725.80	978.23 – 1068.71	1196.45 – 1527.25
VB + 40% RAP_B	1673.24 – 1732.77	977.47 – 1068.57	1166.00 – 1524.33
VB + 3% RAS_B	1686.11 – 1721.58	986.48 – 1051.32	1175.90 – 1525.40
VB + 4.5% RAS_B	1685.01 – 1723.45	985.04 – 1047.18	1175.75 – 1521.96
VB + 6% RAS_B	1680.42 – 1723.37	984.68 – 1051.38	1175.92 – 1523.04
VB + 13.5% RAP_B + 1.5% RAS_B	1682.86 – 1718.69	981.87 – 1067.45	1190.69 – 1520.56
VB + 17% RAP_B + 3 % RAS_B	1674.91 – 1762.93	981.89 – 1053.90	1291.18 – 1525.88
VB + 25.5% RAP_B + 4.5% RAS_B	1664.08 – 1762.95	980.67 – 1053.26	1191.63 – 1528.31
VB + 20% RAP_B + 5% RAS_B	1674.67 – 1728.14	980.05 – 1055.20	1267.84 – 1521.83
VB + 34% RAP_B + 6% RAS_B	1669.86 – 1729.33	979.22 – 1056.25	1192.45 – 1524.25

ANNEXE III

MODULES NORMALISÉS MASTICS VS BITUMES CORRESPONDANTS

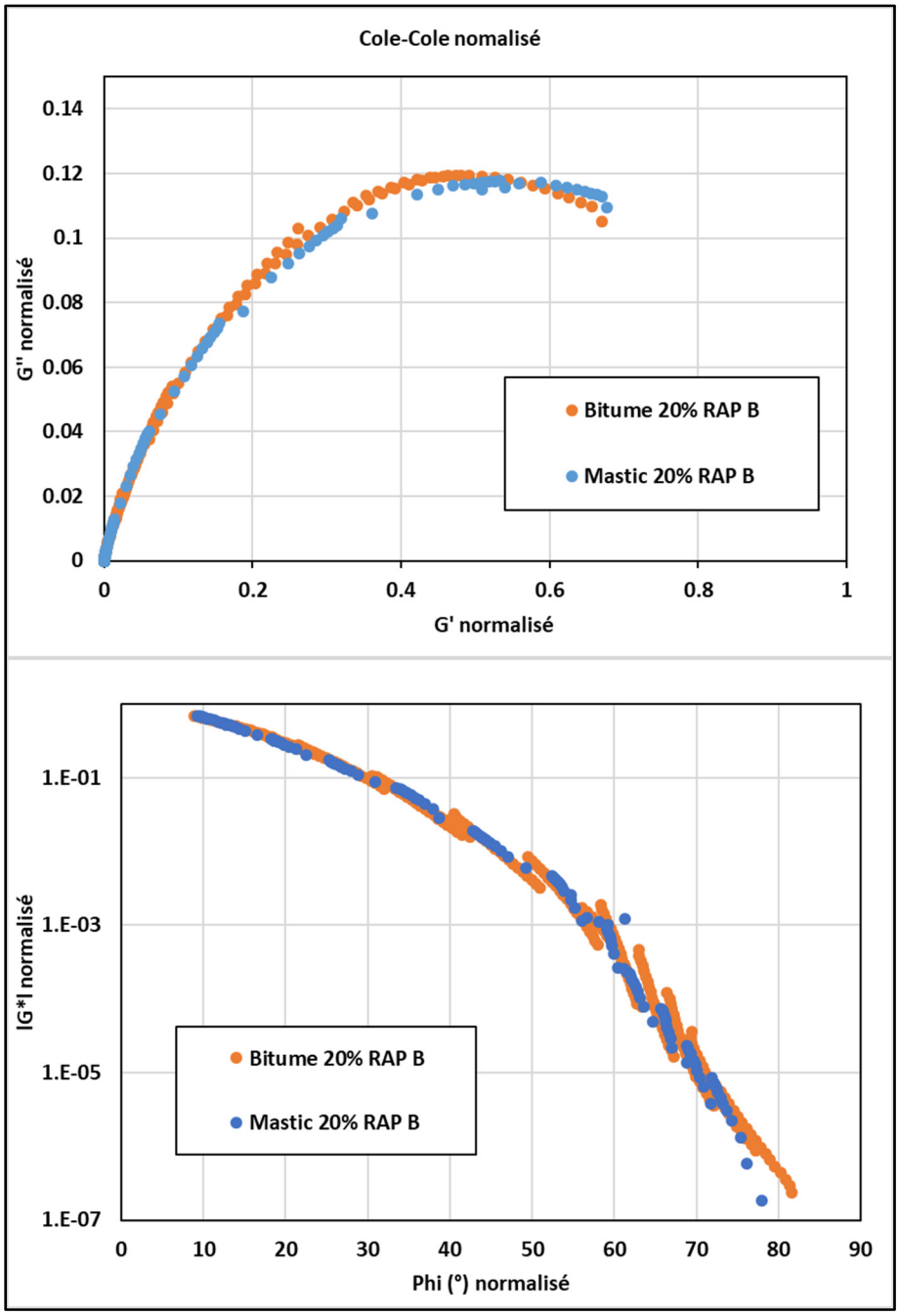


Figure III-A Modules normalisés bitumes 20% RAP_B
vs mastic correspondant

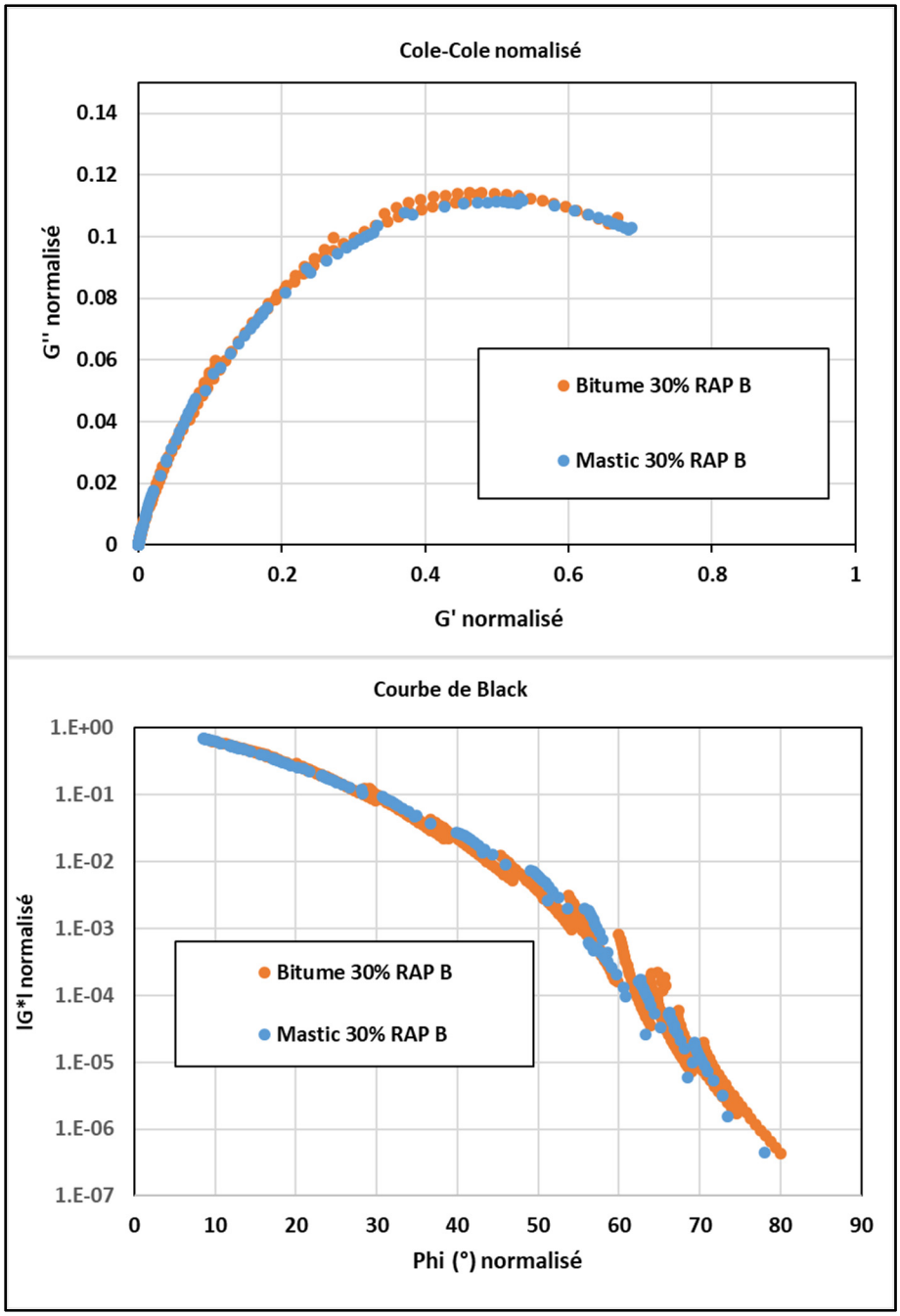


Figure III-B Modules normalisés bitumes 30% RAP_B
vs mastic correspondant

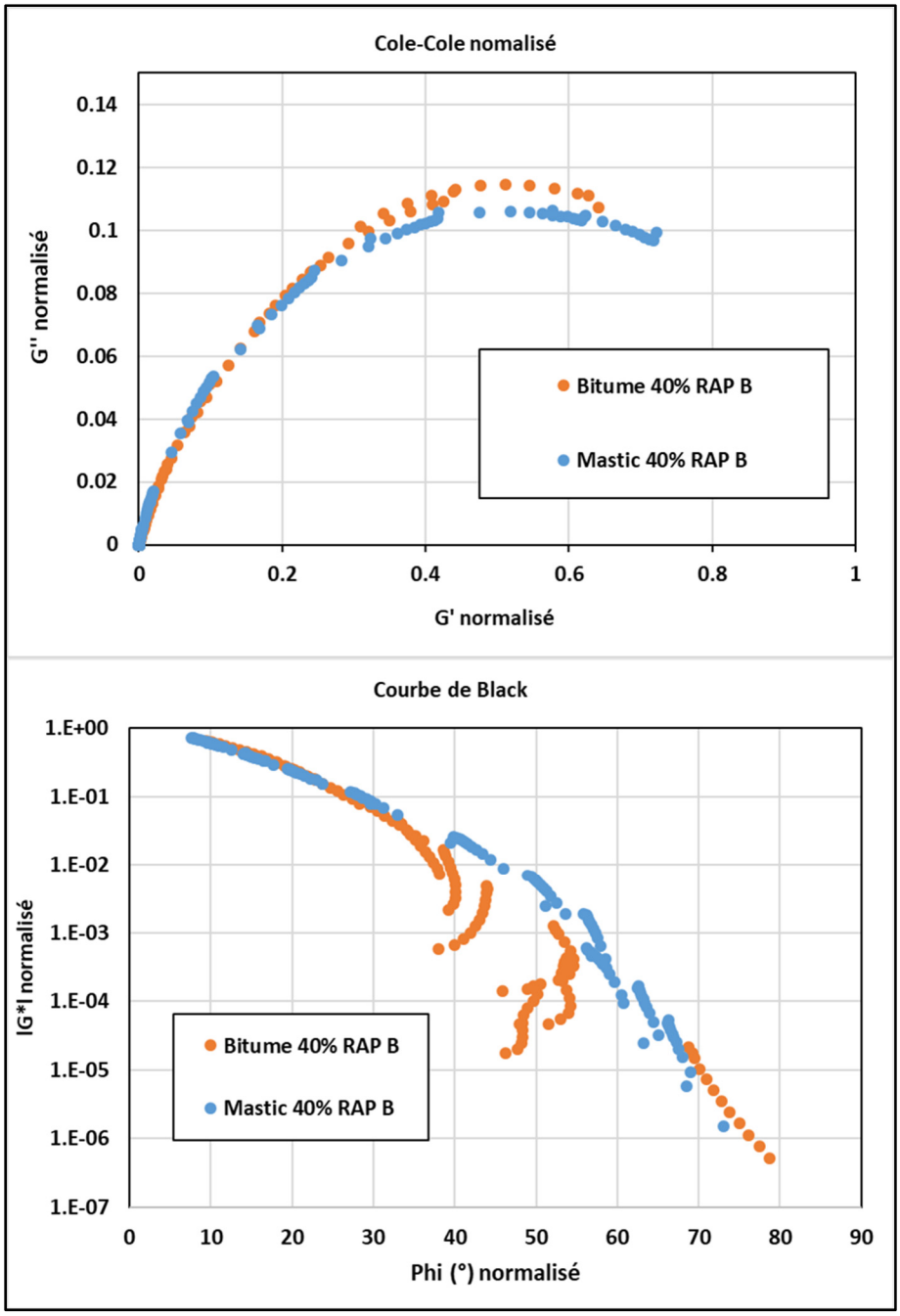


Figure III-C Modules normalisés bitumes 40% RAP_B
vs mastic correspondant

