

Caractérisation rhéologique de mastics bitumineux composés
de fines issues de débris de construction

par

Quentin MICHEL

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

M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 5 JUILLET 2022

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Quentin Michel, 2022



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 oeuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'oeuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE:

M. Michel Vaillancourt, directeur de mémoire
Département génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

M. Alan Carter, codirecteur
Département génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

Mme. Annie Levasseur, présidente du jury
Département génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

M. Éric Lachance-Tremblay, membre du jury
Département génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

M. Jean-Claude Carret, membre du jury
Département génie de la construction à l'École de Technologie Supérieure

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

LE 20 JUIN 2022

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier chaleureusement mon directeur de recherche M. Michel Vaillancourt pour sa disponibilité, ses judicieux conseils et la confiance qu'il m'a accordé à travers une grande autonomie. Je remercie également mon co-directeur M. Alan Carter pour son implication dans ce projet à travers une vision toujours très pertinente lors de mes périodes de doutes. Ce fut un réel enrichissement personnel de pouvoir profiter de votre expertise commune.

Je remercie chaleureusement les membres du jury, tout d'abord le présidente du jury Mme. Annie Levasseur ainsi M. Éric Lachance-Tremblay et M. Jean-Claude Carret pour avoir accepté d'évaluer ce mémoire.

Je souhaite également remercier les techniciens de laboratoire, M. Francis Bilodeau, M. Sylvain Bibeau, M. Alexis Vadeboncoeur pour le temps et l'aide qu'ils m'ont accordé afin de mettre en oeuvre l'ensemble des essais de laboratoire. Grâce à votre bienveillance et votre expérience, j'ai pu réaliser les essais dans les meilleures conditions possibles. Je remercie également Marc-André, Gabriel, Diego, Éric, Abdeldjalil ainsi que toutes les personnes du LCMB qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce projet. Les moments passés ensemble ont rendu mon séjour à l'ÉTS très agréable, j'en garderai toujours un excellent souvenir.

Enfin, je remercie mes parents Francis et Lucette qui m'ont toujours soutenu moralement et financièrement dans la poursuite de mes études. Ce n'est qu'aujourd'hui que je prend pleinement conscience de la chance que cela représente. Je remercie également ma compagne Émilie qui a tout quitté pour me suivre dans cette aventure de l'autre côté de l'Atlantique. Merci pour ton amour, ta patience et ton soutien indéfectible.

Caractérisation rhéologique de mastics bitumineux composés de fines issues de débris de construction

Quentin MICHEL

RÉSUMÉ

Chaque année au Québec, 400 000 tonnes de résidus de criblage fin issues des débris de construction, de rénovation et de démolition (CRD) sont envoyées dans les lieux d'enfouissement technique en tant que matériau de recouvrement.

L'objectif de ce projet est d'étudier l'influence des fines de post-consommation sur le comportement rhéologique des mastics bitumineux afin de trouver une voie de revalorisation de ces matériaux. Pour ce faire, 7 fines de CRD (béton, gypse, céramique, porcelaine, verre, calcaire et brique), 2 fines industrielles (chaux hydratée et argile) ainsi que 3 fines composées de matériaux de CRD combinés (2 naturels et 1 artificiel) ont été étudiées. Leurs propriétés principales (densité, granulométrie, indice de Rigden et valeur au bleu de méthylène) ont été déterminées. Pour chaque fine, des mastics ont été réalisés à partir d'un bitume PG 64H-28 et de 4 teneurs massiques en fines (20, 40, 60 et 70%).

Le comportement rhéologique des mastics a été principalement étudié à partir d'essais de cisaillement dynamique et les courbes maîtresses des mastics ont été obtenues à l'aide d'une méthode basée sur les relations de Kramers-Kronig. L'utilisation du coefficient de renforcement complexe C_R^* a permis de comparer les différents mastics, de mettre en avant l'influence de la nature des fines ainsi que de leur teneur. De plus, différents modèles prédictifs du pouvoir rigidifiant basés sur les propriétés des fines ont été étudiés. Enfin, un modèle 2S2P1D a été appliqué sur l'ensemble des mastics et une méthode améliorant la calibration du modèle est proposée.

Les résultats des essais montrent que l'ajout de fines de CRD augmente la rigidité des mastics bitumineux ainsi que le module élastique. Ces résultats montrent également que la granulométrie des particules, leur indice des vides de Rigden ainsi que leur concentration dans les mastics sont les principaux paramètres qui influencent le comportement rhéologique des mastics. Enfin, il est observé que la présence de fibres dans les fines issues de résidus de criblage fin influence grandement le comportement des mastics.

Mots-clés: rhéologie, mastic, fines de CRD, module complexe de cisaillement, 2S2P1D

Rheological characterisation of bituminous mastics composed of fines from construction debris

Quentin MICHEL

ABSTRACT

Each year in Quebec, 400 000 tonnes of fine screening residues from deconstruction, renovation and demolition (CRD) debris are sent to technical landfills as covering material.

The objective of this project is to study the influence of post-consumer fines on the rheological behavior of bituminous mastics in order to find a way to recycle these materials. To do this, 7 CRD fines (concrete, gypsum, ceramic, porcelain, glass, limestone and brick), 2 industrial fines (hydrated lime and clay) and 3 fines composed of CRD materials combined (2 natural and 1 artificial) were studied. Their main properties (density, grain size, Rigden Void's and methylene blue value) were determined. For each fine, mastics were made from PG 64H-28 bitumen and 4 fines content (20, 40, 60 and 70%) by weight.

The rheological behaviour of the mastic was mainly studied from dynamic shear tests and the master curves of the mastics were obtained using a method based on Kramers-Kronig relations. The use of complex reinforcement coefficient C_R^* has made it possible to compare the different mastics, to highlight the influence of the nature of the fines as well as their content. In addition, different predictive models of the stiffening power based on the properties of fines have been studied. Finally, a 2S2P1D model was applied to all mastics and a method improving the calibration of the model is proposed.

Results of the tests show that the addition of CRD fines increase the stiffness of bituminous mastics as well as their elastic modulus. These results also show that the particle size, the Rigden Voids and the content of fines in mastics are the main parameters influencing the rheological behaviour of the mastics. Finally, it is observed that the presence of fibers in fines of the screening residues greatly influence the behaviour of mastics.

Keywords: rheology, mastic, CRD fines, shear complex modulus, 2S2P1D

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Problématique des fines de CRD	3
1.1.1 Contexte des centres de tri Québécois	3
1.1.2 Les procédés de tri	3
1.1.3 Marchés de revalorisation pour les gros débris de CRD	4
1.1.4 Cas des résidus de criblage fin	5
1.1.4.1 Granulométrie des résidus de criblage	5
1.1.4.2 Composition des résidus de criblage	5
1.1.4.3 Enjeux et possibilité de revalorisation	6
1.2 Généralités sur le bitume	7
1.2.1 Définition et domaines d'application	7
1.2.2 Fabrication	7
1.2.3 Classification	8
1.2.4 Composition chimique	10
1.2.5 Structure moléculaire du bitume	11
1.3 Comportement rhéologique des liants bitumineux	12
1.3.1 Les différents domaines de comportement : influence de T et ε	12
1.3.2 Matériau viscoélastique	13
1.3.3 Matériau viscoélastique linéaire	13
1.3.4 Fonctions de fluage et de relaxation	13
1.3.4.1 Fonction de fluage (ou de retard)	13
1.3.4.2 Fonction de relaxation	14
1.3.5 Module complexe de cisaillement G^*	15
1.3.6 Principe d'équivalence temps-température (PETT) et loi WLF	16
1.4 Les mastics	18
1.4.1 Définition	18
1.4.2 Rhéologie des suspensions	19
1.4.3 Principaux effets de l'ajout de fines dans le bitume	19
1.4.4 Mécanisme de renforcement par ajout de fines	20
1.4.5 Les fines : principales caractéristiques	21
1.4.5.1 Densité	21
1.4.5.2 Granulométrie	21
1.4.5.3 Forme des particules	23
1.4.5.4 Indice des vides intergranulaire/Indice de Rigden	23
1.4.5.5 Surface spécifique/Valeur au bleu de méthylène	24
1.4.6 Mastics bitumineux composés de fines de CRD	25
1.5 Modélisation du comportement rhéologique	26
1.5.1 Les éléments rhéologiques de base	27

1.5.1.1	Élastique linéaire : le ressort	27
1.5.1.2	Élastique visqueux : l'amortisseur	27
1.5.1.3	Élément à fluage parabolique	28
1.5.2	Modèle de Huet	29
1.5.3	Modèle de Huet-Sayegh	31
1.5.4	Modèle 2S2P1D	32
1.6	Synthèse de la revue de littérature	32
CHAPITRE 2 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL		35
2.1	Présentation des objectifs	35
2.2	Matériaux étudiés	35
2.2.1	Choix des matériaux	35
2.2.2	Nomenclature et origine des matériaux	36
2.3	Choix des essais	37
2.4	Présentation de l'essai de module complexe de cisaillement	38
2.4.1	Principe de fonctionnement du DSR	38
2.4.2	Détermination de la limite du domaine viscoélastique linéaire	40
2.4.3	Domaine d'étude du comportement rhéologique	40
2.5	Processus de réduction des résidus de CRD	41
2.6	Cas des combinés naturels 1 et 2	41
2.7	Confection des mastics	44
CHAPITRE 3 PRÉSENTATION ET ANALYSE DES CARACTÉRISTIQUES		
DU BITUME ET DES FINES DE CRD		49
3.1	Caractérisation du bitume PG 64H-28	49
3.1.1	Principales caractéristiques du PG 64H-28	49
3.1.2	Observation du PG 64H-28 au MEB	49
3.2	Caractérisation des fines de CRD	51
3.2.1	Densité	51
3.2.2	Teneur en eau	51
3.2.3	Granulométrie des matériaux	52
3.2.3.1	Courbes granulométriques	52
3.2.3.2	Influence de l'indice de réfraction	54
3.2.3.3	Coefficients d'uniformité et de courbure, module de finesse	56
3.2.4	Valeur au bleu de méthylène - Surface spécifique	57
3.2.5	Indice des vides intergranulaires	60
3.2.6	Teneur en matière organique	61
3.2.7	Observation des fines au MEB	62
CHAPITRE 4 PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS DES ESSAIS		
DES MASTICS		69
4.1	Pénétrabilité à l'aiguille	69
4.2	Essai de module complexe de cisaillement	70

4.2.1	Explication complète d'un résultat : PG 64H-28	70
4.2.1.1	Détermination des limites du domaine VEL	70
4.2.1.2	Résultats essai de module complexe de cisaillement	72
4.2.1.3	Mise en lumière de quelques points de vigilance	75
4.2.1.4	Construction de la courbe maîtresse à partir des relations de Kramers-Kronig	79
4.2.1.5	Application de la loi WLF	81
4.2.2	Limite du domaine VEL des mastics	82
4.3	Loi WLF pour les mastics	84
4.4	Étude du comportement rhéologique des mastics dans le domaine VEL	85
4.4.1	Présentation des résultats iso-fines	86
4.4.2	Analyse des résultats	90
4.4.2.1	Analyse transversale	90
4.4.2.2	Cas particulier 1 : Mastics composés de fines de béton	91
4.4.2.3	Cas particulier 2 : Mastics composés de fines de verre	93
4.4.2.4	Cas particulier 3 : Mastics composés de fines des combinés naturels 1 et 2	94
4.4.2.5	Non-unicité de la courbe de Black de certains mastics	95
4.4.3	Présentation des résultats iso-teneur en fines	96
4.4.3.1	Teneur en fines : 20% massique	96
4.4.3.2	Teneur en fines : 40% massique	98
4.4.3.3	Teneur en fines : 60% massique	100
4.4.3.4	Teneur en fines : 70% massique	101
4.4.4	Comparaison CN1 et CN2	103
4.4.5	Comparaison CAr et CAr théorique	105
4.5	Points de vigilance	107
4.5.1	Évolution de l'écart de recollement à 34°C	107
4.5.2	Évolution de l'écart entre la limite VEL et la distorsion appliquée	109
4.5.3	Évolution du ratio de contrainte de cisaillement/normale	111
4.6	Étude du coefficient de renforcement complexe C_R^*	113
4.7	Synthèse des analyses	117
CHAPITRE 5 MODÉLISATION DES COMPORTEMENTS RHÉOLOGIQUES		119
5.1	Étude de différents modèles prédictifs du coefficient de renforcement	119
5.1.1	Étude d'un modèle prédictif de l'effet rigidifiant des fines de CRD à partir de leurs propriétés	119
5.1.2	Validation du modèle $ C_R^* = (a+bX^2)^2$	122
5.2	Modélisation 2S2P1D	129
5.2.1	Méthode de calibration du modèle appliquée au PG 64H-28	130
5.2.2	Étude des critères de qualité de la calibration	133
5.2.3	Application de la méthode de calibration à l'ensemble des mastics	137
5.2.4	Étude de la qualité de calibration des modèles 2S2P1D	142
5.2.5	Variation des coefficients du modèle 2S2P1D	144

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	147
ANNEXE I RÉSULTATS SUR PROPRIÉTÉS DES FINES DE CRD	151
ANNEXE II FICHE TECHNIQUE DU BITUME PG 64H-28	153
ANNEXE III SCRIPT PYTHON PERMETTANT LA DÉTERMINATION DES COEFFICIENTS DE TRANSLATION GRÂCE AUX RELATIONS DE KRAMERS-KRONIG	155
ANNEXE IV COEFFICIENTS DES MODÈLES 2S2P1D DES MASTICS	157
LISTE DES RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	159

LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau 1.1	Classification des bitumes en usage au Québec en fonction de la zone climatique Adapté de la DGLC (2019, p. 1)	10
Tableau 1.2	Gradation d'un filler selon ASTM D242	19
Tableau 1.3	Signification de la valeur du coefficient d'uniformité C_u Adapté de Ramirez Cardona (2022)	22
Tableau 2.1	Composition du combiné artificiel	36
Tableau 2.2	Correspondance entre teneur massique et teneur volumique	45
Tableau 2.3	Récapitulatif des mastics confectionnés (O : Oui; X : Non)	47
Tableau 3.1	Propriétés du bitume PG 64H-28	49
Tableau 3.2	Densité et teneur en eau des fines	52
Tableau 3.3	D_x des courbes granulométriques	54
Tableau 3.4	C_u , C_c et MF des fines	57
Tableau 3.5	VBM, S_s et pH des fines	59
Tableau 3.6	Indice de Rigden des fines	61
Tableau 3.7	Teneur en eau et teneur en matières organiques des combinés naturels	62
Tableau 4.1	Coefficients de translation du bitume PG 64H-28 (Tréf = 10°C)	81
Tableau 4.2	Rappel des propriétés des combinés naturels 1 et 2	104
Tableau 4.3	Rappel des propriétés du combiné artificiel et de leur valeur théorique	106
Tableau 5.1	Corrélation de différentes combinaisons de propriétés des fines de CRD avec leur pouvoir rigidifiant à (10°C;10Hz)	121
Tableau 5.2	Coefficient b des fines de CRD et coefficient de corrélation	125
Tableau 5.3	Corrélation entre les propriétés des fines et le coefficient b (avec argile)	127

Tableau 5.4	Corrélation entre les propriétés des fines et le coefficient b (sans argile)	128
Tableau 5.5	Paramètres du modèle 2S2P1D selon les quatre méthodes de calibration	133
Tableau 5.6	Critères de qualité de la calibration du modèle	134
Tableau 5.7	Indicateurs de calibration du modèle 2S2P1D sur la norme de G* selon les quatre méthodes de calibration	135
Tableau 5.8	Indicateurs de calibration du modèle 2S2P1D sur la phase de G* selon les quatre méthodes de calibration	135

LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1.1	Schéma simplifié du processus de tri des déchets de CRD dans un centre de tri	4
Figure 1.2	Répartition granulométrique des résidus de criblage fin de CRD	5
Figure 1.3	Composition des résidus de criblage fin	6
Figure 1.4	Schéma de la distillation du bitume	8
Figure 1.5	Définition des niveaux de sollicitation en fonction de $J_{n,r}$ et R	10
Figure 1.6	Schématisation de la structure colloïdale du bitume	11
Figure 1.7	Classes de comportement des liants bitumineux en fonction de T et $ \varepsilon $	12
Figure 1.8	Expérience d'effacement	13
Figure 1.9	Principe de superposition de Boltzmann	13
Figure 1.10	Expérience de fluage	14
Figure 1.11	Expérience de relaxation	15
Figure 1.12	Écarts entre une courbe de contrainte de cisaillement et une courbe de distorsion	16
Figure 1.13	Construction des courbes maîtresses	18
Figure 1.14	Schéma décrivant les effets d'interface bitume-fine	20
Figure 1.15	Schéma d'un ressort	27
Figure 1.16	Schéma d'un amortisseur	28
Figure 1.17	Schéma d'un élément à fluage parabolique	29
Figure 1.18	Schéma du modèle de Huet	30
Figure 1.19	Schéma du modèle de Huet-Sayegh	31
Figure 1.20	Schéma du modèle 2S2P1D	32
Figure 2.1	Présentation du rhéomètre à cisaillement dynamique	39

Figure 2.2	Résidus de criblage de CRD avant tamisage grossier	42
Figure 2.3	Granulométrie des combinés naturels avant tamisage fin	43
Figure 2.4	Résidus de criblage de CRD après tamisage grossier	43
Figure 2.5	Observation du combiné naturel 1 après tamisage grossier	44
Figure 2.6	Mise en évidence du défaut d'enrobage de certains mastics	46
Figure 3.1	PG 64H-28 au MEB, grossissement x25	50
Figure 3.2	Visualisation de la fonte de la surface du bitume par le MEB	51
Figure 3.3	Courbes granulométriques des fines	53
Figure 3.4	Influence de l'indice de réfraction sur la mesure de la granulométrie du combiné artificiel	55
Figure 3.5	Détermination de la VBM des fines d'argile, méthode de la tache	59
Figure 3.6	Fines de béton	63
Figure 3.7	Fines de chaux hydratée	63
Figure 3.8	Fines de verre	64
Figure 3.9	Fines de porcelaine	64
Figure 3.10	Fines de céramique	64
Figure 3.11	Fines de brique	65
Figure 3.12	Fines de gypse	65
Figure 3.13	Fines d'argile	65
Figure 3.14	Fines de calcaire	66
Figure 3.15	Fines du combiné artificiel	66
Figure 3.16	Fines du combiné naturel 1	66
Figure 3.17	Fines du combiné naturel 2	67
Figure 4.1	Pénétrabilité à l'aiguille des mastics	69

Figure 4.2	Limite de VEL PP25 PG 64H-28 (40°C, 10Hz)	71
Figure 4.3	Limite de VEL PP8 PG 64H-28 (4°C, 10Hz)	71
Figure 4.4	Évolution de la norme de G^* du bitume PG 64H-28	72
Figure 4.5	Évolution de l'angle de phase de G^* du bitume PG 64H-28	73
Figure 4.6	Courbe dans l'espace de Black du bitume PG 64H-28	74
Figure 4.7	Courbe dans le plan Cole-Cole du bitume PG 64H-28	75
Figure 4.8	Écarts entre les limites VEL et les distorsions appliquées	77
Figure 4.9	Évolution du ratio contrainte normale/contrainte de cisaillement	78
Figure 4.10	Construction courbe maîtresse $ G^* $ PG 64H-28	80
Figure 4.11	Construction courbe maîtresse φ PG 64H-28	81
Figure 4.12	Évolution des coefficients aT du bitume en fonction de la température (Tréf = 10°C)	82
Figure 4.13	Géométrie PP25 (40°C, 10Hz)	83
Figure 4.14	Géométrie PP8 (4°C, 10Hz)	83
Figure 4.15	Coefficients C_1 et C_2 de la loi WLF des mastics (Tréf = 10°C)	85
Figure 4.16	Résultats DSR des mastics composés de fines de chaux hydratée	86
Figure 4.17	Résultats DSR des mastics composés de fines de béton	86
Figure 4.18	Résultats DSR des mastics composés de fines de gypse	87
Figure 4.19	Résultats DSR des mastics composés de fines de brique	87
Figure 4.20	Résultats DSR des mastics composés de fines de verre	87
Figure 4.21	Résultats DSR des mastics composés de fines de porcelaine	88
Figure 4.22	Résultats DSR des mastics composés de fines de calcaire	88
Figure 4.23	Résultats DSR des mastics composés de fines de céramique	88
Figure 4.24	Résultats DSR des mastics composés de fines d'argile	89

Figure 4.25	Résultats DSR des mastics composés de fines du combiné artificiel	89
Figure 4.26	Résultats DSR des mastics composés de fines du combiné naturel 1	89
Figure 4.27	Résultats DSR des mastics composés de fines du combiné naturel 2	90
Figure 4.28	Mastics 20Be et 40Be observés au MEB	93
Figure 4.29	Mastics 60Be et 70Be observés au MEB	93
Figure 4.30	Mastics 40CN1 et 40CN2 observés au MEB	95
Figure 4.31	Courbes maîtresses de $ G^* $ des mastics avec 20% de teneur en fines	97
Figure 4.32	Courbes de Black des mastics avec 20% de teneur en fines	97
Figure 4.33	Courbes maîtresses de $ G^* $ des mastics avec 40% de teneur en fines	99
Figure 4.34	Courbes de Black des mastics avec 40% de teneur en fines	99
Figure 4.35	Courbes maîtresses de $ G^* $ des mastics avec 60% de teneur en fines	100
Figure 4.36	Courbes de Black des mastics avec 60% de teneur en fines	101
Figure 4.37	Courbes maîtresses de $ G^* $ des mastics avec 70% de teneur en fines	102
Figure 4.38	Courbes de Black des mastics avec 70% de teneur en fines	102
Figure 4.39	Comparaison de la granulométrie des combinés naturels 1 et 2	103
Figure 4.40	Comparaison des résultats de DSR des mastics composés de fines des combinés naturels 1 et 2	104
Figure 4.41	Comparaison de la granulométrie du combiné artificiel avec sa granulométrie théorique	105
Figure 4.42	Comparaison des résultats de DSR des mastics composés de fines du combiné artificiel avec les résultats théoriques	107
Figure 4.43	Ratio moyen de recollement 34°C en fonction du mastic	109
Figure 4.44	Moyenne des écarts normalisés entre la limite VEL et la distorsion appliquée en fonction du mastic	111
Figure 4.45	Évolution des ratios de contrainte normale/contrainte de cisaillement en fonction du mastic	112

Figure 4.46	$ C_R^* $ en fonction de la nature et de la teneur en fines (10°C;10Hz)	114
Figure 4.47	φ_R en fonction de la nature et de la teneur en fines (10°C;10Hz)	115
Figure 4.48	Évolution de C_R^* des mastics avec 20% de fines (-14°C à +34°C;10Hz) ...	116
Figure 4.49	Évolution de C_R^* des mastics avec 40% de fines (-14°C à +34°C;10Hz) ...	116
Figure 4.50	Évolution de C_R^* des mastics avec 60% de fines (-14°C à +34°C;10Hz) ...	117
Figure 4.51	Évolution de C_R^* des mastics avec 70% de fines (-14°C à +34°C;10Hz) ...	117
Figure 5.1	Résultats prédictifs de $ C_R^*(10°C,10Hz) $ avec pour unique variable RV (Partie 1)	122
Figure 5.2	Résultats prédictifs de $ C_R^*(10°C,10Hz) $ avec pour unique variable RV (Partie 2)	122
Figure 5.3	Détermination des coefficients b propres à chacune des fines de CRD	124
Figure 5.4	Étude de corrélation avec le modèle prédictif du type $Y = (1+bX^2)^2$	126
Figure 5.5	Modèles 2S2P1D des courbes maitresses de la norme de G^* du PG 64H-28 selon les quatre calibrations	131
Figure 5.6	Modèles 2S2P1D des courbes maitresses de la phase de G^* du PG 64H-28 selon les quatre calibrations	131
Figure 5.7	Modèles 2S2P1D des courbes de Black du PG 64H-28 selon les quatre calibrations	132
Figure 5.8	Modèles 2S2P1D des courbes Cole-Cole du PG 64H-28 selon les quatre calibrations	132
Figure 5.9	Écart normalisé entre le modèle 2S2P1D et les points expérimentaux du PG 58-58 selon la calibration Black	137
Figure 5.10	CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 20% de fines	138
Figure 5.11	Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 20% de fines ...	138
Figure 5.12	CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 40% de fines	139
Figure 5.13	Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 40% de fines ...	139
Figure 5.14	CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 60% de fines	140

Figure 5.15	Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 60% de fines	140
Figure 5.16	CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 70% de fines	141
Figure 5.17	Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 70% de fines	141
Figure 5.18	Évolution de l'écart normalisé moyen entre le modèle 2S2P1D et les résultats expérimentaux pour chacun des mastics	144
Figure 5.19	Variation des paramètres h et k des modèles 2S2P1D des mastics	145
Figure 5.20	Variation des paramètres beta et delta des modèles 2S2P1D des mastics	146

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

2S2P1D	2 Springs 2 Parabolics 1 Dash-pot
3RMCDQ	Regroupement des Récupérateurs et de Recycleurs de Matériaux de Construction et de Démolition du Québec
AASHTO	American Association of State Highway and Transportation Officials
ASTM	American Society for Testing and Materials
BBR	Bending beam rheometer
BS	British Standard
CRD	Construction, rénovation, démolition
DRX	Diffractomètre à rayons-X
DSR	Dynamic shear rheometer (Rhéomètre à cisaillement dynamique)
EN	Norme Européenne
ETS	École de technologie supérieure
IQC	Indice de qualité de la commande
LAS	Linear amplitude sweep
LCMB	Laboratoire sur les chaussées et matériaux bitumineux
LEDCD	Lieu d'enfouissement des débris de construction et de démolition
LET	Lieu d'enfouissement technique
MEB	Microscope électronique à balayage
MF	Module de finesse
MSCR	Multiple stress creep recovery
MTQ	Ministère des Transports du Québec
NF	Norme Française
PETT	Principe d'équivalence temps-température
RV	Rigden voids

SHRP Strategic Highway Research Programm

VBM Valeur au bleu de méthylène

VEL Viscoélastique linéaire

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

C_c	Coefficient de courbure
C_u	Coefficient d'uniformité
D_x	Dimension du granulat à x% passant
E^*	Module complexe
$ E^* $	Module dynamique (norme du module complexe)
E_0	Module statique quand $\omega\tau \rightarrow 0$
E_1	Module élastique
E_2	Module visqueux
E_∞	Module vitreux quand $\omega\tau \rightarrow \infty$
ε	Déformation
$\dot{\varepsilon}$	Dérivée temporelle de la déformation
f	Fréquence
G^*	Module complexe de cisaillement
$ G^* $	Module dynamique de cisaillement
G_0	Module statique de cisaillement quand $\omega\tau \rightarrow 0$
G_1	Module élastique de cisaillement
G_2	Module visqueux de cisaillement
G_∞	Module vitreux de cisaillement quand $\omega\tau \rightarrow \infty$
i	Le nombre complexe tel que $i^2 = -1$
J	Fonction de retard
R	Fonction de relaxation
S_s	Surface spécifique
σ	Contrainte
T	Température

T_g Température de transition vitreuse

T_{ref} Température de référence

φ Angle de phase

ω Pulsation

pH Potentiel hydrogène

INTRODUCTION

Chaque année, les centres de tri du Québec reçoivent en moyenne 1,85 million de tonnes de débris en provenance des chantiers de construction, de rénovation ou de démolition (CRD) (RECYC-QUÉBEC, 2017). Ces matériaux de post-consommation proviennent majoritairement du secteur du bâtiment et du secteur routier. Les bonnes pratiques comme l'écogestion de chantier et la destruction sélective des bâtiments favorisent une réduction à la source des déchets ainsi que le réemploi de ces matériaux dans d'autres projets (Küpfer et Fiver, 2011). Néanmoins, il reste toujours une part importante de déchets de CRD qu'il faut traiter à travers des filières de recyclage et de revalorisation grâce aux centres de tri et aux écocentres.

A l'issue des procédés de concassage et de tamisage des débris de CRD, près de 25% des débris, soit environ 400 000 tonnes, sont réduits en fines particules d'une taille moyenne inférieure à 2,5 cm (Chamard et CTTEI, 2017). 97% de ces débris, appelés résidus de criblage fin, sont utilisés comme matériaux de recouvrement dans les lieux d'enfouissement technique (LET) et les lieux d'enfouissement des débris de construction et de démolition (LEDCD) (Chamard et CTTEI, 2017).

Ce projet de recherche s'inscrit dans la lignée de nombreux autres visant à incorporer ces matériaux de post-consommation dans les chaussées bitumineuses via l'ajout de fillers de CRD dans le bitume. Afin de bien comprendre le comportement d'un enrobé bitumineux, il est nécessaire d'étudier le comportement rhéologique du mastic qui joue le véritable liant entre les granulats (Delaporte, 2006). Pour mener à bien cette étude, plusieurs types de matériaux recyclés simples ou combinés sont ajoutés à un bitume de référence. Le comportement rhéologique des mastics ainsi confectionnés est étudié à l'aide d'un rhéomètre à cisaillement dynamique, *Dynamic Shear Rheometer* (DSR), qui permet d'obtenir le module complexe de cisaillement d'un mastic sur une grande plage de températures et de fréquences de sollicitations.

Ce mémoire inclut, en plus de cette introduction et de la conclusion, les 5 chapitres suivants :

- Le chapitre 1 présente une revue de la littérature axée les mastics composés de fines de CRD ainsi sur la modélisation de leur comportement rhéologique.
- Le chapitre 2 énonce la problématique de recherche, le programme expérimental ainsi que le choix des matériaux sélectionnés pour cette étude.
- Le chapitre 3 présente les résultats des différents essais visant à caractériser les fines issues de débris de CRD.
- Le chapitre 4 présente les résultats des essais de pénétrabilité à l'aiguille et de module complexe de cisaillement de l'ensemble des mastics confectionnés. Une méthode optimisée de la construction des courbes maîtresses est également présentée.
- Le chapitre 5 est axé sur la modélisation des comportements rhéologiques des mastics. Une première partie porte la mise en place de modèles prédictifs de la rigidification des mastics à partir des propriétés des fines de CRD. Une deuxième partie porte sur la calibration et l'analyse des modèles 2S2P1D appliqués aux résultats de module complexe de cisaillement des mastics.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Problématique des fines de CRD

1.1.1 Contexte des centres de tri Québécois

Le Bilan 2015 réalisé par RECYC-QUÉBEC indique que l'objectif d'acheminer au moins 70% des déchets de CRD vers les centres de tri a été atteint, dans le cadre du plan d'action 2011-2015. En 2015, d'après une consultation auprès de 37 des 48 centres de tri du Québec, il est estimé que 1,85 million de tonnes de déchets de CRD ont été traité par les centres de tri (RECYC-QUÉBEC, 2017). Les 37 centres consultés totalisent 1,63 million de tonnes de débris de CRD entrant pour 1,49 million de tonnes sortant. D'après cette consultation, 53% des débris de CRD (794 000 tonnes) en sortie des centres de tri ont pu être recyclés ou revalorisés énergétiquement, 23% (343 000 tonnes) ont été éliminés et le reste, 24% (350 000 tonnes), correspond aux résidus de criblage envoyés dans des LET ou des LEDCD comme matériaux de recouvrement.

1.1.2 Les procédés de tri

Les procédés de tri utilisés dans les centres de tri sont multiples et dépendent principalement du volume annuel de déchets traités. Néanmoins, il est possible d'établir un schéma simplifié du processus de tri effectué dans les centres (Figure 1.1).

Les déchets arrivant au centre de tri sont tout d'abord transportés sur des convoyeurs à travers une succession de tamis vibrants afin de séparer les débris grossiers ($>25,4\text{cm}$) des débris fins. Le tri manuel du flux principal permet de séparer le bois, le béton, les métaux et les plastiques non recyclables. D'autre part, les débris plus petits que 25,4cm vont subir à nouveau un tamisage visant à séparer les particules les plus fines ($<5\text{cm}$), aussi appelés résidus de criblage, du flux secondaire. Ce dernier va passer par un séparateur densimétrique qui va permettre, grâce à un système d'eau, d'air et d'optiques, de séparer les matériaux lourds (agrégats minéraux, métaux) des matériaux légers (bois, plastique, carton). Enfin, ces fractions lourdes et légères vont être séparées une nouvelle fois à l'aide d'un jeu de convoyeurs.

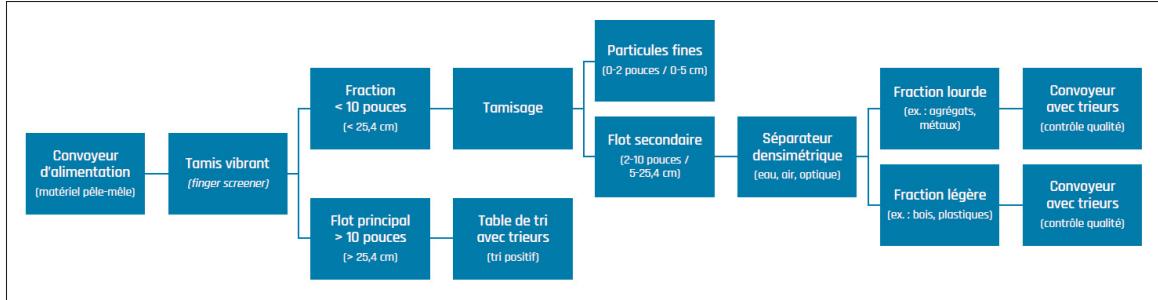


FIGURE 1.1 Schéma simplifié du processus de tri des déchets de CRD dans un centre de tri

Tiré de RECYC-QUÉBEC (2018, p. 5)

1.1.3 Marchés de revalorisation pour les gros débris de CRD

Une fois les débris de plus de 5cm séparés en fonction de leur nature, il est alors question de leur recyclage afin de leur donner une deuxième vie. Il existe de nombreux marchés de revalorisation pour ces matériaux de post-consommation.

Par exemple, le bois trié est envoyé vers des filières de valorisation énergétique (63%) pour alimenter les papeteries et les cimenteries ainsi que vers des filières de recyclage (37%) pour la fabrication de nouveaux panneaux de particules comme le mélaminé (3RMCDQ, 2019). Le gypse peut être réduit en poudre et réinséré dans le processus de production des plaques de plâtre (RECYC-QUÉBEC, 2018). Les bardeaux d'asphalte peuvent être recyclés par les fabricants d'enrobé (Paradis, 2016) ou valorisés énergétiquement. Les métaux sont facilement réutilisés par les fonderies et les ferrailleurs. Les granulats de roche peuvent être réutilisés tels quels par les fabricants d'enrobé ou de béton. Enfin, les particules de plastique, souvent mélangées, peuvent être recyclées via des conditionneurs et/ou valorisées énergétiquement (RECYC-QUÉBEC, 2018).

Comme le montrent ces différents exemples, il est relativement facile de revaloriser un débris de CRD à condition qu'il soit adéquatement trié et ne soit pas pollué par la présence d'autres matériaux.

1.1.4 Cas des résidus de criblage fin

1.1.4.1 Granulométrie des résidus de criblage

Le recyclage des résidus de criblage (ou de tamisage) fin est plus délicat. En effet, à cause de leur fine granulométrie (<5cm), il est difficile de séparer et d'isoler les différents matériaux mélangés. Après une récolte d'échantillons de résidus de criblage fin dans divers centres de tri du Québec, une analyse granulométrique a été réalisée et montre que la majorité des particules se situe entre 500µm et 2cm (Chamard et CTTEI, 2017). Aussi, il y a une proportion non négligeable de particules très fines dans les résidus de criblage (Figure 1.2). Par ailleurs, les processus de tamisage ont tendance à fragmenter les matériaux ce qui tend à augmenter la proportion de particules fines.

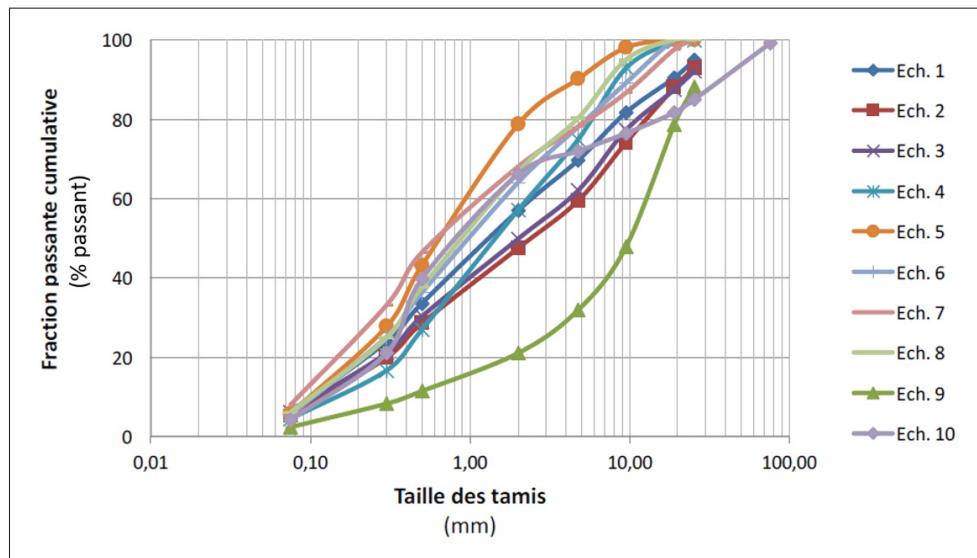


FIGURE 1.2 Répartition granulométrique des résidus de criblage fin de CRD

Tiré de Chamard et CTTEI (2017, p. 29)

1.1.4.2 Composition des résidus de criblage

Il est assez compliqué d'établir une composition moyenne des résidus de criblage fin applicable à l'ensemble des centre de tri du Québec. En effet, chaque centre ayant ses spécificités locales, d'un centre à l'autre la composition des résidus de criblage est très hétérogène et une grande variabilité est observée (Chamard et CTTEI, 2017). Cependant, la figure 1.3 donne une idée de

la répartition des matériaux composant les résidus de criblage. On dénombre pas moins d'une quinzaine de matériaux différents couvrant l'ensemble des domaines d'utilisation du secteur du bâtiment et du secteur routier. De plus, on remarque que certains matériaux sont regroupés sous une même catégorie, comme c'est le cas pour le béton et la brique, la céramique et la porcelaine ou encore le papier et le carton, ce qui complique un peu plus la détermination précise de la composition des résidus de criblage fin.