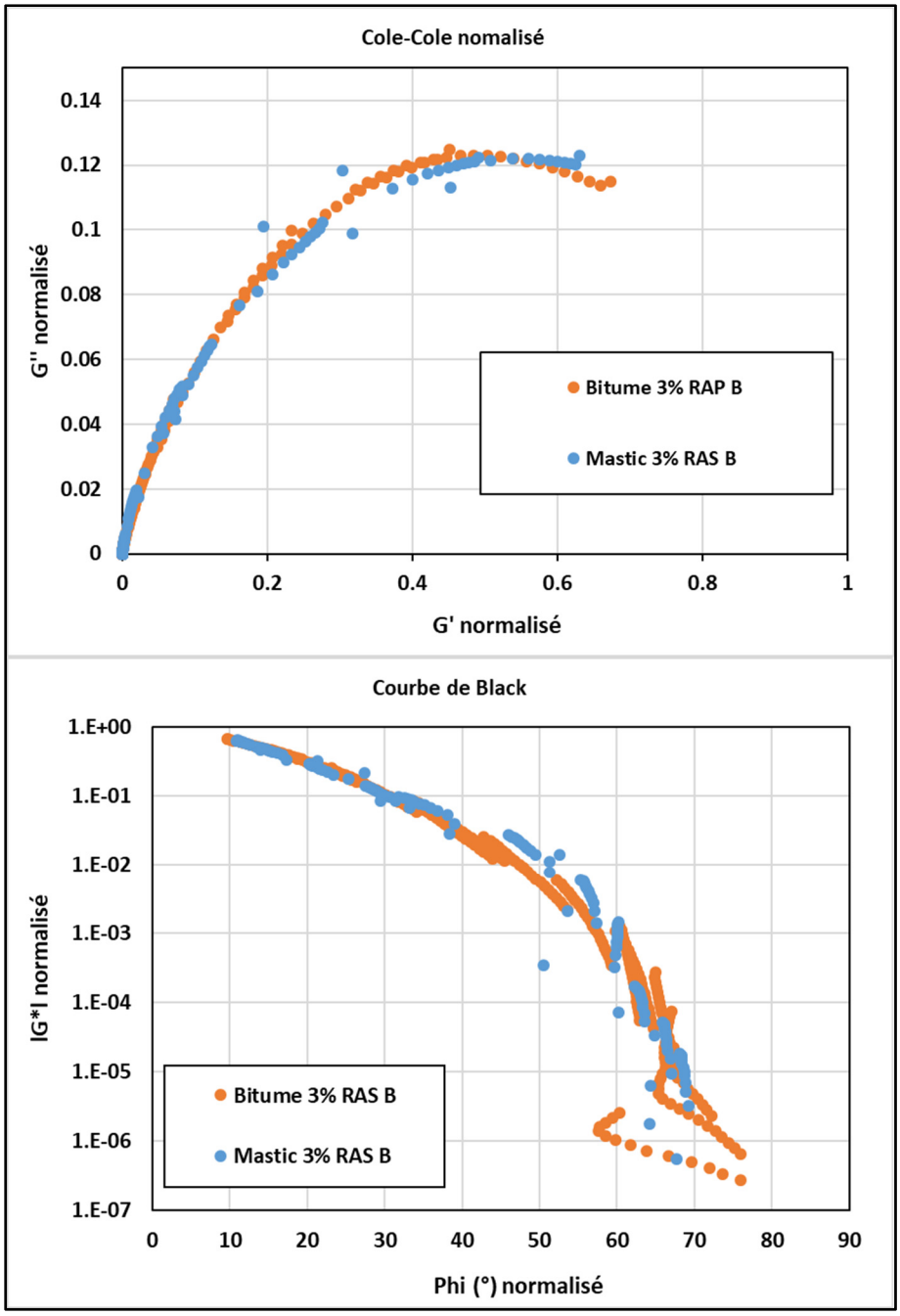


Figure III-D Modules normalisés bitumes 3% RAS_B
vs mastic correspondant

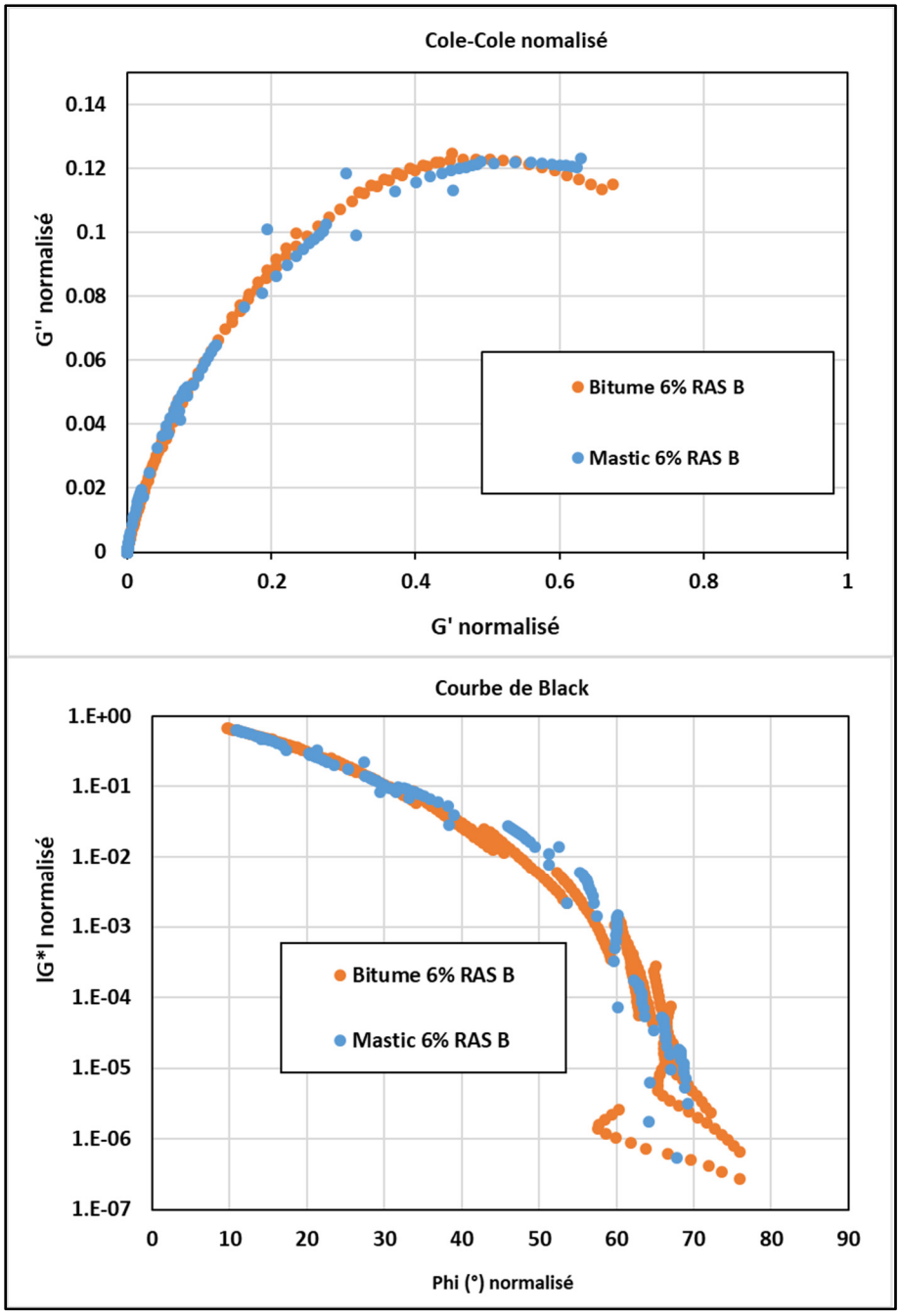


Figure III-E Modules normalisés bitumes 6% RAS_B
vs mastic correspondant

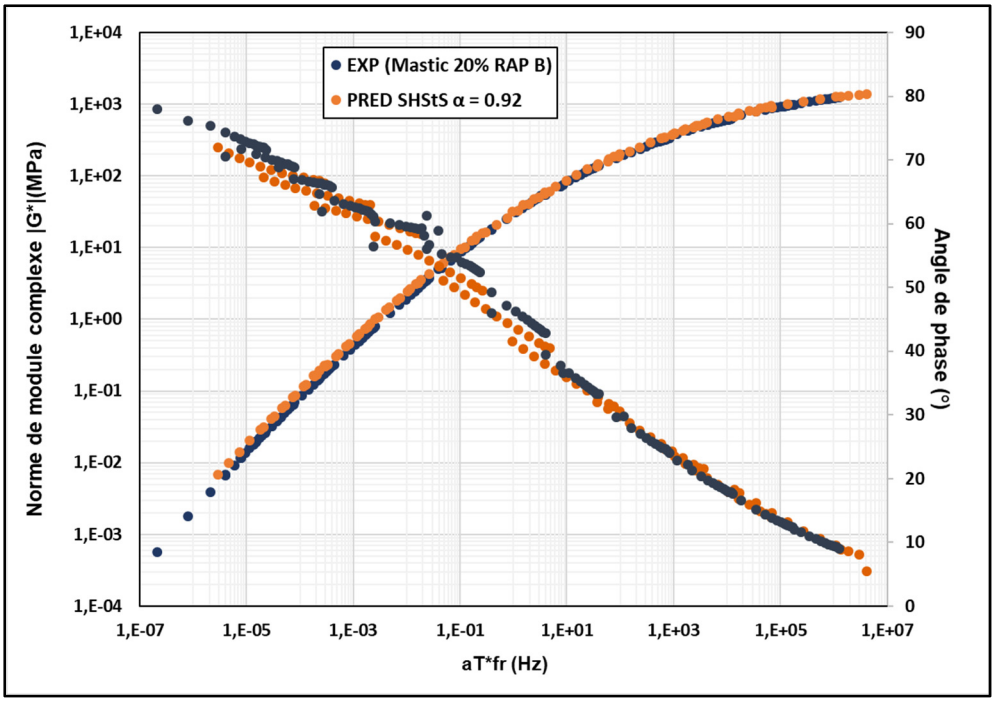


Figure III-F Prédiction de la courbe maitresse du mastic 20% RAP_B

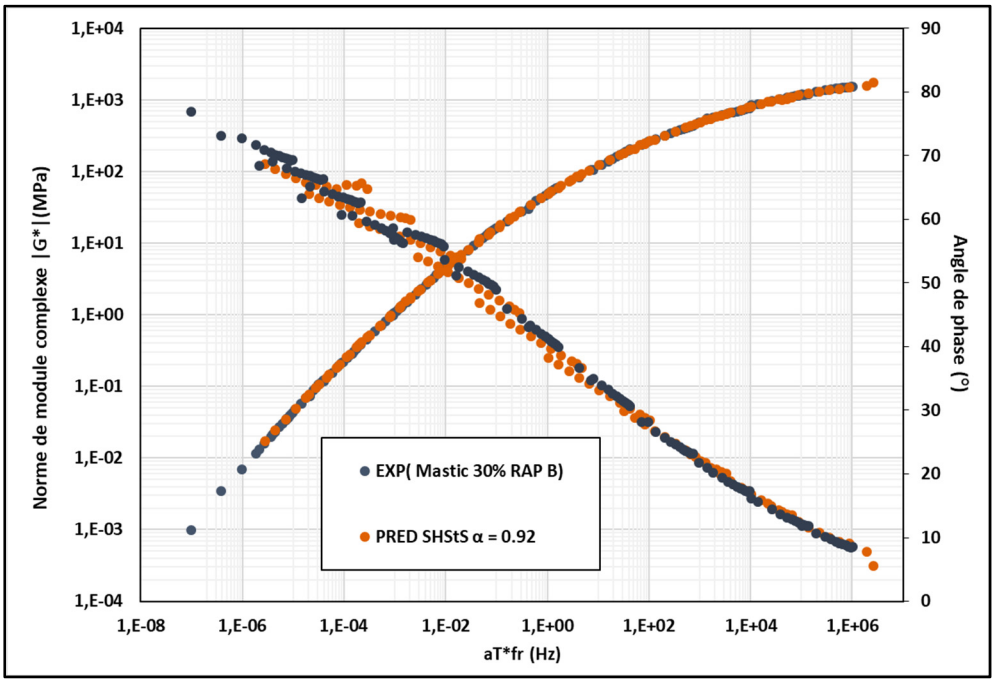


Figure III- G Prédiction de la courbe maitresse du mastic 30% RAP_B

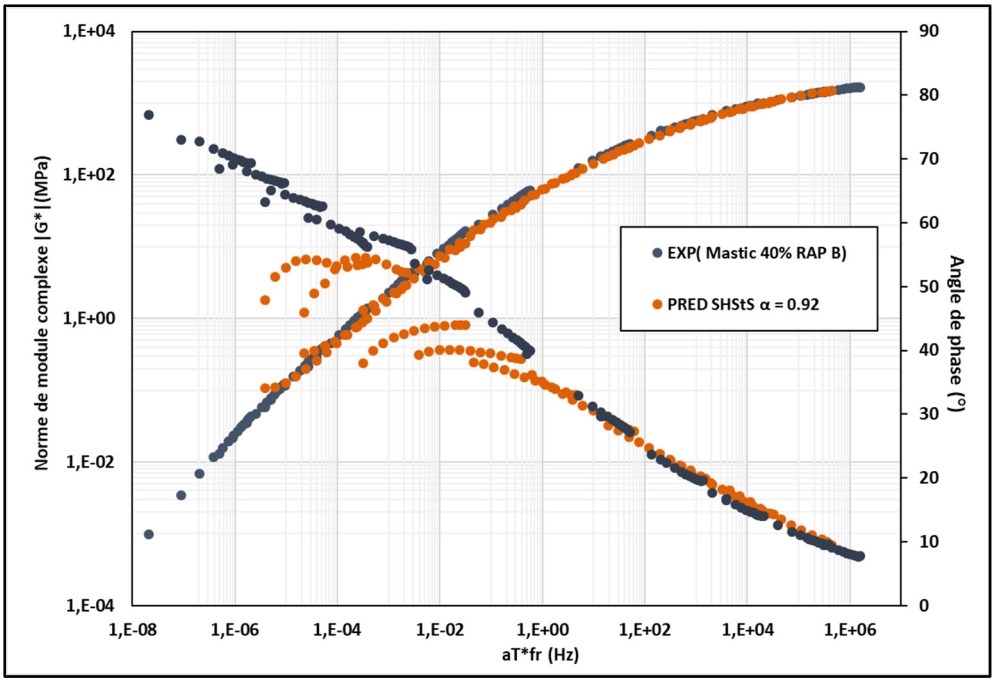


Figure III-H Prédiction de la courbe maitresse du mastic 40% RAP_B