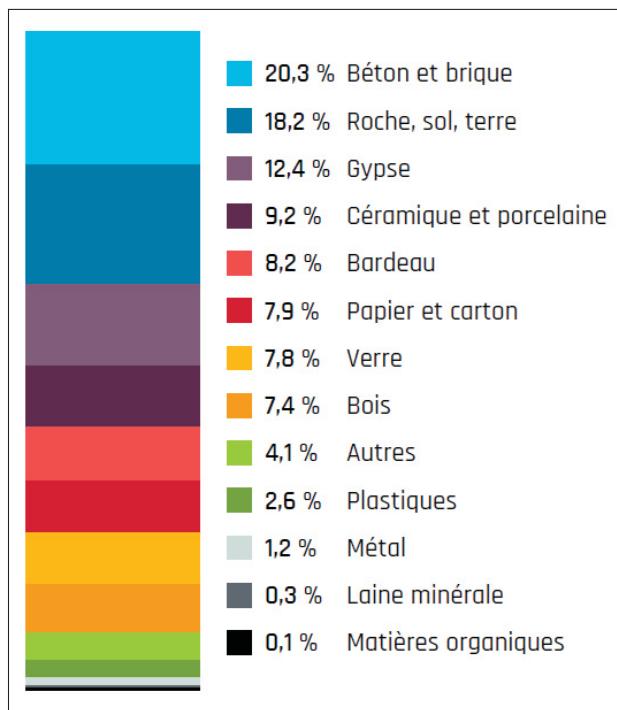


FIGURE 1.3 Composition des résidus de criblage fin

Adapté de Chamard et CTTEI (2017, p. 30)

1.1.4.3 Enjeux et possibilité de revalorisation

De part leur composition très hétérogène et de leur granulométrie fine en comparaison aux autres débris de CRD, il est difficile de séparer les matériaux des résidus de criblage en fonction de leur nature. Actuellement, 97% des résidus de criblage, soit environ 400 000 tonnes, sont utilisés annuellement comme matériau de recouvrement dans les LET ou les LEDCD (Chamard et CTTEI, 2017). Bien que composés d'une multitude de matériaux divers, les résidus de criblage fin possèdent toujours des propriétés mécaniques qui peuvent s'avérer intéressantes si l'on trouve

la bonne application. De plus, des restrictions réglementaires se mettent en place afin de limiter voire d'interdire l'utilisation des résidus de criblage comme matériau de recouvrement. En effet, le soufre contenu dans le gypse se transforme, au contact d'un milieu humide, en sulfure d'hydrogène H_2S qui dégage une odeur nauséabonde.

Ainsi, dans une démarche de recyclage des déchets fins de CRD, il est intéressant d'explorer les pistes de revalorisation de ces matériaux, à travers notamment de potentielles applications dans le domaine des chaussées bitumineuses.

1.2 Généralités sur le bitume

1.2.1 Définition et domaines d'application

Il existe plusieurs définitions du bitume. La norme européenne EN 12597 définit le bitume comme étant un matériau « non volatil, adhésif et hydrophobe, dérivé du pétrole ou présent dans l'asphalte naturel. De plus, il est entièrement soluble dans le toluène ou presque, et très visqueux ou presque solide à température ambiante ». Le bitume a généralement une teinte brunâtre à noirâtre. Chaque année, 95% des 110 millions de tonnes de bitume produits à travers le monde sont consommées par l'industrie routière pour la fabrication de chaussées souples (Lesueur, 2009). Le restant, environ 5%, est quant à lui utilisé dans les toitures des bâtiments, via les bardes d'asphalte, mais aussi pour la confection de produits imperméabilisants.

1.2.2 Fabrication

Bien que le bitume puisse être extrait de sources naturelles, il est principalement obtenu par raffinage du pétrole brut (Figure 1.4). Le pétrole non raffiné subit tout d'abord une distillation atmosphérique à 350°C afin de séparer les composés légers des lourds. Ensuite, les résidus de cette première distillation subissent une seconde distillation à une température comprise entre 350°C et 425°C, sous des pressions variant de 0,01 à 0,1 bars (Lesueur, 2009). Le bitume est alors le résidu de cette seconde distillation sous vide. La provenance du pétrole ainsi que les processus de raffinage influent sur les caractéristiques du bitume obtenu. Le bitume peut être utilisé en l'état ou, si l'on souhaite abaisser sa viscosité, mélangé avec des huiles de fluxage (bitume fluxé) ou mélangé avec de l'eau à l'aide d'un savon (émulsion de bitume).

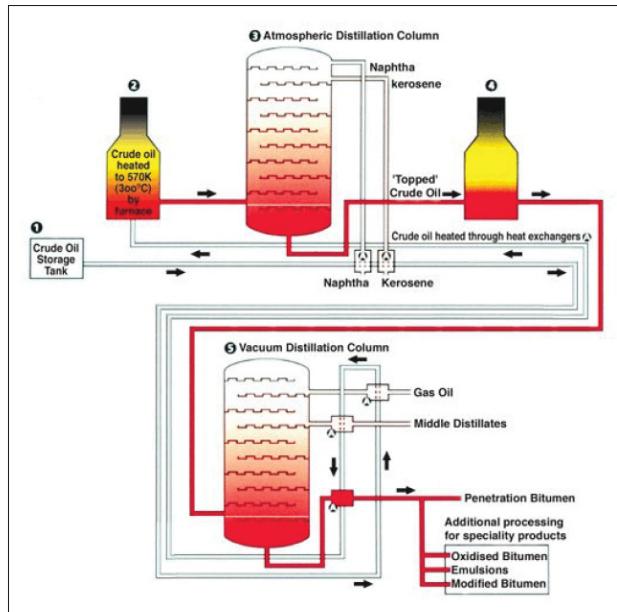


FIGURE 1.4 Schéma de la distillation du bitume

Tiré de Lesueur (2009, p. 7)

1.2.3 Classification

Il existe à travers le monde plusieurs systèmes de classification des bitumes. Par exemple, en France, la norme NF EN 12591 classe les bitumes selon 3 catégories :

- Les bitumes durs, divisés en 9 classes à partir de l'essai normalisé de pénétration à l'aiguille à 25°C, tel que défini dans la norme EN 1426.
- Les bitumes semi-durs, divisés en 4 classes à partir de l'essai normalisé de pénétration à l'aiguille à 15°C, tel que défini dans la norme EN 1426.
- Les bitumes mous, divisés en 5 classes à partir de l'essai normalisé de viscosité dynamique à 60°C, tel que défini dans la norme EN 12595.

En Amérique du Nord, le Strategic Highway Research Program (SHRP) a proposé une nouvelle méthode afin de classer les différents bitumes. Cette approche est définie selon la classification AASHTO M320 et repose sur l'utilisation d'un système de gradation à deux chiffres appelé grade de performance (Performance Grade), souvent abrégé en PG H-L, tel que :

- H : est lié à la température haute et permet de savoir à partir de quelle température le bitume utilisé dans l'enrobé subira des effets d'orniérage.
- L : est lié à la température basse et permet de savoir en dessous de quelle température le bitume utilisé dans l'enrobé est susceptible de fissurer à cause des effets du retrait thermique.

Cette approche, spécifique au Québec, met en avant le lien entre la plage d'utilisation du bitume, à travers sa température haute et basse, et les conditions climatiques locales d'application de l'enrobé, via les maximums et minimums de température annuels.

Cependant, après plus de deux décennies d'utilisation de cette classification, un nouveau système de classification des bitumes, basé sur l'essai MSCR (multiple stress creep recovery), a été mis en oeuvre au sein du ministère des transports du Québec (DGLC, 2019). Cette nouvelle classification des bitumes est définie par la norme AASTHO M332 et permet de mieux dissocier les effets de la température de ceux du trafic. L'essai MSCR consiste à soumettre le bitume à 20 cycles de contrainte et de relaxation tout en mesurant sa déformation. Ces cycles ont une durée de 10 secondes chacun et sont composés d'une période de chargement d'une seconde suivie de neuf secondes de relaxation. L'essai MSCR est réalisé à température constante selon deux contraintes : 10 cycles à 0,1kPa puis 10 cycles à 3,2kPa. Grâce à l'essai MSCR, deux paramètres sont déterminés :

- $J_{n,r}$ (kPa^{-1}), qui est la complaisance en fluage non recouvrable, c'est à dire la déformation moyenne non récupérée obtenue après 10 cycles de contrainte/relaxation divisée par la contrainte de sollicitation (3,2 ou 0,1kPa).
- R (%), qui est le pourcentage de retour élastique, c'est à dire le ratio entre la déformation moyenne récupérée et la déformation maximale.

A l'issue de l'essai MSCR, une lettre n est attribuée au bitume, cette dernière représentant le niveau de sollicitation du trafic. Il y a quatre niveaux de sollicitations reconnus : S (standard), H (élevé), V (très élevé) et E (extrême). Le bitume est alors défini selon la nomenclature PG Hn-L. Les niveaux de sollicitations sont définis à partir des valeurs de $J_{n,r}$ et de R du bitume (Figure

1.5). Le tableau 1.1 présente les différents bitumes en usage au Québec selon cette nouvelle classification.

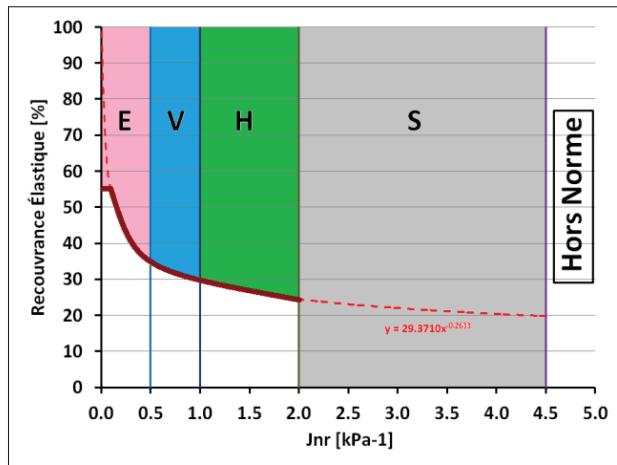


FIGURE 1.5 Définition des niveaux de sollicitation en fonction de $J_{n,r}$ et R
Tiré de Dufresne (2015, p. 15)

TABLEAU 1.1 Classification des bitumes en usage au Québec en fonction de la zone climatique
Adapté de la DGLC (2019, p. 1)

Zone climatique du Québec	Bitume en usage en 2019 (Classification AASHTO M332)
1	PG 64H-28 & PG 64E-28
2	PG 58H-34 & PG 58E-34
3	PG 52V-40
1 et 2	PG 58S-28

1.2.4 Composition chimique

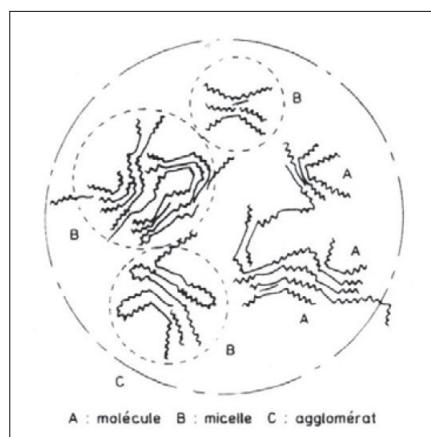
La composition chimique du bitume est très complexe à cause de la diversité des composés chimiques présents. En effet, bien qu'essentiellement composé de carbone (80-88% massique) et d'hydrogène (8-12% massique), on trouve également dans le bitume, dans des proportions moindres, du soufre (0-9%), de l'azote (0-2%), de l'oxygène (0-2%) ainsi que des traces de métaux tels que du vanadium et du nickel (Lesueur, 2009). L'interaction entre ces différents

atomes forme un grand nombre de composés moléculaires qui sont alors séparés en différentes familles chimiques. Le bitume est composé de deux grandes familles que sont les asphaltènes et les maltènes. Les asphaltènes comptent pour 5 à 15% du poids du bitume et les maltènes, composés de saturés, d'aromatiques et de résines, comptent pour le reste.

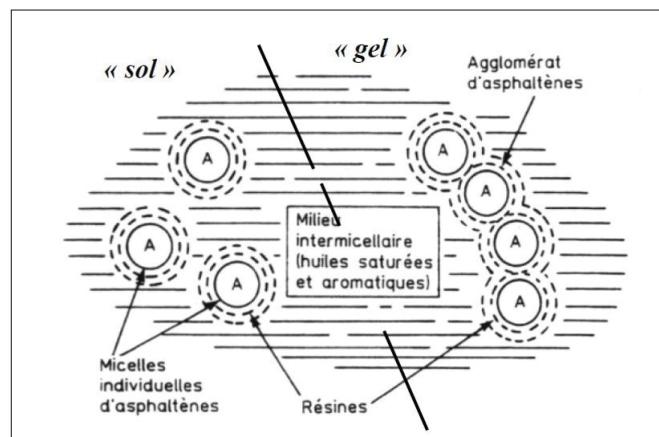
1.2.5 Structure moléculaire du bitume

Le bitume présente une structure colloïdale, c'est-à-dire une dispersion de plusieurs substances en suspension dans un liquide. Les résines contenues dans le bitume permettent, par absorption, de disperser les asphaltènes en suspension dans le milieu huileux, qui est composé des saturés et des aromatiques (Olard, 2003). On parle alors de peptisation, procédé inverse à la flocculation ou à la coagulation.

La qualité de la dispersion des asphaltènes dans la solution huileuse définit deux structures principales : type gel et type sol (Figure 1.6). La structure d'un bitume dont les asphaltènes sont correctement dispersés est qualifiée de type sol. A l'inverse, si les asphaltènes sont peu dispersés car les résines sont peu structurées, alors ils pourront former entre eux des réseaux par flocculation, on parle alors de structure type gel. Des structures intermédiaires sont également possibles, elles sont alors qualifiées de structures type sol-gel (Olard, 2003).



a) Macrostructure des asphaltènes



b) Structure sol et gel du bitume

FIGURE 1.6 Schématisation de la structure colloïdale du bitume
Tiré de Olard (2003, p. 18)

1.3 Comportement rhéologique des liants bitumineux

1.3.1 Les différents domaines de comportement : influence de T et $|\varepsilon|$

Le comportement rhéologique des liants bitumineux, tout comme des enrobés, dépend de la température ainsi que de la déformation appliquée. Ainsi, en fonction de ces deux paramètres, il est possible de tracer les principaux domaines de comportement de ces matériaux, pour une vitesse de déformation constante donnée (Figure 1.7) (Olard, 2003 ; Daoudi, 2021). Ils sont les suivants :

- Domaine viscoélastique linéaire (VEL) : cas des petites déformations
- Domaine élastique linéaire : en dessous de la température de transition vitreuse T_g , la composante vitreuse peut être négligée, le comportement du bitume peut être supposé élastique linéaire
- Domaine purement visqueux : cas des hautes températures
- Domaine non linéaire : cas des grandes déformations
- Domaine fragile et ductile
- Domaine fragile

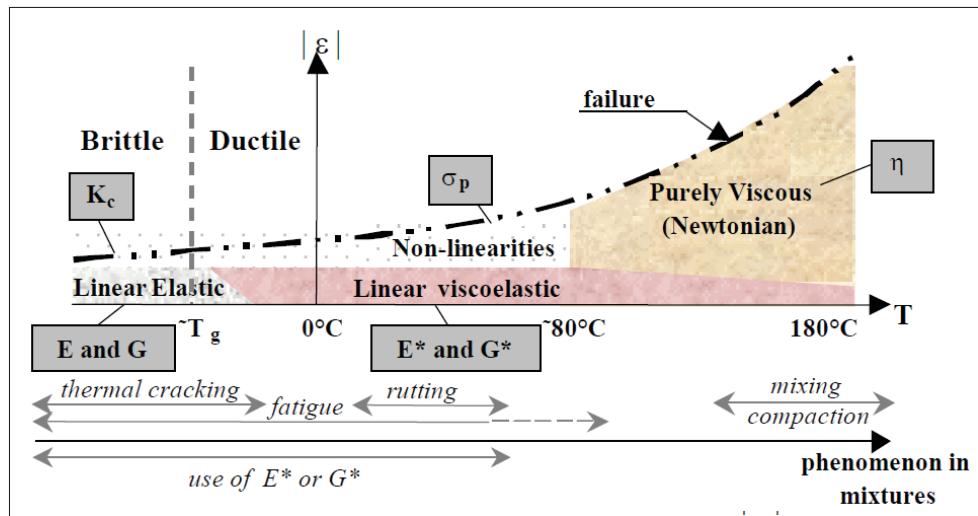


FIGURE 1.7 Classes de comportement des liants bitumineux en fonction de T et $|\varepsilon|$
Tiré de Olard (2003, p. 25)

1.3.2 Matériau viscoélastique

Un matériau est dit viscoélastique si l'effacement des contraintes est total en réponse à une expérience d'effacement telle que décrite dans la figure 1.8 (Olard, 2003).