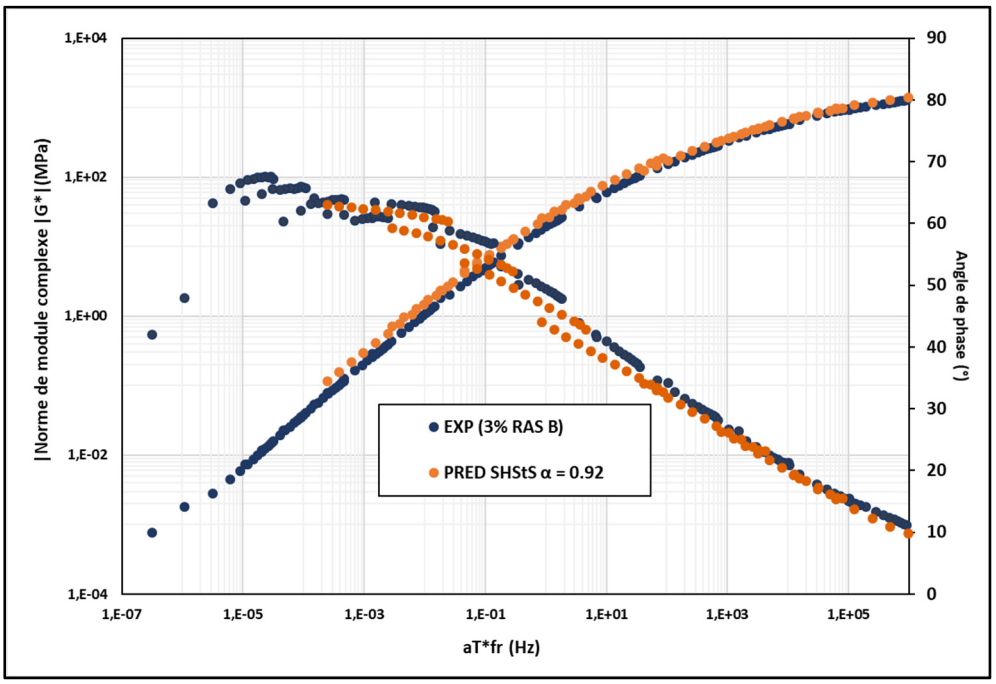


Figure III-I Prédiction de la courbe maitresse du mastic 3% RAS_B

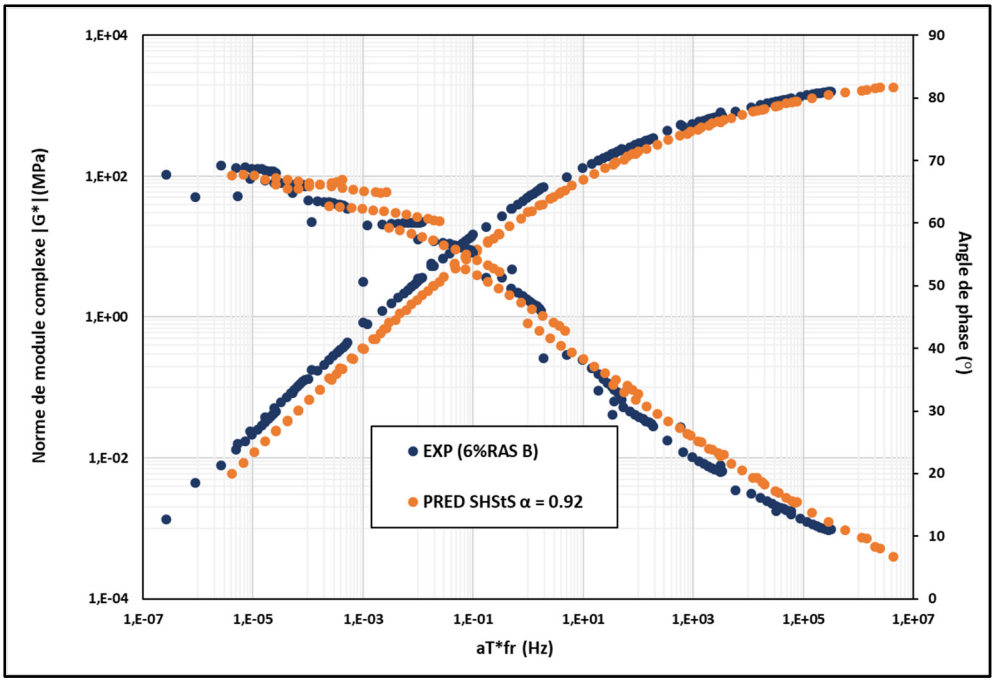


Figure III-J Prédiction de la courbe maitresse du mastic 6% RAS_B

ANNEXE IV

MODULES DE FLUAGE EXPÉRIMENTAUX ET PRÉDITS

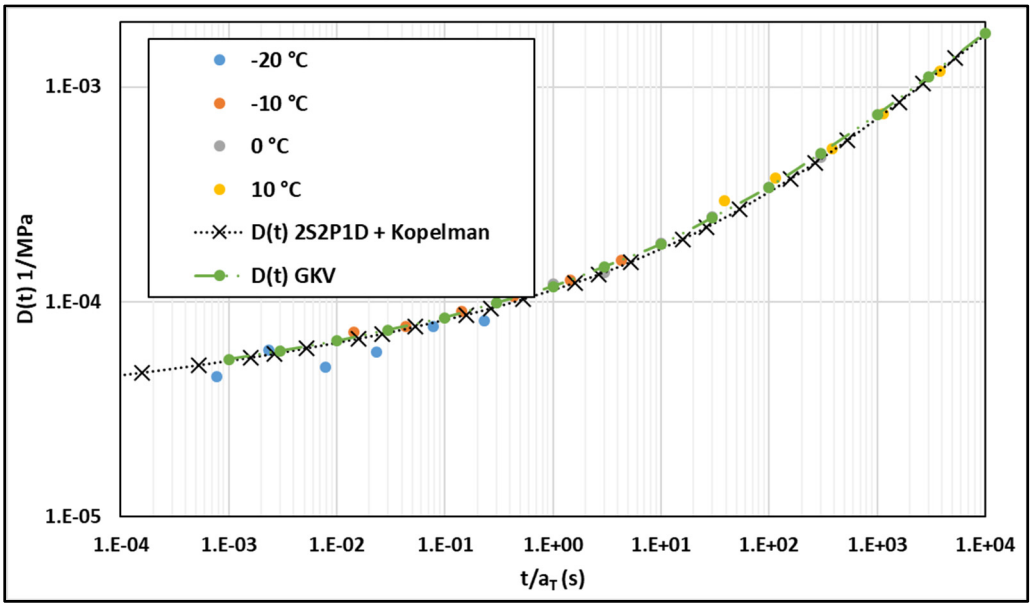


Figure IV-A Courbes maitresses expérimentale et prédites du module de fluage pour l'enrobés contentant 3% RAS

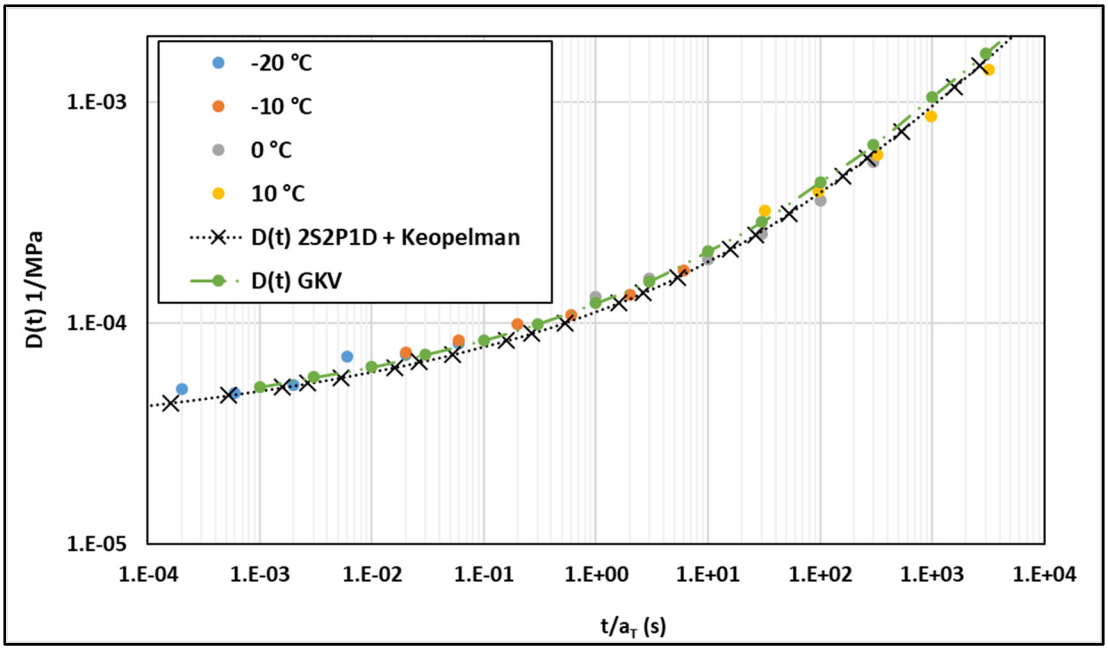


Figure IV-B Courbes maitresses expérimentale et prédites du module de fluage de l'enrobés 20% RAP 1