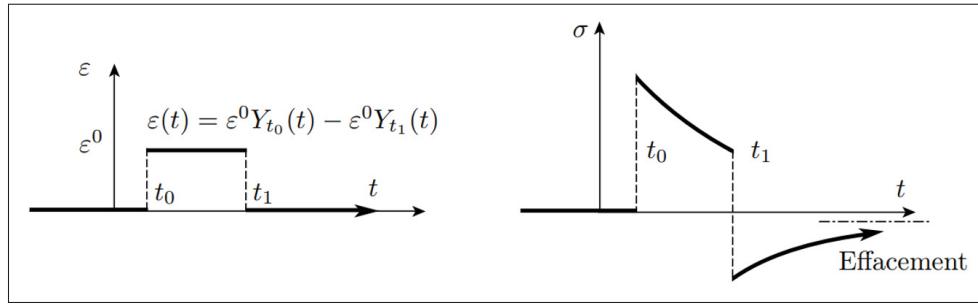


FIGURE 1.8 Expérience d'effacement
Tiré de Salençon (2009, p. 25)

1.3.3 Matériau viscoélastique linéaire

Un matériau viscoélastique est dit linéaire si la réponse à une somme de sollicitations est la somme des réponses à chaque sollicitation (Salençon, 2009). On dit alors que le matériau suit le principe de superposition de Boltzmann (Figure 1.9).

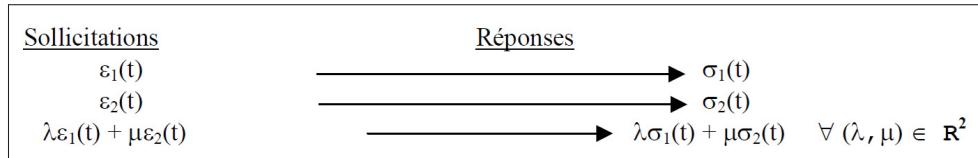


FIGURE 1.9 Principe de superposition de Boltzmann
Tiré de Olard (2003, p. 28)

1.3.4 Fonctions de fluage et de relaxation

1.3.4.1 Fonction de fluage (ou de retard)

Le fluage est un phénomène lié à l'augmentation de la déformation d'un matériau suite à l'application d'une contrainte constante (Olard, 2003). La fonction de fluage (ou de retard) d'un matériau viscoélastique linéaire est déterminée en imposant une contrainte σ_0 à partir d'un temps t_0 sur une éprouvette à température constante (Figure 1.10).

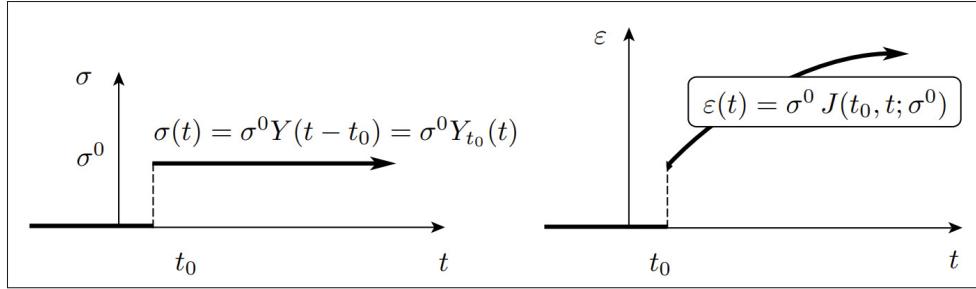


FIGURE 1.10 Expérience de fluage
Tiré de Salençon (2009, p. 20)

L'échelon de contrainte imposé est défini par :

$$\sigma(t) = \sigma_0 Y(t - t_0) \quad (1.1)$$

Avec Y , la fonction d'Heaviside telle que : $Y(t-t_0) = 0$ si $t-t_0 \leq 0$ et $Y(t-t_0) = 1$ si $t-t_0 > 0$.

La réponse en déformation est alors :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 J(t_0, t) \quad (1.2)$$

Avec J , la fonction de fluage (ou de retard).

1.3.4.2 Fonction de relaxation

La relaxation est un phénomène lié à la diminution de la contrainte d'un matériau suite à l'application d'une déformation constante (Olard, 2003). La fonction de relaxation d'un matériau viscoélastique linéaire est déterminée en imposant une déformation ε_0 à partir d'une temps t_0 sur une éprouvette à température constante (Figure 1.11).

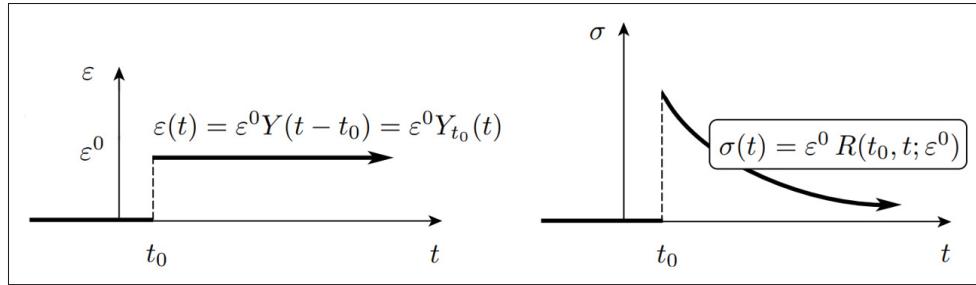


FIGURE 1.11 Expérience de relaxation
Tiré de Salençon (2009, p. 22)

L'échelon de déformation imposé est défini par :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 Y(t - t_0) \quad (1.3)$$

Avec Y , la fonction d'Heaviside telle que définie précédemment.

La réponse en contrainte est alors :

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 R(t_0, t) \quad (1.4)$$

Avec R , la fonction de relaxation.

1.3.5 Module complexe de cisaillement G^*

Le comportement d'un matériau viscoélastique linéaire peut être déterminé en analysant l'évolution de la déformation en fonction de la contrainte (et réciproquement). Pour un tel matériau, lorsqu'une contrainte de cisaillement sinusoïdale de la forme $\tau(t) = \tau_0 \sin(\omega t)$ est appliquée, avec $\omega = 2\pi f$, la réponse en distorsion est également une sinusoïde de la forme $\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t - \varphi)$, avec φ le retard entre les deux sinus (Figure 1.12). Le module complexe de cisaillement G^* est alors égal au rapport de la contrainte sur la déformation avec pour norme, le rapport des amplitudes et pour angle de phase, le déphasage entre les deux sinusoïdes. En écriture complexe, cela se traduit par l'équation suivante :

$$G^* = \frac{\tau^*}{\gamma^*} = \frac{\tau_0 e^{i\omega t}}{\gamma_0 e^{i\omega t - \varphi}} = |G^*| e^{i\omega \varphi} \quad (1.5)$$

Ou encore :

$$G^* = G_1 + iG_2 = |G^*|(\cos(\varphi) + i \sin(\varphi)) \quad (1.6)$$

Avec :

G_1 : la partie réelle ou le module élastique (MPa)

G_2 : la partie imaginaire ou le module visqueux (MPa)

$|G^*|$: la norme du module complexe (MPa)

φ : le déphasage entre la contrainte et la déformation ($^{\circ}$)

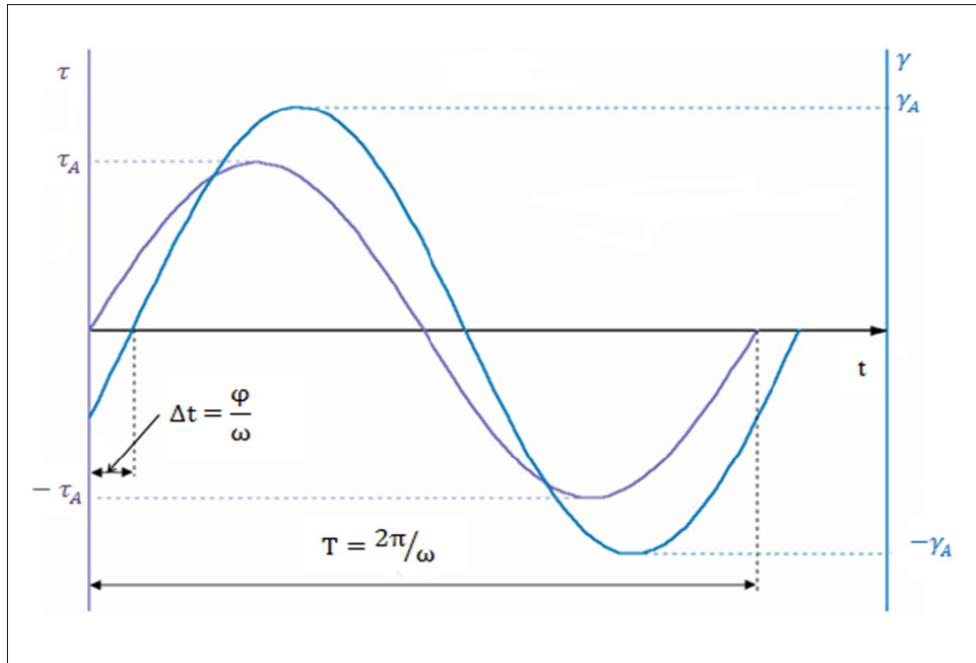


FIGURE 1.12 Écarts entre une courbe de contrainte de cisaillement et une courbe de distorsion
Tiré de El Mansouri (2016, p. 74)

1.3.6 Principe d'équivalence temps-température (PETT) et loi WLF

Le comportement rhéologique des matériaux bitumineux est fortement dépendant de la température du matériau ainsi que de la fréquence de la sollicitation. Le principe d'équivalence temps-température, communément abrégé en PETT, établit une relation entre la fréquence de sollicitation du matériau et sa température. Selon le PETT, l'augmentation de la température du

matériau est équivalente, du point de vue du comportement mécanique, à la diminution de la fréquence de sollicitation, et réciproquement (Lesueur, 2009). Ce principe est basé sur l'étude du module complexe de cisaillement du bitume dans le plan Cole-Cole (G_1, G_2) et dans l'espace de Black ($\log(|G^*|), \varphi$). Lorsque le PETT est validé pour un matériau, alors les courbes du matériau obtenues pour différents couples (température, fréquence) forment une courbe unique et continue dans le plan Cole-Cole et dans l'espace de Black.

Le PETT implique qu'une même valeur de module de cisaillement peut être obtenue pour plusieurs couples (température, fréquence). Ainsi, il est possible de construire une courbe unique de la norme du module complexe de cisaillement, appelée courbe maîtresse, qui est obtenue par translations des isothermes selon une température de référence T_{ref} (Figure 1.13), comme le définit l'équation 1.7. Les matériaux qui vérifient cette propriété sont dits thermomécaniques simples (Lesueur, 2009).

$$G^*(T_1, f_1) = G^*(T_2, f_2) = G^*(T_{ref}, aT * f) \quad (1.7)$$

Avec aT : un coefficient de translation, $f_1 \neq f_2$ et $T_1 \neq T_2$

D'après la formule de Williams, Landel et Ferry, aussi appelée loi WLF, il est possible de déterminer le facteur de translation d'après l'équation suivante :

$$\log(aT) = \frac{-C_1(T - T_{ref})}{C_2 + (T - T_{ref})} \quad (1.8)$$

Avec :

aT : le coefficient de translation

C_1 et C_2 : les constantes de la loi WLF

T_{ref} : la température de référence ($^{\circ}\text{C}$)

T : la température de l'isotherme à translater sur l'isotherme de référence ($^{\circ}\text{C}$)

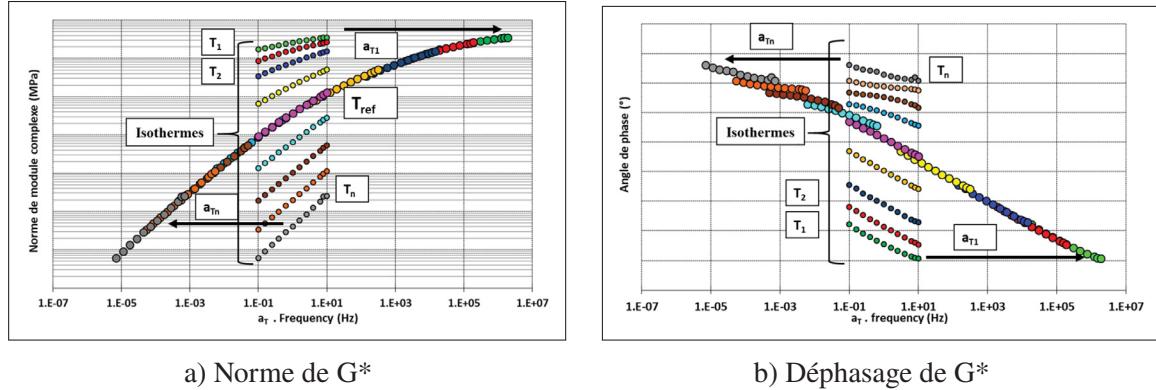


FIGURE 1.13 Construction des courbes maîtresses
Tiré de Daoudi (2021, p. 51)

1.4 Les mastics

1.4.1 Définition

Il est courant d'ajouter des granulats fins au bitume, appelés fillers, afin d'améliorer les performances globales du mélange. La combinaison bitume + filler est alors appelée mastic bitumineux ou plus généralement, mastic. Le mastic est le véritable liant assurant la cohésion d'un enrobé et hérite du comportement viscoélastique du bitume (Delaporte, 2006). Concernant les fillers, il existe plusieurs définitions. En Europe, la norme EN 12620 définit les fillers comme étant les particules passant le tamis 0,063mm. Aux États-Unis, la norme ASTM D242 définit les fillers à travers une gradation selon plusieurs tamis (Tableau 1.2). Selon le MTQ, les fillers sont les particules passant le tamis 315 μ m. Bien que les définitions soient différentes, dans ce document, les fillers sont les particules passant le tamis 80 μ m. Par ailleurs, il est montré plus tard que certains des matériaux recyclés utilisés dans cette étude ont une granulométrie supérieure à 80 μ m (mais toujours inférieure à 630 μ m). On qualifie alors ces matériaux là de fines plutôt que de fillers car ils ne respectent pas la définition donnée précédemment. Ainsi, pour la suite du document, nous parlerons donc plutôt de fines de CRD afin de prendre en compte l'ensemble des matériaux étudiés, bien que certains de ces matériaux soient des fillers.

TABLEAU 1.2 Gradation d'un filler selon ASTM D242

Tamis	Pourcentage passant (massique)
1,16mm (No. 16)	100
600µm (No. 30)	97 à 100
300µm (No. 50)	95 à 100
75µm (No. 200)	70 à 100

1.4.2 Rhéologie des suspensions

Les mastics sont des suspensions au sens où les fillers sont des particules considérées indéformables en suspension dans un liquide formé par le bitume. Le bitume étant lui-même une suspension d'asphaltènes dans une matrice de maltènes, la différence d'ordre de grandeur entre les particules en suspension dans le bitume (qq. nm) et les fillers (qq. µm) permet de conclure quant à l'homogénéité du bitume vis-à-vis des fillers (Lesueur, 2002). Par conséquent, les lois des suspensions peuvent être appliquées aux mastics, sous condition qu'il n'y ait pas de contact entre les particules minérales contenues dans le mastic. Si la fraction volumique des fines dépasse l'empilement maximum, alors les propriétés du mastic se rapprochent de celles d'un enrobé, avec notamment l'apparition d'un module élastique à haute température (Olard, 2003).

1.4.3 Principaux effets de l'ajout de fines dans le bitume

La concentration volumique en fines est le paramètre le plus influent vis-à-vis des performances globales du mastic (Rigden, 1947 ; Soenen et Teugels, 1999). En effet, de nombreuses études (Olard, 2003 ; Miró et al, 2016 ; Hamidi & Motamed, 2019 ; Daoudi, 2021) montrent qu'avec l'augmentation de teneur en fines, les caractéristiques suivantes sont augmentées :

- La rigidité
- La viscosité
- La consistance
- Le point de ramollissement bille-anneau
- Les propriétés élastiques à haute température

1.4.4 Mécanisme de renforcement par ajout de fines

Il est reporté trois principaux mécanismes par lesquels l'ajout de particules fines dans le bitume entraîne l'augmentation des caractéristiques précédentes (Buttlar et al., 1999) :

- Par remplissage d'un volume : l'ajout des particules fines correspond à l'ajout de particules rigides dans une matrice plus souple.
- Par interaction physico-chimique : les effets d'interface d'absorption et d'adsorption du bitume par les particules créent une couche de bitume plus rigide autour des particules, ce qui entraîne une matrice globalement plus rigide (Figure 1.14).
- Par interaction entre les particules : l'augmentation de la teneur en fines tend à créer un squelette granulaire grâce à la multiplication des contacts entre les particules.

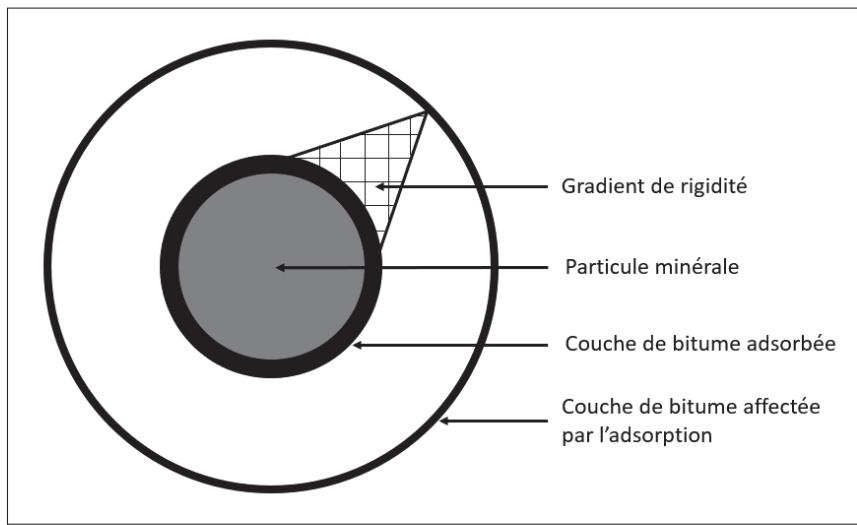


FIGURE 1.14 Schéma décrivant les effets d'interface bitume-fine
Adapté de Olard (2003, p. 54)

Bien que l'ajout de particules fines dans le bitume permette une augmentation de certaines propriétés du mastic, il faut toutefois faire un compromis afin de trouver une teneur en fines optimale. En effet, un mastic souple (riche en bitume et pauvre en fines) permet d'assurer une certaine résistance à la fatigue et à l'usure tandis qu'un mastic rigide (pauvre en bitume et riche en fines) permet d'assurer une bonne résistance à l'orniérage et bonne stabilité (Olard, 2003).

1.4.5 Les fines : principales caractéristiques

1.4.5.1 Densité

La densité des particules fines est généralement obtenue par immersion dans un solvant à l'aide d'un pycnomètre, comme le décrit la norme ASTM C128. La norme ASTM C604 décrit une autre méthode pour déterminer la densité des fines basée sur l'utilisation d'un pycnomètre à gaz.

1.4.5.2 Granulométrie

L'obtention de la courbe granulométrique d'une fine de CRD ne peut pas se faire selon les méthodes habituelles pour les gros granulats, par tamisages successifs du matériau, comme le décrit la méthode d'essai LC 21-040. En effet, les particules sont si fines qu'il est difficile de les tamiser efficacement en dessous de 80µm à cause du colmatage des tamis. Néanmoins, il est possible de déterminer leur granulométrie par :

- **Sédimentométrie** : La mesure de la sédimentation, c'est-à-dire de la vitesse de chute, des particules dans une colonne d'eau permet, à l'aide de la loi de Stokes, de déterminer la taille des grains composant le matériau. C'est une méthode peu coûteuse mais qui nécessite des échantillons relativement importants et demande beaucoup de temps (ISO 17892-4 :2016).
- **Granulométrie laser** : La mesure de la diffraction et de la diffusion de la lumière par les particules fines permet, à l'aide de la théorie de Mie, de déterminer la taille des grains. Cette méthode requiert un équipement onéreux mais est, en contre partie, très rapide et convient parfaitement à l'étude des particules très fines (jusqu'à 0,1µm) (ISO 13320 :2020).

Par ailleurs, les coefficients d'uniformité et de courbure sont souvent utilisés pour caractériser les courbes granulométriques des fines (Ramirez Cardona, 2022). Le premier, noté C_u , permet de caractériser l'étalement d'une courbe granulométrique. Son équation est la suivante :

$$C_u = D_{60}/D_{10} \quad (1.9)$$

Avec D_{60} (respectivement D_{10}) le diamètre de grain selon lequel 60% (respectivement 10%) des grains composant le matériau sont plus fins.

Les matériaux sont alors classés en 5 catégories en fonction de la valeur de leur coefficient d'uniformité (Tableau 1.3).

TABLEAU 1.3 Signification de la valeur du coefficient d'uniformité C_u
Adapté de Ramirez Cardona (2022)

Valeur de C_u	Type de granulométrie	Allure visuelle de la courbe
$C_u \leq 2$	Très serrée	Très verticale
$2 < C_u \leq 5$	Serrée	Verticale
$5 < C_u \leq 20$	Semi-étalée	Pas de tendance
$20 < C_u \leq 200$	Étalée	Inclinée
$200 < C_u$	Très étalée	Très inclinée

Deuxièmement, le coefficient de courbure, noté C_c , permet de caractériser la distribution des particules dans une courbe granulométrique. Son équation est la suivante :

$$C_c = D_{30}^2 / (D_{10}D_{60}) \quad (1.10)$$

Habituellement utilisé pour les sables et les graviers, le coefficient de courbure est généralement compris entre 1 et 3. Un matériau qui possède peu de particules fines a un C_c supérieur à 3 tandis qu'un matériau qui possède peu de particules grossières a un C_c inférieur à 1. Un matériau est dit bien gradué si sa granulométrie est composée d'une grande variété de diamètres. A l'inverse, un matériau est dit mal gradué s'il présente des manques de particules d'une certaine taille.

Enfin, le dernier indicateur lié à la granulométrie est le module de finesse qui décrit la finesse globale du matériau étudié. Plus le matériau est fin, plus le module de finesse est faible (Kandhal, Lynn et Parker, 1998). Il existe plusieurs normes donnant différentes formules de calcul pour le module de finesse en fonction de la taille du granulat étudié. Par exemple, la norme française NF P 18-540 définit le module de finesse comme étant le centième de la somme des retenus cumulés en pourcentage des tamis 5-2,5-1,25-0,630-0,315-0,160mm. La norme

européenne EN 12620 se base sur la même méthode mais utilise les tamis 4-2-1-0,5-0,25-0,125mm. Ces deux normes sont principalement utilisées pour calculer le module de finesse des sables. Pour déterminer le module finesse de matériaux plus fins comme les fillers, les tamis 75-50-30-20-10-5-3-1µm sont utilisés.

1.4.5.3 Forme des particules

La forme des particules a une importance particulière concernant l'empilement maximal possible du matériau (Boussabnia, 2018), qui est une caractéristique décrite à la prochaine section mais aussi concernant la viscosité de la suspension dans laquelle se trouve les particules (Barnes, 2000). Les particules peuvent être plutôt allongées, plates ou sphériques. Pour observer la forme des particules, un microscope optique classique peut être utilisé. Cependant, l'utilisation d'un microscope électronique à balayage (MEB) peut s'avérer bien plus avantageuse. En effet, de par son fonctionnement, un MEB permet un bien meilleur grossissement (jusqu'à 200 000 fois pour certains appareils) tout en gardant une bonne profondeur de champ afin d'obtenir une image nette (Hitachi, 2022). Le fonctionnement d'un MEB est le suivant : un canon à électrons bombarde la surface d'un échantillon préalablement recouvert d'une fine pellicule d'un matériau conducteur, comme de l'or. Un jeu de lentilles électromagnétiques permet de focaliser le faisceau d'électrons sur la zone étudiée de l'échantillon. L'interaction entre les électrons incidents et l'échantillon provoque l'émission d'électrons secondaires qui sont alors détectés par un capteur puis transformés en un signal électrique. Le processus se répète à travers un balayage de la surface de l'échantillon afin de créer l'image de l'échantillon (Smith et al, 1955). Il peut être intéressant d'avoir les images des fillers étudiés car cela permet d'apprécier visuellement la sphéricité, l'angularité et la rugosité du matériau afin de mieux comprendre son interaction avec le bitume.

1.4.5.4 Indice des vides intergranulaire/Indice de Rigden

L'indice des vides intergranulaires, aussi appelé teneur en vides du filler compacté ou indice de Rigden, correspond au rapport entre le volume des vides intergranulaires existant entre les particules fines sèches compactées et le volume du contenant occupé par ces fines. Cet essai est défini selon la norme BS EN 1097-04 et doit être réalisé avec un matériau passant le tamis

125µm. Pour un filler, l'indice des vides est généralement compris entre 30% et 45% (Olard, 2003) et se calcule d'après l'équation 1.11.

$$\%RF = 100 \frac{V_{fc} - V_{fs}}{V_{fc}} \quad (1.11)$$

Avec :

%RF : le pourcentage de vides intergranulaires (%)

V_{fc} : Volume des fines compactées (mm^3)

V_{fs} : Volume des fines solides, déterminé à partir de la densité des fines (mm^3)

1.4.5.5 Surface spécifique/Valeur au bleu de méthylène

La surface spécifique d'un filler correspond à la surface développée en m^2 pour 1g de matériau. Plus la surface spécifique est élevée, plus le degré d'interaction entre le bitume et les particules sera important (Guo et Tan, 2019). Cette caractéristique est couramment obtenue grâce à la détermination de la valeur au bleu de méthylène (VBM) du filler. Cet essai, aussi appelé "test de la tache" ou "méthode papier filtre", est décrit dans la méthode LC 21-255. Il permet de déterminer la VBM en mesurant le volume de bleu de méthylène absorbée par 100g de matériau passant le tamis 400µm. La surface spécifique d'un filler est de l'ordre de 0,001 m^2/g (Olard, 2003) et se calcule d'après l'équation 1.12.

$$S_s = \left[\frac{V_{BM}}{M_{sol}} \right] \left[m_{BMsec} \frac{A_v}{371,91} A_{BM} \right] (\text{m}^2/\text{g}) \quad (1.12)$$

Avec :

S_s : la surface spécifique du matériau étudié (m^2/g)

V_{BM} : le volume de bleu de méthylène adsorbé par l'échantillon (mL)

M_{sol} : la masse sèche de la prise d'essai (g)

m_{BM} : la teneur en bleu de méthylène de la solution de titrage (g/mL)

A_v : le nombre d'Avogadro, 6.02×10^{-23} (atomes/mol)

A_{BM} : l'aire couverte par une molécule de bleu de méthylène, soit 130\AA^2 ($1 = 10^{-10}\text{m}$)

371,91 : le poids moléculaire du bleu de méthylène (g/mol)

1.4.6 Mastics bitumineux composés de fines de CRD

De nombreux auteurs ont déjà étudié les effets de l'incorporation de fines de CRD dans le liant bitumineux. La liste ci-dessous énumère de façon non-exhaustive quelques-uns des nombreux matériaux de construction recyclés ayant déjà été étudiés :

- Brique : Chen et al., 2010; Arabani et al., 2017; Woszuk et al., 2020;
- Céramique : Huang et al., 2009; Muniandy et al., 2009; Shamsaei et al., 2020;
- Ciment Portland : Hamidi et Motamed, 2019; Bastidas-Martínez et al., 2020;
- Granit et/ou marbre : Chandra et Choudhary ; 2013 ; Miró et al., 2017;
- Gypse : Zhang et al., 2018 ; Alpius et al., 2021 ; Bethary et al., 2022;
- Verre : Sangiorgi et al., 2017; Arabani et al., 2017; Berraha, 2017; Boussabnia, 2017; Choudhary et al., 2020;

Une méta-analyse réalisée en 2017 conclut que les fillers CRD peuvent être utilisés dans les chaussées bitumineuses en remplacement partiel ou complet du filler conventionnel (très souvent du filler de calcaire) dans les mastics afin d'obtenir des performances similaires ou meilleures au niveau des enrobés (Androjić et Kaluder, 2017). Bien que les études citées précédemment présentent quelques fois des divergences, elles permettent néanmoins de tirer les conclusions générales suivantes :

- Le type et le taux de filler utilisé dans le mastic sont deux paramètres importants pour maîtriser les performances du mastic et donc de l'enrobé.
- L'ajout de filler de CRD augmente la rigidité du mastic.
- Les fillers composés de calcium améliorent l'adhésion avec le bitume tandis que les fillers composés de silice semblent moins performants (Choudhary et al., 2020). De plus, la teneur en oxyde de calcium CaO semble être un facteur critique pour déterminer si un matériau recyclé est envisageable en tant que filler pour les chaussées bitumineuses (Muniandy, 2009).
- L'ajout de fillers recyclés augmente globalement, par rapport à un filler de référence composé de calcaire, la stabilité Marshall, la résistance en traction indirecte, la résistance à l'humidité, la durée de vie, la résistance à la fissuration à basse température ainsi que la résistance à l'orniérage à haute température.

- En revanche, l'ajout de fillers recyclés peut entraîner une augmentation de la teneur optimale en bitume, ce qui engendre une baisse de la performance économique et écologique du mélange.
- Le verre peut être utilisé en tant que filler mais son influence reste similaire à celle d'un filler conventionnel, comme le calcaire.
- La brique, la céramique et le béton sont souvent recommandés en tant que filler de remplacement du fait de leur très bonnes performances.
- La performance du filler de gypse n'est pas encore bien établie car bien qu'il améliore les différentes propriétés de l'enrobé, sa forte sensibilité à l'eau peut amener à une baisse de la durée de vie de la chaussée bitumineuse.

Il est à noter que l'ensemble de ces travaux de recherche portent sur l'utilisation d'un filler pur, composé d'un seul matériau. Or, le cas des résidus de criblage fin est différent car leur composition est très hétérogène, avec parfois plus d'une quinzaine de matériaux différents (Figure 1.3). A ma connaissance, aucune étude concernant des fillers composés de plusieurs matériaux différents n'a été trouvée. Ainsi, bien qu'il soit pertinent d'étudier les performances d'un filler recyclé pur qui pourrait être obtenu directement via un tri à la source des débris de CRD, il est nécessaire d'étudier le cas de fillers combinés, c'est à dire de fillers composés de plusieurs matériaux. De cette façon, il est possible de déterminer si les résidus de criblage fin issus des centres de tri peuvent être utilisés en l'état directement dans la fabrication des enrobés bitumineux.

1.5 Modélisation du comportement rhéologique

Cette partie a pour but de présenter les différents modèles rhéologiques couramment utilisés pour décrire le comportement continu des matériaux bitumineux dans le domaine des petites déformations (domaine VEL). La combinaison d'éléments rhéologiques de base permet de développer des modèles plus complexes, tels que les modèles de Huet, de Huet-Sayegh et 2S2P1D.

1.5.1 Les éléments rhéologiques de base

1.5.1.1 Élastique linéaire : le ressort

Le ressort est l'élément rhéologique qui caractérise un comportement purement élastique (Figure 1.15). La loi de comportement, qui lie la contrainte appliquée à la déformation, est définie par la loi de Hooke suivante :

$$\sigma(t) = E\epsilon(t) \quad (1.13)$$

La fonction de retard est :

$$J(t) = \frac{1}{E}Y(t) \implies \tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{E} \quad (1.14)$$

Et la fonction de relaxation est :

$$R(t) = EY(t) \implies \tilde{R}(i\omega) = E^*(\omega) = E \quad (1.15)$$

Avec Y , la fonction de Heaviside telle que : $Y(t-t_0) = 0$ si $t-t_0 \leq 0$ et $Y(t-t_0) = 1$ si $t-t_0 > 0$.

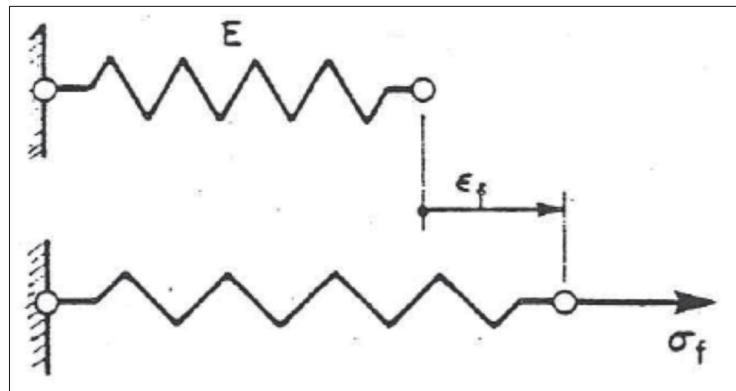


FIGURE 1.15 Schéma d'un ressort
Tiré de Perraton (2012)

1.5.1.2 Élastique visqueux : l'amortisseur

L'amortisseur linéaire est l'élément rhéologique qui caractérise un comportement visqueux (Figure 1.16). La loi de comportement, qui lie la contrainte appliquée à la dérivée temporelle de

la déformation, est définie par la relation de Newton suivante :

$$\sigma(t) = \eta \dot{\varepsilon}(t) \quad (1.16)$$

La fonction de retard est :

$$J(t) = \frac{t}{\eta} Y(t) \implies \tilde{J}(i\omega) = \frac{1}{\eta i\omega} \quad (1.17)$$

Et la fonction de relaxation est :

$$R(t) = \eta \delta(t) \implies \tilde{R}(i\omega) = E^*(\omega) = \eta i\omega \quad (1.18)$$

Avec δ , l'impulsion de Dirac telle que : $\delta(t) = 0$ si $t < 0$ ou $t > 0$ et $\delta(0) = \infty$.

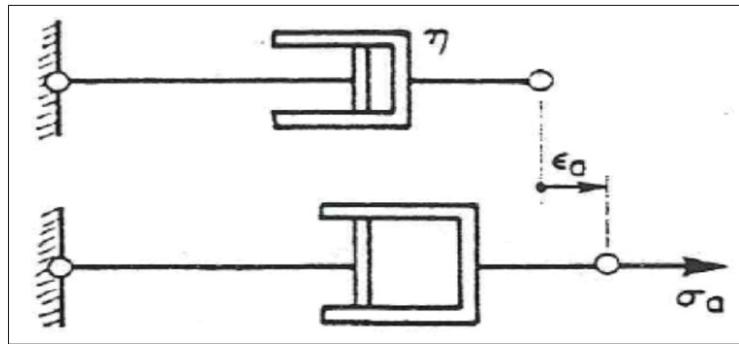


FIGURE 1.16 Schéma d'un amortisseur
Tiré de Perraton (2012)

1.5.1.3 Élément à fluage parabolique

Enfin, le dernier élément rhéologique de base est l'élément à fluage parabolique (Figure 1.17).

La loi de contrainte qui lie la contrainte appliquée à la déformation est la suivante :

$$\sigma(t) = \eta \tau^{h-1} \Omega^h(\varepsilon(t)) \quad (1.19)$$

Avec τ , une constante de temps et Ω^h , l'opérateur spécial d'ordre h ($0 < h < 1$) définit par l'équation :

$$\Omega^h(\varepsilon(t)) = \frac{d^h}{dt^h} \varepsilon(t) \quad (1.20)$$

Si $h = 0$, on obtient le cas du ressort avec $E = \frac{\eta}{\tau}$.

Si $h = 1$, on obtient le cas de l'amortisseur linéaire $\frac{d}{dt}$.

La fonction de fluage générale d'un élément parabolique de paramètre h s'écrit selon l'équation 1.21.

$$J(t) = At^h \implies \tilde{J}(i\omega) = (i\omega\tau)^{-h} \quad (1.21)$$

Avec A , une constante.

L'équation du module complexe est alors :

$$E^*(\omega) = \frac{(i\omega\tau)^h}{A\Gamma(h+1)} \quad (1.22)$$

Avec Γ , la fonction d'Euler de deuxième espèce définie par l'équation :

$$\Gamma(x) = \int_0^\infty t^{x-1} e^{-t} dt \quad (1.23)$$

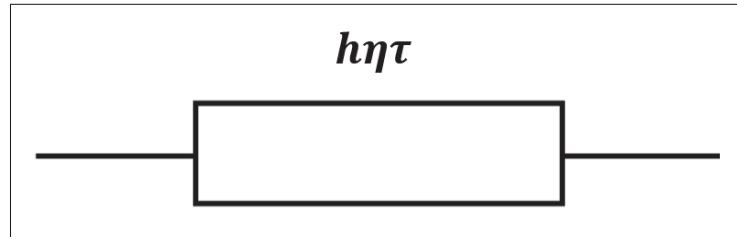


FIGURE 1.17 Schéma d'un élément à fluage parabolique
Tiré de Nguyen (2009)

1.5.2 Modèle de Huet

Développé en 1963 pour modéliser le comportement des matériaux bitumineux, le modèle de Huet (Figure 1.18) est un modèle analogique composé d'un montage en série d'un ressort de raideur E_∞ et de deux éléments à fluage parabolique de paramètres respectifs k et h , avec $0 < k < h < 1$.