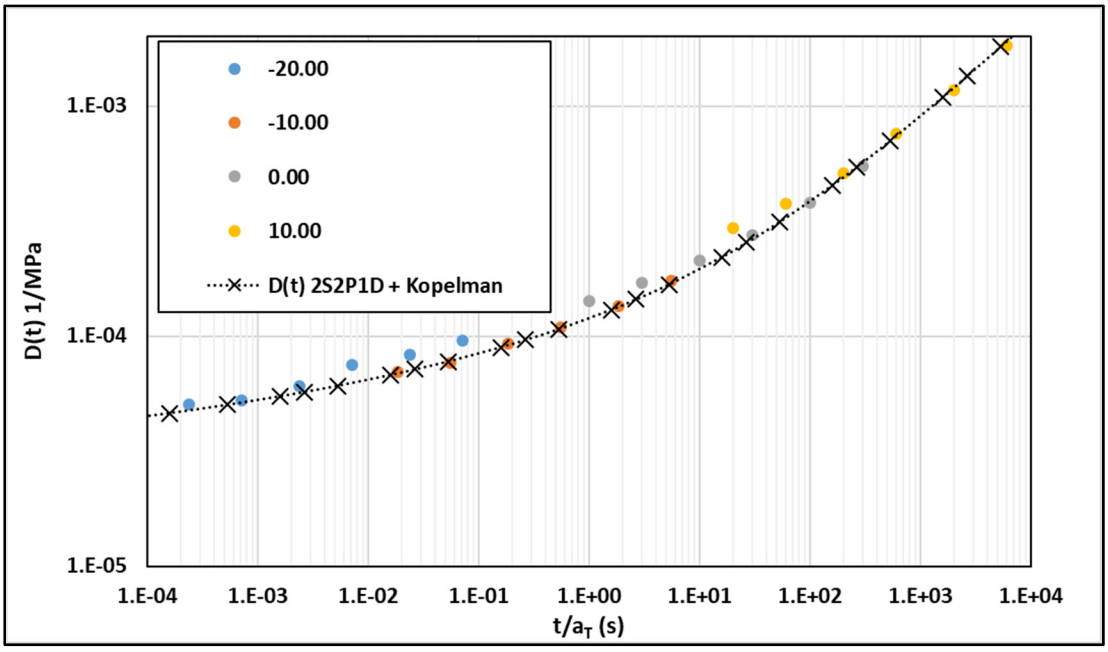


Figure IV-C Courbes maitresses expérimentale et prédites du module de fluage de l'enrobés 20% RAP 2

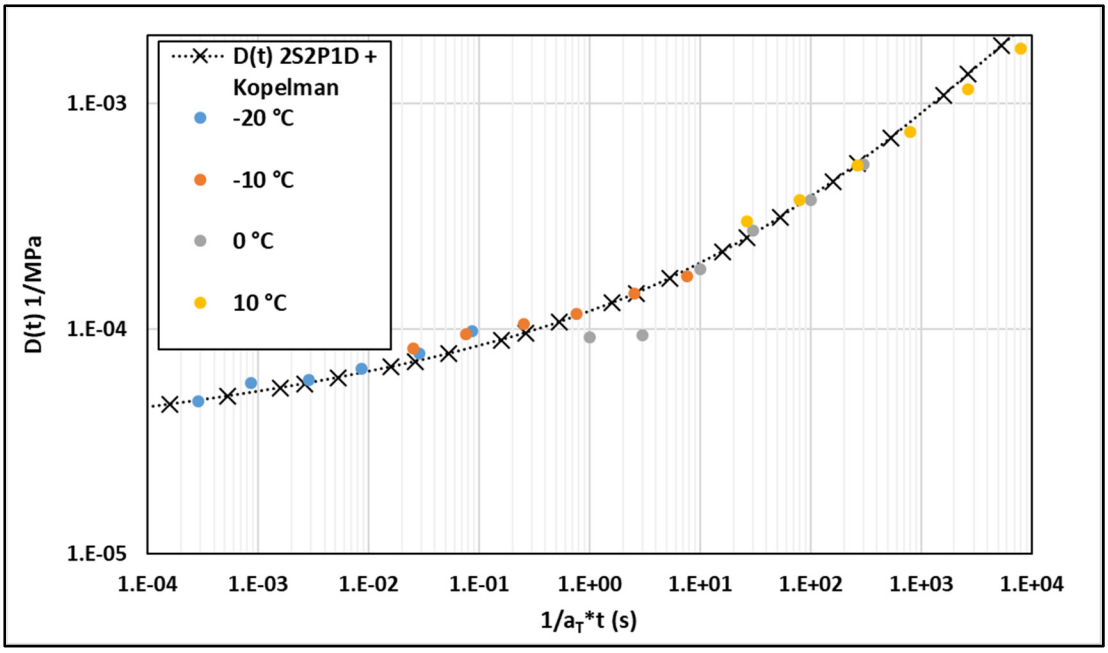


Figure IV-D Courbes maitresses expérimentale et prédites du module de fluage de l'enrobés 17% RAP 1 + 3% RAS

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AASHTO (2007). "Standard method of test for determining the creep compliance and strength of hot mix asphalt (HMA) using the indirect tensile test device."

AbuHassan, Y., M. Alin, T. Iqbal, M. Nazzal and A. R. Abbas (2019). "Effect of extraction solvents on rheological properties of recovered asphalt binders." Journal of Transportation Engineering, Part B: Pavements **145**(1): 04018064.

Aidara, M. L. C., M. Ba and A. Carter (2015). "Choice of an advanced rheological model for modeling the viscoelastic behavior of hot mixtures asphalt (HMA) from Senegal (West Africa)." Open Journal of Civil Engineering **5**(03): 289.

Airey, G, R, Behzad (2004)."Combined bituminous binder and mixture linear rheological properties", Construction and Building Materials, Vol. 18, pp. 535-548.

Airey, G., B. Rahimzadeh and A. Collop (2002). Evaluation of the linear and non-linear viscoelastic behaviour of bituminous binders and asphalt mixtures, International Symposium on Bearing Capacity of Roads, Railwaysand Airfields.

Airey, G., B. Rahimzadeh and A. Collop (2003a). "Linear viscoelastic performance of asphaltic materials." Road materials and pavement design **4**(3): 269-292.

Airey, G., B. Rahimzadeh and A. Collop (2003b). Viscoelastic linearity limits for bituminous materials, 6th international RILEM Symposium on Performance Testing and Evaluation of Bituminous Materials, Zurich.

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

Al-Qadi, I. L., A. Loulizi, S. Aref, J.-F. Masson and K. M. McGhee (2005). "Modification of bending beam rheometer specimen for low-temperature evaluation of bituminous crack sealants." Transportation research record **1933**(1): 96-106.

Anderson, D. A. and W. H. Goetz (1973). "Mechanical behavior and reinforcement of mineral filler-asphalt mixtures."

Anderson, D. A. and T. W. Kennedy (1993). "Development of SHRP binder specification (with discussion)." Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists **62**.

Arand, W. (1990). Behavior of asphalt aggregate mixes at low temperatures. Mechanical Tests for Bituminous Mixes. Characterization, Design and Quality Control. Proceedings of the Fourth International Symposium held by RILEM Hungarian

Chemical Society, the Scientific Society for Transport, the Chair for Road Construction of the Technical University of Budapest, Hungarythe Hungarian Chemical Society, the Scientific Society for Transport, the Chair for Road Construction of the Technical University of Budapest, Hungary.

Arnold, J. W., B. Behnia, M. E. McGovern, B. Hill, W. G. Buttlar and H. Reis (2014). "Quantitative evaluation of low-temperature performance of sustainable asphalt pavements containing recycled asphalt shingles (RAS)." Construction and Building Materials **58**: 1-8.

Baaj, H., M. Ech, P. Lum and R. Forfyllow (2011). Behaviour of asphalt mixes modified with ASM & RAP. Proceedings of the Canadian Technical Asphalt Association.

Baaj, H., M. Ech, N. Tapsoba, C. Sauzeat and H. Di Benedetto (2013). "Thermomechanical characterization of asphalt mixtures modified with high contents of asphalt shingle modifier (ASM®) and reclaimed asphalt pavement (RAP)." Materials and structures **46**(10): 1747-1763.

Baaj, H. and M. Paradis (2008). Use of post-fabrication asphalt shingles in stone matrix asphalt mix (SMA-10): laboratory characterization and field experiment on Autoroute 20 (Québec). Proceedings of the Fifty-third Annual Conference of the Canadian Technical Asphalt Association (CTAA) Canadian Technical Asphalt Association.

Bahia, H., D. Hanson, M. Zeng, H. Zhai, M. Khatri and M. Anderson (2000). "A Project NCHRP 9-10" Superpave Protocols For Modified Asphalt Binders". Draft Topical Report (Task 9), Prepared For National Cooperative Highway Research Program." Transportation Research Board, National Research Council.

Bahia, H. U. and D. A. Anderson (1995). The development of the bending beam rheometer; basics and critical evaluation of the rheometer. Physical properties of asphalt cement binders, ASTM International.

Bahia, H. U., T. P. Friemel, P. A. Peterson, J. S. Russell and B. Poehnelt (1998). "Optimization of constructibility and resistance to traffic: a new design approach for HMA using the superpave compactor." Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists **67**.

Bari, J. (2005). Development of a new revised version of the Witczak E* predictive models for hot mix asphalt mixtures, Arizona State University Tempe.

Bonaquist, R. (2005). Laboratory evaluation of hot mix asphalt (HMA) mixtures containing recycled or waste product materials using performance testing, Publication FHWA-PA-2005-006+ 98-32 (19).

Bonaquist, R. F. (2011). Mix design practices for warm mix asphalt, Transportation Research Board.

Booshehrian, A., W. S. Mogawer and R. Bonaquist (2013). "How to construct an asphalt binder master curve and assess the degree of blending between RAP and virgin binders." Journal of Materials in Civil Engineering **25**(12): 1813-1821.

Boussabnia, M. M. (2018). Étude de la rhéologie des mastics bitumineux incorporant des fillers de verre post-consommation, École de technologie supérieure.

Carret, J.-C., A. C. Falchetto, M. O. Marasteanu, H. Di Benedetto, M. P. Wistuba and C. Sauzeat (2015). "Comparison of rheological parameters of asphalt binders obtained from bending beam rheometer and dynamic shear rheometer at low temperatures." Road Materials and Pavement Design **16**(sup1): 211-227.

Chen, J.-S. and C.-H. Peng (1998). "Analyses of tensile failure properties of asphalt-mineral filler mastics." Journal of materials in civil engineering **10**(4): 256-262.

Christensen, D. W. and R. Bonaquist (2015). "Improved Hirsch model for estimating the modulus of hot-mix asphalt." Road Materials and Pavement Design **16**(sup2): 254-274.