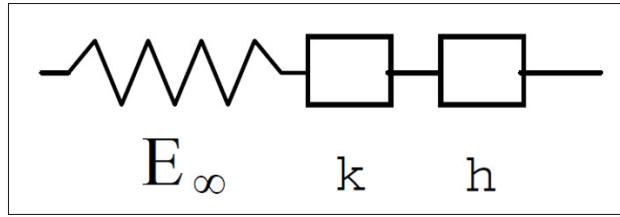


FIGURE 1.18 Schéma du modèle de Huet
Tiré de Huet (1963)

La fonction de fluage d'un montage composé d'éléments en série est la somme des fonctions de fluage de chacun des éléments du montage. Ainsi, on obtient :

$$J(t) = \frac{1}{E_\infty} \left(1 + \delta \left(\frac{(t/\tau)^h}{\Gamma(h+1)} \right) + \delta \left(\frac{(t/\tau)^k}{\Gamma(k+1)} \right) \right) \quad (1.24)$$

L'équation du module complexe est la suivante :

$$E^*(\omega) = \frac{E_\infty}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h}} \quad (1.25)$$

Avec :

$\omega = 2\pi f$, la pulsation (rad/s)

E_∞ : le module vitreux, limite du module complexe quand $\omega\tau \rightarrow \infty$ (MPa)

h et k : exposants reliés aux pentes à l'origine et au point asymptotique E_∞ tels que

$0 < k < h < 1$

δ : constante sans dimension

τ : temps caractéristique dépendant de la température (s)

Le principal défaut du modèle de Huet est qu'il ne permet pas de décrire correctement le comportement des enrobés à basse fréquence (ou haute température). En effet, lorsque $\omega \rightarrow 0$, le modèle de Huet tend vers 0 alors que le module complexe des enrobés tend vers une asymptote non nulle à basse fréquence en raison de la présence du squelette granulaire.

1.5.3 Modèle de Huet-Sayegh

Le modèle de Huet-Sayegh a été développé peu de temps après, en 1965, et reprend le modèle de Huet en y ajoutant un ressort de raideur E_∞ en parallèle, ce qui modifie la modélisation à basse fréquence (Figure 1.19). En effet, le modèle de Huet donne un comportement fluide aux matériaux bitumineux à basse fréquence alors que le modèle de Huet-Sayegh tend vers un module réel non nul, appelé module statique et noté E_0 , qui traduit l'effet du squelette granulaire. Le module complexe de ce modèle est donné par l'équation suivante :

$$E^*(\omega) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h}} \quad (1.26)$$

Avec les mêmes notations que précédemment et E_0 (MPa), le module statique quand $\omega\tau \rightarrow 0$.

Grâce à l'ajout d'un ressort en parallèle au modèle de Huet, le modèle de Huet-Sayegh décrit correctement le comportement des enrobés dans le domaine VEL et sur une grande plage de fréquences et de températures. En revanche, ce modèle ne permet pas de décrire précisément le comportement des bitumes dans le domaine des basses fréquences (ou hautes températures) qui est alors purement visqueux et donc modélisable par un amortisseur linéaire.

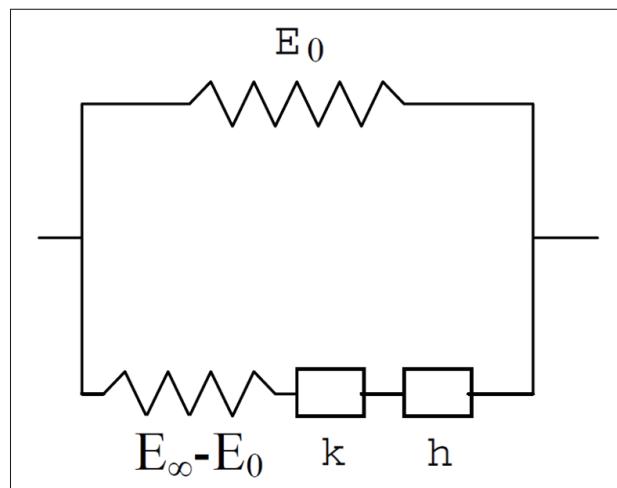


FIGURE 1.19 Schéma du modèle de

Huet-Sayegh

Tiré de Huet-Sayegh (1965)

1.5.4 Modèle 2S2P1D

Le modèle 2S2P1D, développé au début des années 2000, est une généralisation du modèle de Huet-Sayegh. Ce modèle comprend 2 ressorts (Spring), 2 éléments à fluage parabolique (Parabolic) et 1 amortisseur linéaire (Dash-pot) (Figure 1.20). Le modèle 2S2P1D permet de mieux décrire le comportement des matériaux bitumineux à haute et basse fréquence que le modèle de Huet-Sayegh. Ce modèle est défini par 7 constantes pour une température donnée et le module complexe est défini par l'équation suivante :

$$E^*(\omega) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (1.27)$$

Avec les mêmes notations introduites précédemment, β , une constante sans dimension et τ (s), le temps de relaxation.

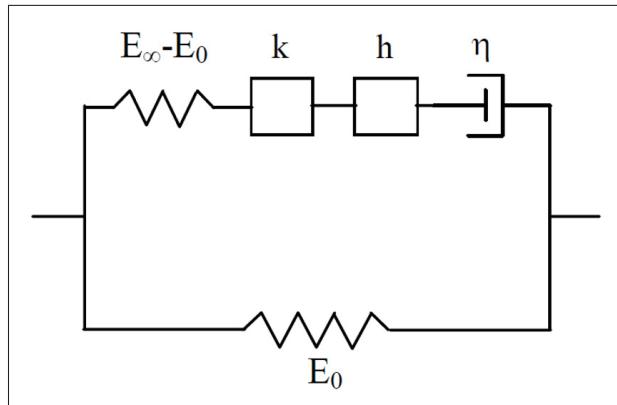


FIGURE 1.20 Schéma du modèle 2S2P1D
Tiré de Olard (2003, p. 109)

1.6 Synthèse de la revue de littérature

Grâce à cette revue de la littérature, les principes fondateurs de cette recherche ont été établis. Tout d'abord, il y a un réel enjeu concernant les résidus de criblage fin des débris de CRD issus des centres de tri. Près 400 000 tonnes sont annuellement utilisées, à défaut d'une filière de revalorisation, comme matériau de recouvrement dans les LET et les LEDCD. Cependant, les nouvelles moeurs en matière de revalorisation des déchets ainsi que les futures politiques réglementaires plus restrictives concernant ces matériaux amènent à trouver des solutions afin

de réutiliser efficacement ces matériaux de post-consommation.

De nombreuses études concluent que le réemploi de matériaux de CRD sous forme de filler, comme la brique, le verre ou encore le béton, dans les enrobés peut s'avérer intéressant. En effet, les nombreux essais réalisés sur des enrobés composés de fillers de CRD montrent une amélioration de plusieurs propriétés mécaniques comme la résistance à la fissuration à basse température, la résistance à l'orniérage à haute température, la stabilité Marshall ou encore la durée de vie globale de l'enrobé.

En revanche, il y a peu ou pas d'étude sur de fillers composés de plusieurs matériaux de CRD différents, comme c'est le cas avec les résidus de criblage fin. D'autre part, les études sont généralement orientées à l'échelle de l'enrobé et beaucoup moins à l'échelle du mastic. Or, si l'on souhaite démocratiser le réemploi de ces matériaux sous forme de fillers dans les chaussées bitumineuses, il est nécessaire de comprendre leur influence à toutes les échelles, de l'enrobé au mastic le composant. Aussi, il est important d'étudier l'influence de la teneur en fillers de CRD sur le comportement thermomécanique des matériaux bitumineux afin d'obtenir les meilleures proportions lors de leur fabrication.

CHAPITRE 2

PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

2.1 Présentation des objectifs

L'objectif principal de cette recherche consiste à évaluer le potentiel d'utilisation des fines de CRD de manière à améliorer la performances des enrobés bitumineux. Dans une démarche de revalorisation des débris de CRD, il est important d'étudier l'influence de l'ajout de particules fines recyclées dans le liant bitumineux afin de statuer sur la pertinence de cette démarche. Au fil de la recherche, cet objectif principal s'est divisé en plusieurs objectifs subalternes qui sont les suivants :

- Étude de l'influence de la nature et de la teneur en fines de CRD dites "pures" dans le mastic
- Étude de l'influence sur le mastic d'un combiné de fines naturelles de composition inconnue obtenu d'un centre de tri du Québec
- Comparaison du comportement mécanique d'un mastic composé d'un combiné de fines pures avec la prédition théorique de ce comportement obtenue au pro rata des mastics composés de fines pures étudiés précédemment
- Amélioration de la méthode de construction des courbes maîtresses des matériaux bitumineux
- Prédition du pouvoir rigidifiant des fines de CRD à partir de leurs propriétés
- Étude des modèles 2S2P1D des mastics bitumineux ainsi que des plusieurs méthodes de calibration de ces modèles

2.2 Matériaux étudiés

2.2.1 Choix des matériaux

Pour cette étude, un seul bitume, appelé PG 64H-28, a été choisi. Ce choix est basé sur les recommandations du MTQ en ce qui concerne la zone climatique 1 qui inclue Montréal. Concernant les fines de CRD, le choix des matériaux s'est basé sur la composition des résidus des criblage des centres de tri de résidus de CRD du Québec (Figure 1.3). A partir de cette répartition, il a été décidé de choisir les matériaux suivants : béton, brique, céramique, argile,

gypse, porcelaine, verre et calcaire. À ces 8 matériaux s'ajoute la chaux hydratée, qui est un matériau déjà connu pour ses bonnes performances en tant que filler dans les mastics et qui servira donc de référence pour les autres matériaux. De plus, un 10ème matériau, appelé combiné artificiel, est réalisé en laboratoire. Ce matériau correspond à un mélange des différentes fines "pures" énoncées précédemment selon des proportions qui respectent la composition moyenne des résidus de criblage fin issus des centres de tri (Tableau 2.1).

TABLEAU 2.1 Composition du combiné artificiel

Matériau	Composition moyenne des résidus de criblage fin issus des centres de tri (%)	Composition du combiné artificiel (%)
Béton	10,15	14,95
Brique	10,15	14,95
Calcaire	18,2	26,80
Gypse	12,4	18,26
Céramique	4,6	6,77
Porcelaine	4,6	6,77
Verre	7,8	11,49
Autre	32,1	0
Total	67,9	100

Enfin, 2 derniers matériaux, appelés combiné naturel 1 et 2, sont ajoutés à la banque de fines de CRD utilisée lors de cette étude. Ces fines ont été prélevées dans un baril contenant des résidus de criblage fin de CRD directement issus du centre de tri AIM. Deux échantillons ont été prélevés afin de vérifier l'homogénéité du matériau contenu dans le baril car la composition minérale et organique du combiné naturel est inconnue.

2.2.2 Nomenclature et origine des matériaux

Du fait du grand nombre de mastics étudiés, une nomenclature a été établie afin de simplifier la lecture et faciliter l'analyse des résultats des essais. De plus, le bitume et les 12 fines énumérées précédemment ont été obtenues de la façon suivante :

- PG 64H-28 : Bitume : bitume utilisé au LCMB lors des laboratoires de cours
- CH : Chaux hydratée : sac prêt à l'emploi acheté en magasin
- A : Argile : sac prêt à l'emploi acheté en magasin
- Be : Béton : poutre réalisée au LCMB lors d'un laboratoire de cours
- Br : Brique : stock de brique de l'ÉTS
- Ce : Céramique : carreau acheté en magasin
- P : Porcelaine : carreau acheté en magasin
- Ca : Calcaire : poussière de roche provenant du dépoussiéreur d'une centrale à enrobé
- V : Verre : mélange de verre recyclé de différentes natures
- G : Gypse : plaque de plâtre issue de travaux de rénovation au sein de l'ÉTS
- CAr : Combiné artificiel : réalisé en laboratoire à partir des fines précédentes
- CN1 et CN2 : Combiné naturel 1 et 2 : sac de résidus de CRD issu du criblage fin d'un centre de tri du Québec, composition inconnue

Les mastics ont été réalisés selon 4 teneurs massiques en fines (20, 40, 60 et 70%), teneurs exprimées par rapport à la masse totale de mastic. Afin de préciser la teneur en fines dans un mastic, un nombre est placé (20, 40, 60 ou 70) et placé avant le signe du mastic.. De plus, étant donné qu'il n'y a qu'un seul bitume utilisé durant toute cette étude, celui-ci est nommé selon sa classe de performance, à savoir PG 64H-28. Ainsi, par exemple, un mastic nommé 40V sera un mastic composé du bitume PG 64H-28 et de 40% massique de fines de verre.

2.3 Choix des essais

Les essais réalisés sur les fines de CRD sont les suivants :

- Essai de densité (ASTM C604)
- Essai de teneur en eau (LC 21-201)
- Essai d'indice des vides intergranulaires, ou indice de Rigden (BS EN 1097-4)
- Essai de la valeur au bleu de méthylène (LC 21-255)
- Essai de teneur en matière organique (uniquement combinés naturels 1 et 2)
- Détermination des courbes granulométriques
- Observation au microscope électronique à balayage

Les essais réalisés sur le bitume et les mastics sont les suivants :

- Essai de densité (uniquement le bitume) (ASTM D70)
- Détermination de la température haute (uniquement le bitume) (AASTHO T315)
- Essai de pénétrabilité à l'aiguille (ASTM D5)
- Essai de cisaillement dynamique et de balayage en amplitude (ASTM D7175)
- Observation au microscope électronique à balayage (certains mastics et le bitume)

Concernant les mastics, il y a 12 fines de CRD et 4 teneurs en fines dans le mastic étudiées ce qui amène à un total de 48 mastics à tester (+ le bitume). Il a été choisi de se focaliser principalement sur l'essai de cisaillement dynamique qui est réalisé grâce à un rhéomètre à cisaillement dynamique et qui permet de décrire le comportement rhéologique d'un bitume (ou d'un mastic) sur une très grande plage de températures et de fréquences de sollicitations. Cet essai est présenté à la section suivante.

2.4 Présentation de l'essai de module complexe de cisaillement

Tout d'abord, l'appareil permettant de réaliser les essais de cisaillement dynamique est présenté. La méthode permettant de déterminer la limite du domaine viscoélastique linéaire est ensuite expliquée puis le domaine d'étude du comportement rhéologique des mastics utilisé dans cette étude est donné.

2.4.1 Principe de fonctionnement du DSR

Le rhéomètre à cisaillement dynamique, communément appelé DSR (*dynamic shear rheometer*), est un appareil (1) permettant l'étude du comportement rhéologique des bitumes et des mastics bitumineux soumis à des déformations induisant des contraintes de cisaillement (Figure 2.1). Un échantillon de mastic (2), préalablement coulé dans un moule en silicone, est placé entre deux plaques circulaires, l'une fixe (3) et l'autre pilotable en rotation et en translation verticale (4). Une fois l'échantillon en contact avec les deux plaques, l'enceinte thermique (5) peut être refermée. L'opérateur définit alors les conditions de l'essai, à savoir la fréquence de sollicitation, la température et la distorsion à appliquer à l'échantillon. L'appareil applique alors une distorsion

à l'échantillon de mastic sous la forme d'un sinus et, à l'aide de capteurs, enregistre la réponse en contrainte de cisaillement, qui est également une sinusoïde.



a) DSR



b) Zoom sur la pastille de mastic

FIGURE 2.1 Présentation du rhéomètre à cisaillement dynamique

Le DSR est muni de plusieurs géométries pour les plaques (3) et (4), à savoir des plaques de diamètres 4mm, 8mm et 25mm appelées respectivement PP4, PP8 et PP25. L'intérêt de ce jeu de plaques différentes est de pouvoir étudier les bitumes et les mastics sur des gammes de températures beaucoup plus grandes. La rigidité des matériaux bitumineux étant très dépendante de la température, plus la température est basse, plus le matériaux est rigide (et inversement). Ainsi, il est très difficile d'étudier une pastille de mastic de 25mm de diamètre avec la géométrie PP25 en dessous de 10°C car le mastic est trop rigide pour le DSR qui ne peut appliquer qu'un couple maximal de 15Nm. Pour parer à ce problème, on utilise alors la géométrie PP8 qui permet d'étudier le mastic à basse température car la contrainte appliquée est plus faible. De la même façon, on peut utiliser la géométrie PP4 pour atteindre des températures inférieures à -14°C. Il pourrait alors être tentant d'opter pour la géométrie PP4 faite pour les basses températures et de l'utiliser également pour les hautes températures. Cela n'est malheureusement aussi facile

car avec l'augmentation de la température, le mastic se ramollit tellement qu'une pastille de 4mm de diamètre de mastic n'est pas assez consistante pour permettre d'être étudiée à haute température. Il est alors possible que le capteur de couple mesure un signal bruité trop faible. C'est pourquoi on utilise la géométrie PP25 pour les hautes températures, la géométrie PP8 pour les températures intermédiaires et la géométrie PP4 pour les basses températures. Ce choix n'est pas normalisé, c'est à l'opérateur de choisir en fonction du matériau étudié et de ses objectifs la ou les géométries de plaques qu'il souhaite utiliser.

2.4.2 Détermination de la limite du domaine viscoélastique linéaire

La détermination de la limite du domaine viscoélastique linéaire est une étape nécessaire à réaliser avant de passer à proprement dit à l'essai de cisaillement dynamique. Cette étape permet déterminer la distorsion qui sera appliquée par la suite à l'échantillon. Si cette distorsion est trop importante, alors il y a des risques de sortir du domaine des petites déformations, donc du domaine VEL (Figure 1.7), et dans les cas extrêmes, de briser l'échantillon. Dans le cas contraire, si la distorsion est trop faible, alors il est possible que les contraintes induites soient trop faibles pour être mesurées clairement par l'appareil, le signal pourrait être bruité. Il faut donc trouver la limite du domaine VEL afin d'appliquer la plus grande distorsion possible tout en restant dans le domaine des petites déformations. En pratique, on considère que cette correspond au moment à la distorsion appliquée sur l'échantillon entraîne une chute de 5% de la norme initiale du module complexe de cisaillement. Bien qu'en théorie, cette limite devrait être déterminée pour chaque couple (température, fréquence), la limite du domaine VEL a été déterminée pour chaque mastic à (40°C, 10Hz) pour la géométrie PP25 et à (4°C, 10Hz) pour la géométrie PP8. Ce choix est arbitraire et correspond à un compromis entre le temps d'essai total et la précision de la limite du domaine VEL.

2.4.3 Domaine d'étude du comportement rhéologique

Pour l'essai de cisaillement dynamique, le mastic a été étudié selon deux géométries, à savoir la PP25 et la PP8. Les plages de variation de température selon les géométries sont les suivantes :

- PP8 : [-14 ; -8 ; -2 ; +4 ; +10 ; +16 ; +22 ; +28 ; +34]°C
- PP25 : [+34 ; +40 ; +46 ; +52 ; +58 ; +64 ; +70 ; +76 ; +82]°C

On remarque que, pour les deux géométries, le mastic sera testé à +34°C. On appelle cette température "température de recollement". Lorsque plus d'une géométrie de plaque est utilisée pour un essai de module complexe, il est courant de réaliser un recollement sur une ou plusieurs températures entre chaque géométrie. Cela permet de s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus lorsque la température se rapproche de la limite de l'intervalle propre à chaque géométrie, ici en l'occurrence +34°C.

Pour les deux géométries, la plage de variation de la fréquence est la suivante :

- $f : [0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,6 ; 0,7 ; 0,8 ; 0,9 ; 1 ; 1,59 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7 ; 8 ; 9 ; 10 ; 1,59] \text{Hz}$

Au total, cela amène à 378 le nombre de mesures de modules complexes $G^*(T, f)$ effectuées pour chaque mastic.

2.5 Processus de réduction des résidus de CRD

Une fois les différents matériaux de CRD récupérés, différents processus ont été utilisés afin de réduire la taille des matériaux en une fine poudre capable d'être mélangée avec le bitume. Ainsi, le béton, la brique, la céramique, la porcelaine et le verre ont été réduits en fines par concassages successifs. Tout d'abord, un concassage grossier a été réalisé avec un marteau puis, une concassage plus fin a été obtenu à l'aide d'un concasseur à mâchoires et enfin, les matériaux ont été transformés en poudres à l'aide d'un concasseur à coupe vibrante type Pulvérisette 9. Le gypse a quant à lui été réduit en fines grâce à un broyeur à couteaux qui est un moyen très efficace pour déchiqueter très finement des plaques de plâtres. Concernant l'argile, le calcaire et la chaux hydratée, aucun processus de réduction n'a été nécessaire puisque les matériaux étaient déjà sous forme de poudre. Enfin, les deux combinés naturels 1 et 2 ont nécessité un traitement particulier qui est détaillé dans la section suivante.

2.6 Cas des combinés naturels 1 et 2

Les combinés naturels 1 et 2 sont deux échantillons prélevés dans un baril contenant un mélange de résidus de criblage fin issu du centre de tri AIM. La figure 2.2 présente le matériau brut avant séchage issu du baril contenant les résidus de criblage de CRD. D'après une observation

visuelle, on remarque que le matériau est fortement hétérogène car de nombreux matériaux différents peuvent être identifiés parmi les particules. En effet, on note la présence de différents types de roches mais également des matériaux tels que du verre, de la céramique, du plastique, du polystyrène ou encore des petits morceaux de métal. Un bout de câble électrique se trouve également dans l'échantillon. De plus, on note la forte présence de matériaux organiques tels que des particules plus ou moins grosses de bois et ainsi que des fibres.



a) Observation avant séchage à l'étuve



b) Zoom sur les résidus

FIGURE 2.2 Résidus de criblage de CRD avant tamisage grossier

Une fois l'observation visuelle du matériau brut réalisée, les deux échantillons (combinés naturels 1 et 2) ont été placés à l'étuve à 110°C pendant 24h afin d'enlever toute l'eau contenue dans le matériau et faciliter les futurs processus de tamisage. A l'issue de ce séchage, une forte odeur se dégageait des échantillons, ce qui confirme la présence plus ou moins importante de matériaux organiques dans le matériau brut. La partie grossière de la granulométrie des combinés naturels 1 et 2 a été déterminée après un unique tamisage grossier (tamis 20-5-2.5-1.25-0.630 mm) (Figures 2.3 et 2.4). On remarque que la granulométrie des deux échantillons est quasiment identique. De plus, la granulométrie des deux échantillons est relativement proche de la granulométrie moyenne des résidus de criblage fin qui a été calculée à partir de 9 échantillons provenants de divers centres de tri (Chamard et CTTÉI, 2017).

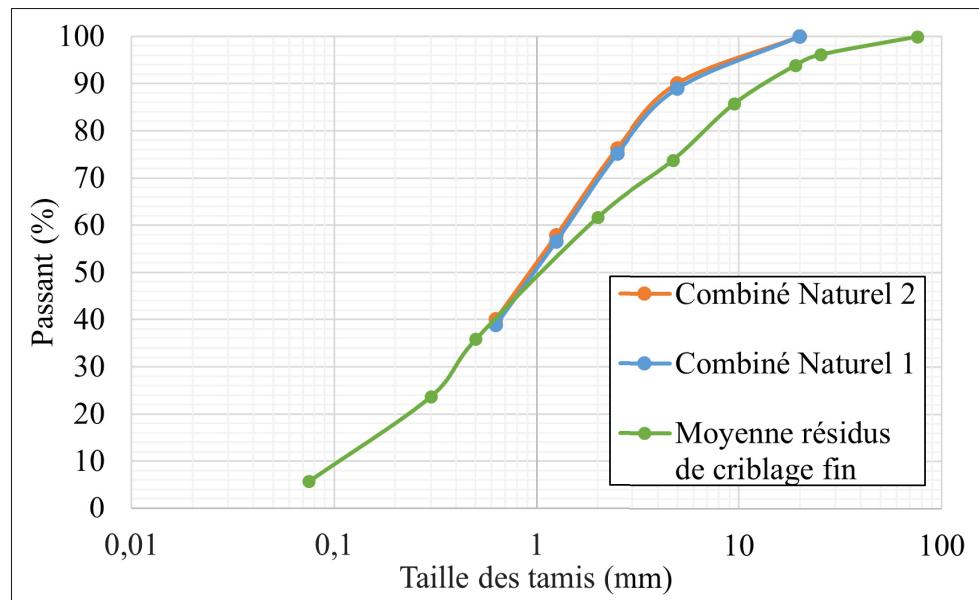


FIGURE 2.3 Granulométrie des combinés naturels avant tamisage fin

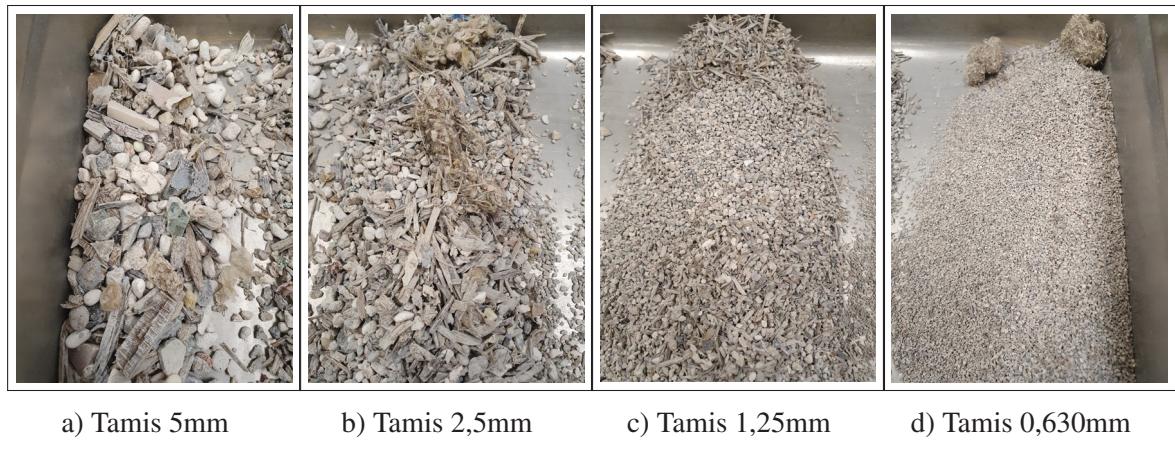


FIGURE 2.4 Résidus de criblage de CRD après tamisage grossier

Compte tenu de la forte proportion de particules fines ($<630\mu\text{m}$) dans le matériau brut (40%), il n'est pas nécessaire de réaliser une réduction en poudre du matériau brut pour en augmenter la teneur en fines. En effet, utiliser directement les fines passant le tamis $630\mu\text{m}$ présente deux avantages. Le premier avantage est de limiter les processus de transformation des résidus de criblage en sortie des centres de tri afin de réutiliser au maximum en l'état le matériau. Le deuxième avantage est qu'en utilisant uniquement le passant $630\mu\text{m}$, on limite l'incorporation des matériaux aux propriétés très spécifiques tels que les morceaux de bois, de métal ou de

plastique. A l'échelle industrielle, effectuer uniquement un tamisage fin de ces résidus permettrait de limiter les opérations de réduction de la taille des particules afin de réutiliser au maximum le matériau en l'état.

La figure 2.5 présente les fines composant le combiné naturel 1. On remarque que, à l'issu du tamisage, sous l'effet du roulis des tamis, des fibres passant le tamis 630µm ont fini par s'agglomérer. Il a été décidé de retirer manuellement ces boules de fibres remontant naturellement à la surface de l'échantillon afin d'éviter tout problème d'homogénéité dans la confection des futurs mastics. En effet, la présence d'une boule de fibres emprisonnée dans une pastille de mastic entraînerait des résultats biaisés aux essais de cisaillement dynamique.



a) Résidus de criblage passant le tamis 630µm



b) Présence de fibres agglomérées

FIGURE 2.5 Observation du combiné naturel 1 après tamisage grossier

2.7 Confection des mastics

Le protocole de confection des mastics est le suivant : le bitume PG 64H-28, les fines de CRD et une coupelle vide sont placés à l'étuve à 150°C pour une durée de 30min, le temps que le bitume soit suffisamment ramolli pour être coulé. Il est important de chauffer les fines de CRD ainsi que les différents outils afin d'éviter un choc thermique avec le bitume et améliorer le mélange des composants. Lorsque le bitume est à bonne température, la coupelle vide est placée sur une balance tarée puis le bitume est coulé dedans. Pour cette étude, il a été fait le choix de confectionner, pour chaque fine de CRD, 4 mastics avec des teneurs massiques différentes, à

savoir 20, 40, 60 et 70% massique selon l'équation 2.1. Étant donné que les densités de fines de CRD sont différentes les unes des autres, un tableau de correspondance entre la teneur massique et la teneur volumique en fines dans les mastics est établi (Tableau 2.2).

$$\text{Teneur massique} = \frac{\text{Masse des fines}}{\text{Masse totale du mastic}} \quad (2.1)$$

TABLEAU 2.2 Correspondance entre teneur massique et teneur volumique

Teneur massique (%)	Teneur volumique (%)
20	de 8,5 à 9,5
40	de 20 à 22
60	de 36,5 à 39
70	de 47 à 49,5

Un tableau de conversion de la teneur massique en teneur volumique propre à chaque fine de CRD est présenté dans l'Annexe I (Tableau-A I-1).

Compte tenu de la quantité initiale de bitume disponible (environ 3kg) et du nombre de mastics à confectionner, il a été choisi de viser une masse de 50g par mastic. Afin d'assurer la précision et le respect des proportions souhaitées, une balance précise au μg a été utilisée. Ainsi, pour un mastic contenant 20% massique de fines, il est versé environ 40g de bitume puis, à partir de la masse réelle de bitume versée, on calcule la masse de fines à ajouter, avec une précision au μg . Ensuite, à l'aide d'une fine tige de métal, le malaxage est réalisé pour assurer l'enrobage des fines par le bitume et assurer visuellement l'homogénéité du mastic. L'utilisation d'un malaxeur à hélices n'est pas possible car les quantités de mastics confectionnés à chaque coulée sont trop faibles, il faut donc réaliser le malaxage manuellement. Cette étape est relativement délicate car pour des teneurs massiques au-delà de 60%, il devient alors compliqué, voire impossible dans certains cas, d'enrober complètement les particules avec le bitume. En effet, certains mastics

confectionnés ne sont pas homogènes car il n'y a pas assez de bitume pour enrober totalement les fines particules (Figure 2.6). Il ne se forme alors pas un mastic mais plutôt des agglomérations ou des pellets de bitume enrobés de fines de CRD.

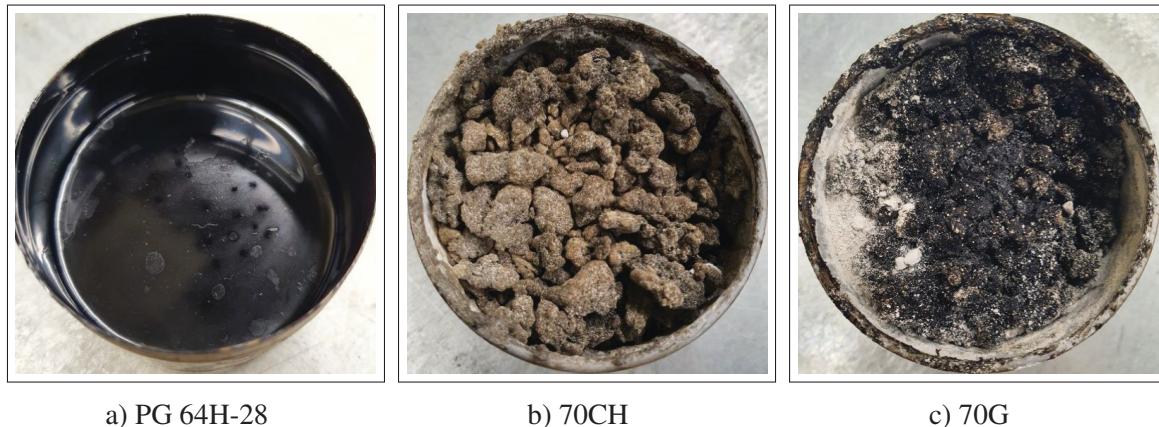


FIGURE 2.6 Mise en évidence du défaut d'enrobage de certains mastics

Ainsi, les 7 mastics suivant n'ont pas pu être confectionnés : 70CH, 70G, 70A, 60CN1 et 70CN1, 60CN2 et 70CN2. Ce phénomène de manque d'enrobage des particules par le bitume peut être attribué à la surface spécifique des fines. En effet, comme le montreront les sections plus en avant, on remarque que les premiers (70CH, 70G et 70A) sont les mastics composés des matériaux les plus fins, autant du point de vue strict de leur courbe granulométrique que des différents essais réalisés sur les fines. Ainsi, les particules étant plus fines, il faut plus de bitume pour les enrober complètement ce qui est impossible au-delà d'une certaine teneur massique. 4 autres mastics (60CN1, 70CN1, 60CN2 et 70CN2) n'ont pas pu être confectionnés, bien que leur granulométrie ne soit pas particulièrement fine au regard des autres matériaux. Pour ces mastics, on remarque, dès 60% massique en fines, la quantité de fines par rapport au bitume est trop importante et il est alors impossible d'obtenir un mastic homogène. La présence de fibres dans les combinés naturels 1 et 2 semblent être la cause principale de phénomène.

Finalement, 42 matériaux bitumineux (1 bitume et 41 mastics) ont pu être confectionnés et testés selon les essais de pénétrabilité à l'aiguille et de cisaillement dynamique (Tableau 2.3).

TABLEAU 2.3 Récapitulatif des mastics confectionnés
(O : Oui ; X : Non)

Matériaux	20% massique	40% massique	60% massique	70% massique
Béton	O	O	O	O
Chaux Hydratée	O	O	O	X
Verre	O	O	O	O
Porcelaine	O	O	O	O
Céramique	O	O	O	O
Brique	O	O	O	O
Gypse	O	O	O	X
Argile	O	O	O	X
Calcaire	O	O	O	O
Combiné Artificiel	O	O	O	O
Combiné Naturel 1	O	O	X	X
Combiné Naturel 2	O	O	X	X

CHAPITRE 3

PRÉSENTATION ET ANALYSE DES CARACTÉRISTIQUES DU BITUME ET DES FINES DE CRD

3.1 Caractérisation du bitume PG 64H-28

3.1.1 Principales caractéristiques du PG 64H-28

Le seul et unique bitume utilisé durant cette étude est un bitume de type PG 64H-28, très couramment utilisé au Québec. La fiche technique de ce bitume est présentée dans l'Annexe II (Figure-A II-1). Certaines caractéristiques principales de ce bitume ont été vérifiées à l'aide de différents tests (Tableau 3.1).

TABLEAU 3.1 Propriétés du bitume PG 64H-28

Caractéristique	Valeur	Norme
Densité	1,029	ASTM D70
Température haute	68,4°C	AASTHO T315
Pénétration à l'aiguille à 25°C	59 dixièmes de mm	ASTM D5

En complément à ces trois essais, un essai de cisaillement dynamique a été réalisé grâce au rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) afin d'obtenir le comportement rhéologique du bitume sur un grande plage de températures et de fréquences. Les résultats de cet essai sont expliqués plus tard à la section 4.2.1.

3.1.2 Observation du PG 64H-28 au MEB

La surface du bitume a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) (Figure 3.1). L'échelle des images obtenues grâce au MEB est définie par les petits points blancs situés au dessus de la légende, ici l'échelle correspond à 2mm. En dehors de la zone claire à gauche de l'image, où des effets de bord apparaissent (fissures et craquelments), on constate que la surface du bitume est extrêmement lisse. Cette image servira de référence pour analyser par la suite les images de certains mastics.

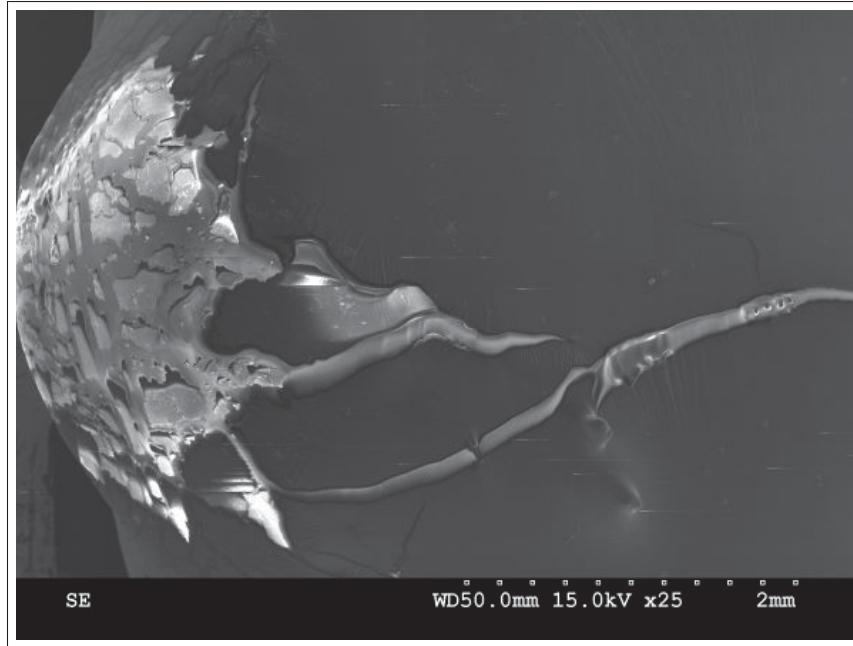


FIGURE 3.1 PG 64H-28 au MEB, grossissement x25

Par ailleurs, durant les séances de prise d'images avec le MEB, il a été remarqué un effet intéressant. Lors de l'observation de la surface du bitume, si le grossissement est relativement important, le faisceau d'électrons se concentre alors sur une surface de bitume si petite qu'il parvient à en éléver la température. En effet, comme le montre la figure 3.2, une zone est tout d'abord observée avec un faible grossissement puis on zoom sur la zone pendant une trentaine de secondes. On observe alors le bitume s'échauffer et se déplacer tel un liquide, comme le montre le grossissement x350. Une fois revenu à un grossissement plus faible, on constate l'effet de l'échauffement sur la surface du bitume. Aussi, l'échauffement du bitume par le MEB a été observé sur une surface irrégulière car le mouvement du bitume est alors plus facilement observable que sur une surface lisse. L'observation de ce phénomène montre que pour observer un bitume ou un mastic au MEB avec des grossissements relativement importants, il est conseillé de refroidir préalablement l'échantillon afin d'en augmenter temporairement sa rigidité.