Christensen, D. W. and R. F. Bonaquist (2004). Evaluation of indirect tensile test (IDT) procedures for low-temperature performance of hot mix asphalt, Transportation Research Board.

Christensen Jr, D., T. Pellinen and R. Bonaquist (2003). "Hirsch model for estimating the modulus of asphalt concrete." Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists **72**.

Claudy, P. (2005). Analyse calorimétrique différentielle: Théorie et applications de la dsc, Editions Tec & Doc.

Daoudi, A., A. Dony, L. Ziyani, N. Picard and J. Buisson (2018). How to Evaluate with Relevance the Compactability of Warm Mixes Using the Gyratory Compactor (GC)? RILEM 252-CMB-Symposium on Chemo Mechanical Characterization of Bituminous Materials, Springer.

Daoudi, A., D. Perraton, A. Dony and A. Carter (2020). "From Complex Modulus E* to Creep Compliance D (t): Experimental and Modeling Study." Materials **13**(8): 1945.

Dave, E. V., W. G. Buttlar, S. E. Leon, B. Behnia and G. H. Paulino (2013). "IlliTC–low-temperature cracking model for asphalt pavements." Road Materials and Pavement Design **14**(sup2): 57-78.

Delaporte, B. (2006). "Etude de la rhéologie des mastics bitumineux à l'aide d'un rhéomètre à cisaillement annulaire." Revue Européenne de Génie Civil **10**(8): 999-999.

Delorme, J.-L., C. De La Roche and L. Wendling (2007). "Manuel LPC d'aide à la formulation des enrobés." Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Di Benedetto, H. and J.-F. Corté (2004). Matériaux routiers bitumineux: Constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges, Hermès Science publications.

Di Benedetto, H., N. Mondher, C. Sauzéat and F. Olard (2007). "Three-dimensional thermo-viscoplastic behaviour of bituminous materials: the DBN model." Road Materials and Pavement Design **8**(2): 285-315.

Di Benedetto, H., F. Olard, C. Sauzéat and B. Delaporte (2004). "Linear viscoelastic behaviour of bituminous materials: From binders to mixes." Road Materials and Pavement Design **5**(sup1): 163-202.

Ding, Y., B. Huang and X. Shu (2017). "Utilizing fluorescence microscopy for quantifying mobilization rate of aged asphalt binder." Journal of Materials in Civil Engineering **29**(12): 04017243.

Ding, Y., B. Huang and X. Shu (2018). "Blending efficiency evaluation of plant asphalt mixtures using fluorescence microscopy." Construction and Building Materials **161**: 461-467.

Dony, A., J. Colin, D. Bruneau, I. Drouadaine and J. Navaro (2013). "Reclaimed asphalt concretes with high recycling rates: Changes in reclaimed binder properties according to rejuvenating agent." Construction and Building Materials **41**: 175-181.

Dony, A., P. M. Nunes, M. Klincevicius, R. Motta, L. Bernucci, C. Del Priore, Y. Brosseaud and V. Gaudefroy (2010). Laboratory assessment of warm mixes by the means of two mix design methods.

Doucet, F. and B. Auger (2010). Détermination du module complexe des enrobés au Ministère des transports du Québec, Service des matériaux d'infrastructures.

Durand, A. (1997). Investigations on bitumen/polymer/filler interactions and rehological properties of mastics. Proceedings of the Fifth International RILEM Symposium, Mechanical tests for bituminous materials.

Dufresne, R. (2015). L'essai « MSCR » et son impact sur la classification des bitumes.Présentation : CONGRÈS BITUME-QUÉBEC. BITUMAR.

Fabre des Essarts, A. (2016). Etude du comportement des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre, Paris Est.

Fabre des Essarts, A., A. Dony and S. Faucon-Dumont (2016). Laying of Warm Mix Asphalt: Study of the Feasibility of the Workability Measure Modifying the Parameters of the Standard Gyratory Shear Compactor. 8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials, Springer.

Fabre des Essarts, A., A. Dony, J.-N. Roux and V. Gaudefroy (2013). "Maniabilité des enrobés: cas des enrobés tièdes."

Faheem, A. F. and H. U. Bahia (2004). Using the Gyratory Compactor to Measure the Mechanical Stability of Asphalt Mixtures, University of Wisconsin--Madison.

Falchetto, A. C. and K. H. Moon (2015). "Micromechanical–analogical modelling of asphalt binder and asphalt mixture creep stiffness properties at low temperature." Road Materials and Pavement Design **16**(sup1): 111-137.

Falchetto, A. C., K. H. Moon, M. P. Wistuba and M. O. Marasteanu (2016). Rheological Investigation of Asphalt Mixtures Containing RAP and RAS. 8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials, Springer.

Feng, Z.-g., H.-j. Bian, X.-j. Li and J.-y. Yu (2016). "FTIR analysis of UV aging on bitumen and its fractions." Materials and Structures **49**(4): 1381-1389.

Ferry, J. D. (1980). Viscoelastic properties of polymers, John Wiley & Sons.

Foxlow, J. J., J. Sias Daniel and A. Krishna Swamy (2011). "RAP or RAS? The differences in performance of HMA containing reclaimed asphalt pavement and reclaimed asphalt shingles." Asphalt Paving Technology-Proceedings Association of Asphalt Technologists **80**: 347.

Gallenne, M., V. Goyon, J. Bauer, Y. Ganga, G. Mrel, D. Renault and P. Van Grevenynghe (2003). "Compactage des enrobés hydrocarbonés à chaud."

Ghabchi, R., M. Barman, D. Singh, M. Zaman and M. A. Mubaraki (2016). "Comparison of laboratory performance of asphalt mixes containing different proportions of RAS and RAP." Construction and Building Materials **124**: 343-351.

Ghabchi, R., D. Singh and M. Zaman (2015). "Laboratory evaluation of stiffness, low-temperature cracking, rutting, moisture damage, and fatigue performance of WMA mixes." Road Materials and Pavement Design **16**(2): 334-357.

Ghabchi, R., D. Singh, M. Zaman and Z. Hossain (2016). "Laboratory characterisation of asphalt mixes containing RAP and RAS." International Journal of Pavement Engineering **17**(9): 829-846.

Gottumukkala, B., S. R. Kusam, V. Tandon and A. R. Muppireddy (2018). "Estimation of Blending of Rap Binder in a Recycled Asphalt Pavement Mix." Journal of Materials in Civil Engineering **30**(8): 04018181.

Grzybowski, K. F. (1993). Recycled Asphalt Roofing Materials--A Multi-Functional, Low Cost Hot-Mix Asphalt Pavement Additive. Use of waste materials in hot-mix asphalt, ASTM International.

Hettiarachchi, C., X. Hou, Q. Xiang, D. Yong and F. Xiao (2020). "A blending efficiency model for virgin and aged binders in recycled asphalt mixtures based on blending temperature and duration." Resources, Conservation and Recycling **161**: 104957.

Huang, B., G. Li, D. Vukosavljevic, X. Shu and B. K. Egan (2005). "Laboratory investigation of mixing hot-mix asphalt with reclaimed asphalt pavement." Transportation Research Record **1929**(1): 37-45.

Huang, Y. H. (2004). "Pavement analysis and design."

Huet, C. (1965). Etude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbonés.

Huner, M. and E. Brown (2001). Effects of re-heating and compaction temperature on hot mix asphalt volumetrics, NCAT report.

Im, S. and F. Zhou (2014). Field performance of RAS test sections and laboratory investigation of impact of rejuvenators on engineering properties of RAP/RAS mixes, Texas. Dept. of Transportation. Research and Technology Implementation Office.

Isacsson, U. and H. Zeng (1998). "Low-temperature cracking of polymer-modified asphalt." Materials and Structures **31**(1): 58-63.

Johnson, E., G. Johnson, S. Dai, D. Linell, J. McGraw and M. Watson (2010). Incorporation of recycled asphalt shingles in hot-mixed asphalt pavement mixtures.

Jongepier, R., B. Kuilman, R. Schmidt, V. Puzinauskas and F. Rostler (1969). Characteristics of the rheology of bitumens. Association of Asphalt Paving Technologists Proc.

Jung, D. and T. S. Vinson (1994). Low-temperature cracking: test selection.

Kanerva, H. K., T. S. Vinson and H. Zeng (1994). Low-temperature cracking: Field validation of the thermal stress restrained specimen test.

Karlsson, R. and U. Isacsson (2006). "Material-related aspects of asphalt recycling—state-of-the-art." Journal of materials in civil Engineering **18**(1): 81-92.

Kennedy, T. W., G. A. Huber, E. T. Harrigan, R. J. Cominsky, C. S. Hughes, H. Von Quintus and J. S. Moulthrop (1994). "Superior performing asphalt pavements (Superpave): The product of the SHRP asphalt research program."

Kim, K. W., K. Kim, Y. S. Doh and S. N. Amirkhanian (2006). "Estimation of RAP's binder viscosity using GPC without binder recovery." Journal of materials in civil engineering **18**(4): 561-567.

Lachance Tremblay, É. (2018). Sensibilité à l'eau et résistance au gel-dégel des enrobés bitumineux avec granulats de verre recyclé, École de technologie supérieure.

Lamontagne, J., P. Dumas, V. Mouillet and J. Kister (2001). "Comparison by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy of different ageing techniques: application to road bitumens." Fuel **80**(4): 483-488.

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

Langlois, P. (1999). "Formulation Des Enrobes: Methode Lc (Laboratoire Des Chaussees) Du Ministere Des Transports Du Quebec." Revue Generale Des Routes (RGRA)(HS2).

Lesueur, D. and D. N. Little (1999). "Effect of hydrated lime on rheology, fracture, and aging of bitumen." Transportation Research Record **1661**(1): 93-105.

Lo Presti, D., K. Vasconcelos, M. Orešković, G. M. Pires and S. Bressi (2019). "On the degree of binder activity of reclaimed asphalt and degree of blending with recycling agents." Road Materials and Pavement Design: 1-20.

Lu, X. and U. Isacsson (2002). "Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology." Construction and Building materials **16**(1): 15-22.

Ma, T., H. U. Bahia, E. Mahmoud and E. Y. Hajj (2010). "Estimating allowable RAP in asphalt mixes to meet target low temperature PG requirements." Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists **79**.

Malo, J.-M. (2013). Incorporation de particules de bardeaux d'asphalte de postconsommation dans les enrobés bitumineux, École de technologie supérieure.

Mandel, J. (1958). "Application du calcul opérationnel à l'étude des corps viscoélastiques." Cahier du Groupe Français de Rhéologie **3**(4): 53-67.

Mangiafico, S. (2014). "Linear viscoelastic properties and fatigue of bituminous mixtures produced with Reclaimed Asphalt Pavement and corresponding binder blends." ENTPE, Lyon.

Mangiafico, S., H. Di Benedetto, C. Sauzéat, F. Olard, S. Pouget and L. Planque (2013). "Influence of reclaimed asphalt pavement content on complex modulus of asphalt binder blends and corresponding mixes: experimental results and modelling." Road Materials and Pavement Design **14**(sup1): 132-148.

Mangiafico, S., H. Di Benedetto, C. Sauzéat, F. Olard, S. Pouget and L. Planque (2014). "New method to obtain viscoelastic properties of bitumen blends from pure and reclaimed asphalt pavement binder constituents." Road materials and pavement design **15**(2): 312-329.

Mangiafico, S., C. Sauzéat and H. Di Benedetto (2019). "2S2P1D Model Calibration Error from User Panel for One Bitumen and One Bituminous Mixture." Advances in Materials Science and Engineering **2019**.

Mangiafico, S., C. Sauzéat, H. Di Benedetto, S. Pouget, F. Olard and L. Planque (2016). "Prediction of LVE behavior of mixtures containing RAP from properties of base constituents." Transportation Research Procedia **14**: 3552-3561.

Mannan, U. A. (2012). Effect of recycled asphalt shingles (ras) on physical and chemical properties of asphalt binders, University of Akron.

Marasteanu, M. O. (2000). "Interconversions of the linear viscoelastic functions used for the rheological characterization of asphalt binders."

Marques, S. P. and G. J. Creus (2012). Computational viscoelasticity, Springer Science & Business Media.

Marsac, P., N. Piérard, L. Porot, J. Grenfell, V. Mouillet, S. Pouget, J. Besamusca, F. Farcas, T. Gabet and M. Hugener (2014). "Potential and limits of FTIR methods for reclaimed asphalt characterisation." Materials and structures **47**(8): 1273-1286.

Maxwell, J. C. (1867). "Iv. on the dynamical theory of gases." Philosophical transactions of the Royal Society of London(157): 49-88.

McDaniel, R. S., A. Shah, G. A. Huber and A. Copeland (2012). "Effects of reclaimed asphalt pavement content and virgin binder grade on properties of plant produced mixtures." Road Materials and Pavement Design **13**(sup1): 161-182.

Mo, L., X. Li, X. Fang, M. Huurman and S. Wu (2012). "Laboratory investigation of compaction characteristics and performance of warm mix asphalt containing chemical additives." Construction and Building Materials **37**: 239-247.

Mogawer, W. S., A. J. Austerman, R. Bonaquist and M. Roussel (2011). "Performance characteristics of thin-lift overlay mixtures: High reclaimed asphalt pavement content, recycled asphalt shingles, and warm-mix asphalt technology." Transportation Research Record **2208**(1): 17-25.

Mogawer, W. S., A. Booshehrian, S. Vahidi and A. J. Austerman (2013). "Evaluating the effect of rejuvenators on the degree of blending and performance of high RAP, RAS, and RAP/RAS mixtures." Road Materials and Pavement Design **14**(sup2): 193-213.

Mohajeri, M., A. Molenaar and M. Van de Ven (2014). "Experimental study into the fundamental understanding of blending between reclaimed asphalt binder and virgin bitumen using nanoindentation and nano-computed tomography." Road materials and pavement design **15**(2): 372-384.

Morari, E. (2014). Effect of RAP, RAS, and Aging on the Workability of Asphalt Mixes. Proceedings of the Fifty-Ninth Annual Conference of the Canadian Technical Asphalt Association (CTAA): Winnipeg, Manitoba.

Navaro, J., D. Bruneau, I. Drouadain, J. Colin and A. Dony (2010). "Caractérisation d'un mélange de liants bitumineux par dissolution en couche mince d'un enrobé recyclé."

Nazzal, M. D., E. Holcombe, S. S. Kim, A. Abbas and S. Kaya (2018). "Multi-scale evaluation of the effect of ras on the fracture properties of asphalt mixtures." Construction and Building Materials **175**: 126-133.

Nguyen, Q. T., H. Di Benedetto and C. Sauzéat (2013a). Prediction of linear viscoelastic behaviour of asphalt mixes from binder properties and reversal. Multi-Scale Modeling and Characterization of Infrastructure Materials, Springer**:** 237-248.

Nguyen, Q. T., H. Di Benedetto, C. Sauzéat and N. Tapsoba (2013b). "Time temperature superposition principle validation for bituminous mixes in the linear and nonlinear domains." Journal of Materials in Civil Engineering **25**(9): 1181-1188.

Noël, F., D. Perraton and A. Carter (2006). Incorporation de particules de bardeaux d'asphalte de postconsommation dans les enrobés bitumineux, Université du Québec, École de technologie supérieure.

Olard, F. (2003). Comportement Thermomécanique Des Enrobés Bitumineux A Basses Températures. Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé, INSA de Lyon.

Olard, F., E. Beduneau, D. Bonneau, S. Dupriet and N. Seignez (2009). Laboratory characterization of half-warm mix asphalts with high recycling rate by means of the factorial experiment design approach. Bearing Capacity of Roads, Railways and Airfields. 8th International Conference (BCR2A'09) University of Illinois, Urbana-Champaign.

Olard, F. (2000). Etude et modélisation de comportement thermo-mécanique des enrobés bitumineux, Mémoire de recherche pour l'obtention du DEA de Génie Civil, ENTPE.

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

Olard, F., H. Di Benedetto, A. Dony and J.-C. Vaniscote (2005). "Properties of bituminous mixtures at low temperatures and relations with binder characteristics." Materials and structures **38**(1): 121-126.

Olard, F., H. Di Benedetto and B. ECKMANN (2004). "Rhéologie des bitumes: Prédiction des résultats des tests de fluage BBR à partir des résultats de module complexe." Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées(252-253).

Olard, F., H. Di Benedetto, B. Eckmann and J.-P. Triquigneaux (2003). "Linear viscoelastic properties of bituminous binders and mixtures at low and intermediate temperatures." Road materials and pavement design **4**(1): 77-107.

Olard, F (2009). Prediction of the thermal cracking resistance of bituminous binders and mixtures, Essay in Chapter D of Asphalt material behaviour at low temperatures, Essays in honour of Prof. W. Arand on the occasion of his 80th birthday, pp 237-253, Editor-in-chief Michael P. Wistuba, Institut für Straßenwesen at Braunschweig University, ISBN 3-932164-11-3.

Olard, F., Vaniscote, JC., Loup, F. (2005) Prediction of thermal cracking resistance of some SBS modified binders and mixes, 7th International Conference on Bearing Capacity of Roads and Airfields (BCRA) congress, Trondheim.

Olidis, C. and D. Hein (2004). Guide for the mechanistic-empirical design of new and rehabilitated pavement structures materials characterization: Is your agency ready. 2004 Annual Conference of the Transportation Association of Canada, Citeseer.

Omranian, S. R., M. O. Hamzah, L. Gungat and S. Y. Teh (2018). "Evaluation of asphalt mixture behavior incorporating warm mix additives and reclaimed asphalt pavement." Journal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition) **5**(3): 181-196.

Orešković, M., G. M. Pires, S. Bressi, K. Vasconcelos and D. L. Presti (2020). "Quantitative assessment of the parameters linked to the blending between reclaimed asphalt binder and recycling agent: A literature review." Construction and Building Materials **234**: 117323.

Paradis, M. (1995). Influence de la fraction sable, 80 um-2.5 mm, des granulats et du filler minéral, moins de 80 um, sur la résistance à l'orniérage des chaussées routières.

Perraton, D., H. Di Benedetto, C. Sauzéat, B. Hofko, A. Graziani, Q. T. Nguyen, S. Pouget, L. D. Poulikakos, N. Tapsoba and J. Grenfell (2016). "3Dim experimental investigation of linear viscoelastic properties of bituminous mixtures." Materials and structures **49**(11): 4813-4829.

Pham, N. H., C. Sauzéat, H. Di Benedetto, J.-A. González-León, G. Barreto, A. Nicolaï and M. Jakubowski (2015). "Reclaimed asphalt pavement and additives' influence on 3D linear behaviour of warm mix asphalts." Road Materials and Pavement Design **16**(3): 569-591.

Planche, J.-P. (2008). European survey on the use of RAP. Proceeding of ISAP, Asphalt and Environment conference.

Pouget, S., C. Sauzéat, H. Di Benedetto and F. Olard (2010). "From the behavior of constituent materials to the calculation and design of orthotropic bridge structures." Road Materials and Pavement Design **11**(sup1): 111-144.

Poulikakos, L. and M. Partl (2010). "Investigation of porous asphalt microstructure using optical and electron microscopy." Journal of microscopy **240**(2): 145-154.

Pucci, T., A.-G. Dumont and H. Di Benedetto (2004). "Thermomechanical and mechanical behaviour of asphalt mixtures at cold temperature: Road and laboratory investigations." Road materials and pavement design **5**(1): 45-72.

Puppala, A. J. (2008). Estimating stiffness of subgrade and unbound materials for pavement design, Transportation Research Board.

QUEBEC, T. (2005). Ouvrages Routiers: Tome VII-Materiaux, Les Publications du Quebec, Ste-Foy, Canada,(in French).

Rayner, C. and G. M. Rowe (2004). Properties of mastics using different fillers with both unmodified and EVA-modified binders. Proceedings, Eurasphalt & Eurobitume Congress, Vienna, Citeseer.

RGRA, U. (2001). Les enrobes bitumineux, Tome 1.

RGRA, U. (2003). Les enrobés bitumineux, Tome 2.

Riccardi, C., A. C. Falchetto, M. Losa and P. Leandri (2017). "Estimation of the SHStS transformation parameter based on volumetric composition." Construction and Building Materials **157**: 244-252.

Riccardi, C., C. A. Falchetto, M. Losa and M. P. Wistuba (2018). "Development of simple relationship between asphalt binder and mastic based on rheological tests." Road Materials and Pavement Design **19**(1): 18-35.

Richardson, D. N. and S. M. Lusher (2008). Determination of Creep Compliance and Tensile Strength of Hot-Mix Asphalt for Wearing Courses in Missouri, Missouri. Dept. of Transportation.

Rinaldini, E., P. Schuetz, M. Partl, G. Tebaldi and L. Poulikakos (2014). "Investigating the blending of reclaimed asphalt with virgin materials using rheology, electron microscopy and computer tomography." Composites Part B: Engineering **67**: 579-587.

Saliani, S. S., A. Carter and H. Baaj (2016). "MAT-756: Investigation of the impact of rap gradation on the effective binder content in hot mix asphalt."

Sengoz, B. and A. Topal (2005). "Use of asphalt roofing shingle waste in HMA." Construction and Building Materials **19**(5): 337-346.

Shen, W. and D. J. Kirkner (2001). "Thermal cracking of viscoelastic asphalt-concrete pavement." Journal of engineering mechanics **127**(7): 700-709.

Shirodkar, P., Y. Mehta, A. Nolan, K. Sonpal, A. Norton, C. Tomlinson, E. Dubois, P. Sullivan and R. Sauber (2011). "A study to determine the degree of partial blending of reclaimed asphalt pavement (RAP) binder for high RAP hot mix asphalt." Construction and Building Materials **25**(1): 150-155.

Smith, M. and A. James (2016). New compactability parameter for comparing warm mix additives, E&E Congress | 6th Eurasphalt & Eurobitume Congress | 1-3 June 2016 | Prague, Czech Republic.

Soenen, H. and W. Teugels (1999). Rheological investigation on binder-filler interactions. Eurobitume Workshop.

Sreedhar, S. and E. Coleri (2018). "Effects of binder content, density, gradation, and polymer modification on cracking and rutting resistance of asphalt mixtures used in Oregon." Journal of Materials in Civil Engineering **30**(11): 04018298.

Sreeram, A., Z. Leng, Y. Zhang and R. K. Padhan (2018). "Evaluation of RAP binder mobilisation and blending efficiency in bituminous mixtures: an approach using ATR-FTIR and artificial aggregate." Construction and Building Materials **179**: 245-253.

Stimilli, A., A. Virgili and F. Canestrari (2015). "New method to estimate the "re-activated" binder amount in recycled hot-mix asphalt." Road materials and pavement design **16**(sup1): 442-459.

Stroup-Gardiner, M. (2016). Use of Reclaimed Asphalt Pavement and Recycled Asphalt Shingles in Asphalt Mixtures.

Swiertz, D., E. Mahmoud and H. U. Bahia (2011). "Estimating the effect of recycled asphalt pavements and asphalt shingles on fresh binder, low-temperature properties without extraction and recovery." Transportation research record **2208**(1): 48-55.

Swiertz, D. R. and H. U. Bahia (2011). Test method to quantify the effect of RAP and RAS on blended binder properties without binder extraction. CTAA Annual Conference Proceedings-Canadian Technical Asphalt Association.

Tai Nguyen, H., D.-L. Nguyen, V.-T. Tran and M.-L. Nguyen (2020). "Finite element implementation of Huet-Sayegh and 2S2P1D models for analysis of asphalt pavement structures in time domain." Road Materials and Pavement Design: 1-25.

Tapsoba, N., H. Baaj, C. Sauzéat, H. Di Benedetto and M. Ech (2016). "3D analysis and modelling of Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST) on asphalt mixes with RAP and roofing shingles." Construction and Building Materials **120**: 393-402.

Tapsoba, N., C. Sauzéat, H. Di Benedetto, H. Baaj and M. Ech (2014). "Behaviour of asphalt mixtures containing reclaimed asphalt pavement and asphalt shingle." Road Materials and Pavement Design **15**(2): 330-347.

Tiouajni, S., H. Di Benedetto, C. Sauzéat and S. Pouget (2011). "Approximation of linear viscoelastic model in the 3 dimensional case with mechanical analogues of finite size: Application to bituminous materials." Road Materials and Pavement Design **12**(4): 897-930.

Voigt, W. (1892). "Ueber innere Reibung fester Körper, insbesondere der Metalle." Annalen der Physik **283**(12): 671-693.

Wakefield, A., M. Anderson, Z. McKay and S. Tighe (2018). "A Review of solvent extraction-recovery procedures and their effect on recovered asphalt binder properties." Can. Tech. Asph. Assoc.

Witczak, M. and O. Fonseca (1996). "Revised predictive model for dynamic (complex) modulus of asphalt mixtures." Transportation Research Record **1540**(1): 15-23.

Xu, J., P. Hao, D. Zhang and G. Yuan (2018). "Investigation of reclaimed asphalt pavement blending efficiency based on micro-mechanical properties of layered asphalt binders." Construction and Building Materials **163**: 390-401.

Yang, J., S. Ddamba, R. UL-Islam, M. Safiuddin and S. L. Tighe (2014). "Investigation on use of recycled asphalt shingles in Ontario hot mix asphalt: a Canadian case study." Canadian Journal of Civil Engineering **41**(2): 136-143.

You, Z., J. Mills-Beale, E. Fini, S. W. Goh and B. Colbert (2011). "Evaluation of low-temperature binder properties of warm-mix asphalt, extracted and recovered RAP and RAS, and bioasphalt." Journal of materials in Civil Engineering **23**(11): 1569-1574.

Yu, H., Z. Leng, Z. Dong, Z. Tan, F. Guo and J. Yan (2018). "Workability and mechanical property characterization of asphalt rubber mixtures modified with various warm mix asphalt additives." Construction and Building Materials **175**: 392-401.

Yu, S., S. Shen, C. Zhang, W. Zhang and X. Jia (2017). "Evaluation of the blending effectiveness of reclaimed asphalt pavement binder." Journal of Materials in Civil Engineering **29**(12): 04017230.

Yusoff, M. and G. Airey (2010). "The 2S2P1D: An excellent linear viscoelastic model." Journal of Civil Engineering, Science and Technology **1**(2): 1-7.

Yusoff, N. I. M., D. Mounier, G. Marc-Stéphane, M. R. Hainin, G. D. Airey and H. Di Benedetto (2013). "Modelling the rheological properties of bituminous binders using the 2S2P1D Model." Construction and Building Materials **38**: 395-406.

Zhang, J., G. S. Simate, X. Hu, M. Souliman and L. F. Walubita (2017). "Impact of recycled asphalt materials on asphalt binder properties and rutting and cracking performance of plant-produced mixtures." Construction and Building Materials **155**: 654-663.

Zhang, K., H. Wen and A. Hobbs (2015). "Laboratory tests and numerical simulations of mixing superheated virgin aggregate with reclaimed asphalt pavement materials." Transportation Research Record **2506**(1): 62-71.

Zhao, S. (2014). "Blending issues of hot and warm mix asphalt containing recycled asphalt pavement and recycled asphalt shingle."

Zhao, S., B. Bowers, B. Huang and X. Shu (2014). "Characterizing rheological properties of binder and blending efficiency of asphalt paving mixtures containing RAS through GPC." Journal of Materials in Civil Engineering **26**(5): 941-946.

Zhao, S., B. Huang, X. Shu and M. E. Woods (2015). "Quantitative characterization of binder blending: How much recycled binder is mobilized during mixing?" Transportation Research Record **2506**(1): 72-80.

Zhou, F., P. Chen and S.-C. Huang (2014). "Characteristics of Virgin and Recycled Asphalt Shingle Binder Blends: Rheological and Chemical Properties." Transportation Research Record **2444**(1): 78-87.

Zhou, F., H. Li, S. Hu, J. W. Button and J. A. Epps (2012). Characterization and best use of recycled asphalt shingles in hot-mix asphalt, Texas. Dept. of Transportation. Research and Technology Implementation Office.

Zhou, F., H. Li, S. Hu, R. Lee, T. Scullion, G. Claros, J. Epps and J. Button (2014). "Evaluation of use of recycled asphalt shingles in HMA." Asphalt Paving Technology 2013: Volume 82, Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists **82**: 367.

Zhou, F., H. Li, R. Lee, T. Scullion and G. Claros (2013). "Recycled asphalt shingle binder characterization and blending with virgin binders." Transportation research record **2370**(1): 33-43.