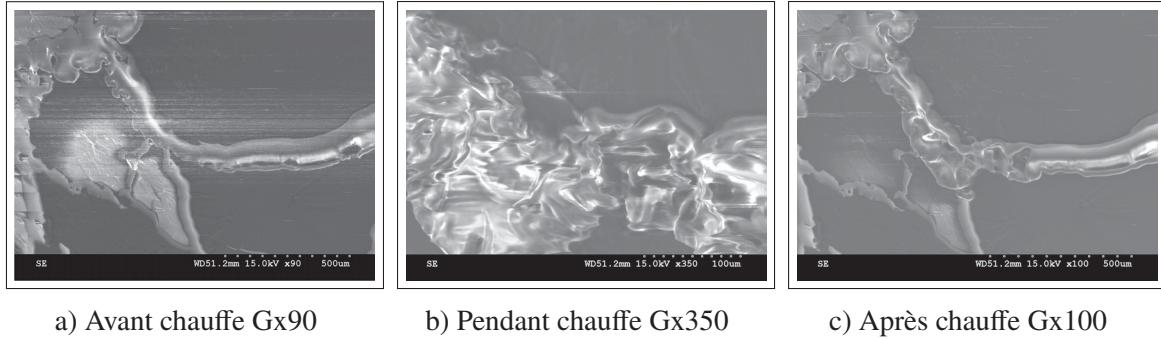


FIGURE 3.2 Visualisation de la fonte de la surface du bitume par le MEB

3.2 Caractérisation des fines de CRD

Dans cette section, les principales propriétés des fines de CRD sont déterminées puis présentées.

3.2.1 Densité

La densité des fines de CRD a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz selon la norme ASTM C604 (Tableau 3.2). Les résultats montrent une variation relativement importante de la densité entre les matériaux, allant de 2,430 pour le gypse à 2,776 pour le calcaire. Par ailleurs, la différence de densité entre les deux combinés naturels CN1 et CN2 n'est que de 0,001. Cela signifie que, en première approche, l'hypothèse selon laquelle les deux échantillons ont la même composition semble valide.

3.2.2 Teneur en eau

La teneur en eau des fines, à l'état naturel, a été mesurée après un conditionnement à l'étuve à 110°C durant 24h selon la norme LC 21-201. On observe une plus grande disparité dans la mesure des teneurs en eau des matériaux comme le montre le coefficient de variation de 196%. Ainsi, il apparaît que le gypse est un matériau avec une capacité d'absorption de l'eau bien supérieure que les autres matériaux.

TABLEAU 3.2 Densité et teneur en eau des fines

Matériaux	Densité	Teneur en eau (%)
Béton	2,597	3,5
Chaux Hydratée	2,507	0,7
Verre	2,543	0,2
Porcelaine	2,528	0,1
Céramique	2,748	0,2
Brique	2,687	0,1
Gypse	2,430	20,8
Argile	2,632	2,3
Calcaire	2,776	0,4
Combiné Artificiel	2,618	3,0
Combiné Naturel 1	2,500	2,2
Combiné Naturel 2	2,499	1,9
Moyenne	2,589	2,9
Coefficient de variation (%)	4	196

3.2.3 Granulométrie des matériaux

3.2.3.1 Courbes granulométriques

Les courbes granulométrique des fines ont été déterminées par granulométrie laser. Pour améliorer l'acquisition des données, certains matériaux ont été immersés dans de l'eau distillée tandis que d'autres (chaux hydratée, gypse et les trois fines combinées) ont été immersés dans de l'isopropanol (C_3H_8O) afin de faciliter la séparation des particules fines entre elles. Les courbes granulométriques sont obtenues en réalisant la moyenne de plusieurs courbes (minimum 5) pour chaque matériaux (Figure 3.3). On remarque que les courbes granulométries sont très différentes, ce qui peut s'expliquer en partie par les différents procédés de réduction utilisés pour l'obtention de ces fines. Certaines de ces courbes granulométriques sont d'ailleurs en dessous de la limite

de la norme ASTM D242 qui définit la granulométrie des fillers (Tableau 1.2). C'est le cas du verre, de la brique et de la porcelaine. Ces matériaux ne sont donc pas des fillers au sens de cette norme.

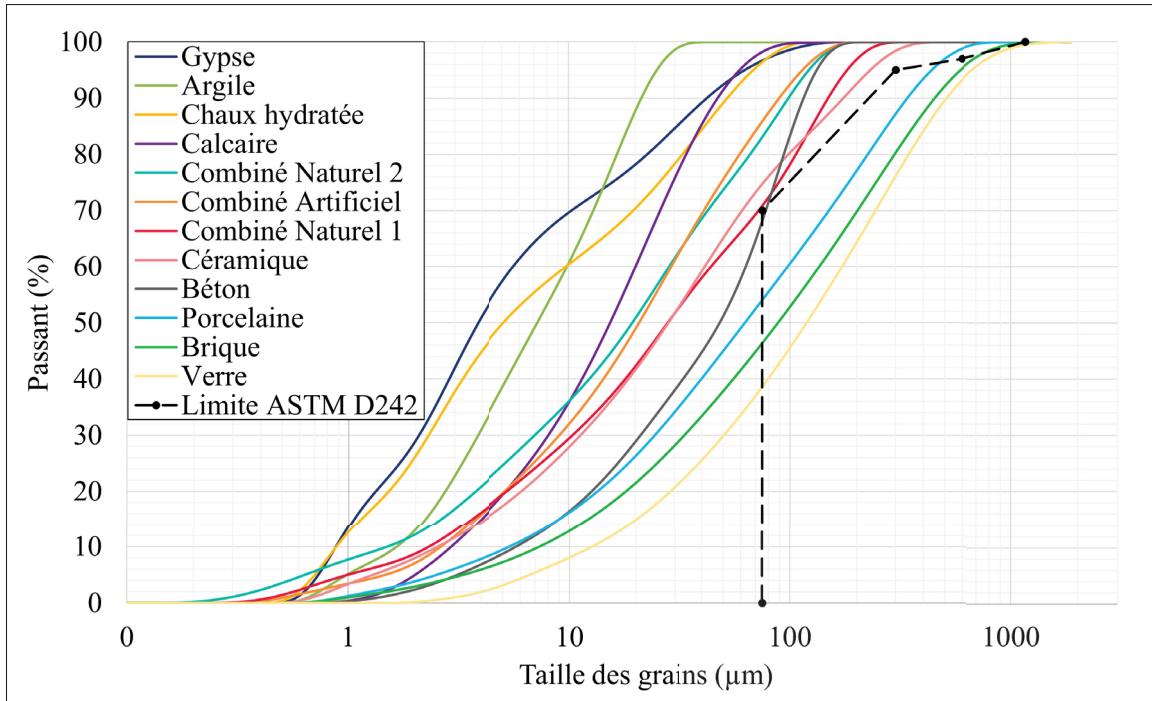


FIGURE 3.3 Courbes granulométriques des fines

Les indicateurs D_{10} , D_{50} et D_{90} sont directement donnés par l'appareil réalisant la granulométrie laser et permettent de mieux apprécier les variations de granulométrie entre les différents matériaux (Tableau 3.3). Par exemple, quand 90% des particules de gypse sont inférieures à $41,9\mu\text{m}$, 90% des particules de verres sont inférieures à $511\mu\text{m}$. Il est à noter que les coefficients de variation de ces trois sont très proches ce qui indique que les courbes granulométriques ont des allures similaires et qu'elles sont essentiellement translatées horizontalement les unes par rapport aux autres.

TABLEAU 3.3 D_x des courbes granulométriques

Matériaux	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
Béton	5,8	48,4	115,0
Chaux hydratée	0,9	5,1	51,6
Verre	12,7	119,0	551,0
Porcelaine	5,4	62,8	339,0
Céramique	2,5	28,3	175,0
Brique	7,4	89,5	451,0
Gypse	0,9	3,8	41,9
Argile	1,7	7,3	20,2
Calcaire	2,9	15,7	49,5
Combiné artificiel	2,6	21,1	91,3
Combiné naturel 1	2,3	28,3	148,6
Combiné naturel 2	1,5	19,2	96,6
Moyenne	3,9	37,4	174,2
Coefficient de variation (%)	89	97	93

3.2.3.2 Influence de l'indice de réfraction

L'indice de réfraction des fines est un paramètre important à entrer dans l'appareil réalisant la granulométrie laser. Étant donné que l'appareil mesure la déviation des rayons percutant les fines particules, si l'indice de réfraction entré est erroné, alors la courbe granulométrique déterminée par l'appareil peut être surestimée ou sous-estimée par rapport à la réalité. Heureusement, l'appareil de mesure possède une banque de données relativement conséquente regroupant les indices de réfraction de nombreux matériaux, ce qui limite les erreurs. Pour les matériaux de cette étude, l'indice de réfraction varie généralement entre 1,50 et 1,60. Cependant, d'une part, cette banque d'indices de réfraction n'est pas exhaustive et d'autre part, plusieurs indices de réfraction peuvent être enregistrés pour un même matériau.

Dans le cas des fines du combiné artificiel, il est difficile de donner un indice de réfraction propre au matériau étant donné qu'il est composé de plusieurs matériaux ayant chacun leur propre indice. Afin d'éviter de devoir réaliser un essai spécifiquement pour déterminer l'indice de réfraction du combiné artificiel, il a été décidé d'étudier l'influence de la variation de l'indice de réfraction sur la mesure des courbes granulométriques (Figure 3.4). Ainsi, il apparaît que la variation de l'indice de réfraction entre 1,55 et 1,65 a une influence insignifiante sur la mesure des D_x (D_{10} , D_{50} et D_{90}) du combiné artificiel. Il faut augmenter l'indice de réfraction à 2,0, soit au dessus de la plage des indices de réfraction des matériaux étudiés, afin d'apercevoir un écart dans la mesure des D_x et là encore, cet écart reste relativement faible. Par exemple, les mesure de D_{50} avec des indices de réfraction respectivement de 1,55 ; 1,65 et 2,00 sont respectivement 21 μm ; 21,1 μm et 19,4 μm . Grâce à cette rapide étude, il est raisonnable de considérer que l'indice de réfraction du combiné artificiel peut être choisi dans la gamme de variation des indices des matériaux le composant, cela n'a pas d'influence majeure sur sa courbe granulométrique.

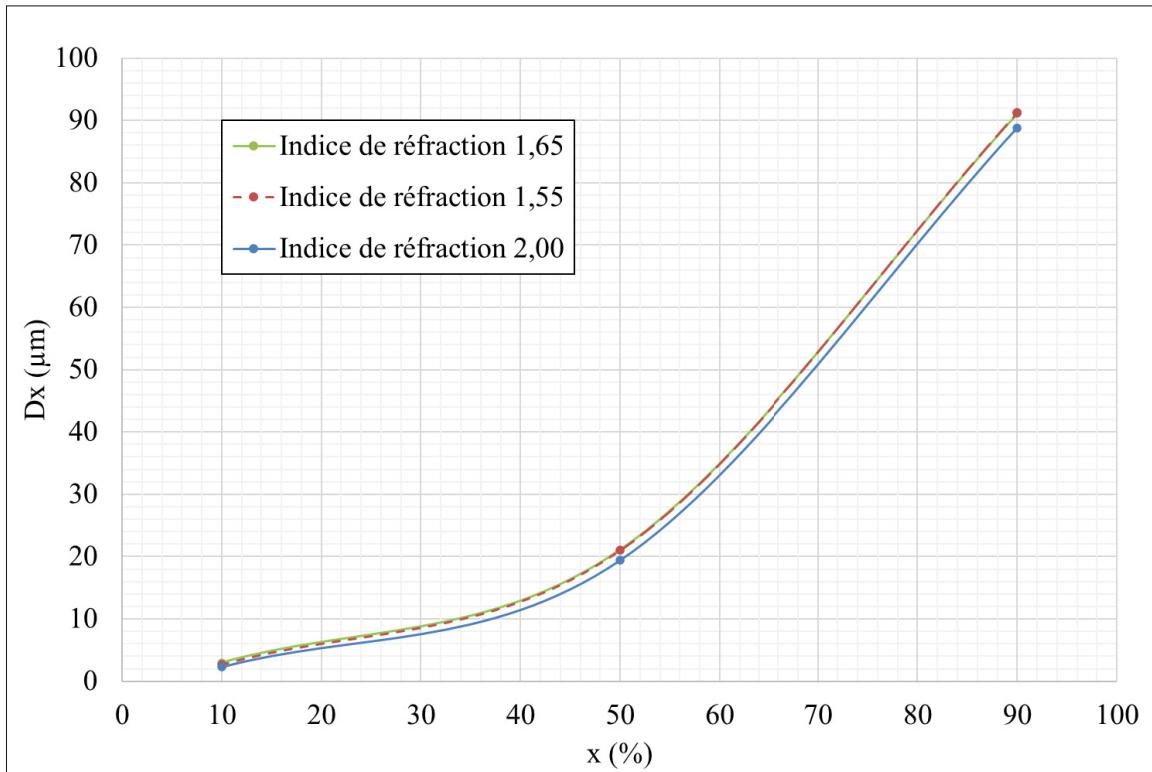


FIGURE 3.4 Influence de l'indice de réfraction sur la mesure de la granulométrie du combiné artificiel

3.2.3.3 Coefficients d'uniformité et de courbure, module de finesse

Les coefficients d'uniformité C_u et de courbure C_c des courbes granulométriques des fines de CRD sont présentés dans le tableau 3.4. Les valeurs de D_{30} et D_{60} nécessaires pour calculer ces coefficients ne sont pas directement données par l'appareil réalisant la granulométrie laser et ont donc été déterminées par régression linéaire. Tous les matériaux ont un coefficient d'uniformité compris entre 5 et 20, ce qui indique que tous ces matériaux ont une granulométrie dite semi-étalée. Néanmoins, il est important de noter que certains matériaux ont un C_u proche de 5, comme le gypse, l'argile et le calcaire, ce qui signifie qu'ils sont proches d'une granulométrie dite serrée. En revanche, d'autres matériaux, comme la porcelaine, la brique et les deux combinés naturels ont un C_u proche de 20, ce qui signifie une courbe proche d'une granulométrie étalée.

Concernant les coefficients de courbure, seuls trois matériaux, qui sont la chaux hydratée, l'argile et le calcaire, possèdent un C_c inférieur à 1, ce qui signifie une forte proportion de particules fines dans leur granulométrie. Les autres matériaux ont un C_c compris entre 1 et 3, ce qui signifie qu'il n'y a pas de prédominance dans la proportion des particules fines et grosses.

Enfin, les modules de finesse ont été calculés comme étant le centième de la somme des retenus cumulés en pourcentage des tamis 75-50-30-20-10-5-3-1 μm (Tableau 3.4). Comme pour les coefficients C_u et C_c , les D_x des tamis n'étant pas directement donnés par l'appareil réalisant la granulométrie laser, ils ont été calculés par régression linéaire. En prenant en compte 8 tamis pour le calcul, la valeur de module de finesse s'étend donc de 0 à 8, 0 correspondant à un matériau passant à 100% le tamis 1 μm et 8, un matériau ayant 100% de retenus au tamis 75 μm . L'avantage du module de finesse est qu'il permet de mettre une valeur sur une courbe granulométrique, ce qui facilite les comparaisons. De plus, on remarque que le classement des modules de finesse des fines respecte l'ordre des courbes granulométriques. Finalement, l'analyse granulométrique permet de classer les matériaux de la manière suivante : le gypse est le matériau globalement le plus fin, suivi de l'argile, de la chaux hydratée, du calcaire, du combiné naturel 2, du combiné artificiel, du combiné naturel 1 et de la céramique (très similaires), du béton, de la porcelaine, de la brique et enfin du verre.

TABLEAU 3.4 C_u , C_c et MF des fines

Matériaux	C_u	C_c	MF
Béton	11,0	1,2	5,84
Chaux Hydratée	11,0	0,6	3,06
Verre	13,6	1,2	6,84
Porcelaine	18,2	1,2	6,08
Céramique	16,3	1,2	5,07
Brique	18,5	1,1	6,41
Gypse	6,5	0,9	2,66
Argile	5,9	0,9	2,88
Calcaire	6,9	1,1	4,10
Combiné Artificiel	11,1	1,1	4,62
Combiné Naturel 1	19,0	1,1	5,07
Combiné Naturel 2	19,0	1,2	4,46
Moyenne	13,1	1,1	4,76
Coefficient de variation (%)	39	17	29

3.2.4 Valeur au bleu de méthylène - Surface spécifique

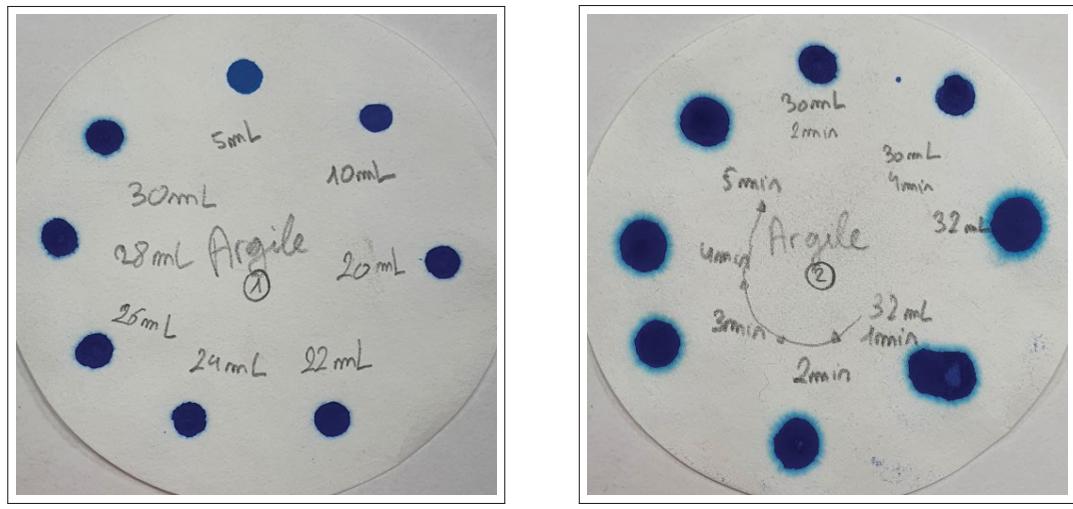
La surface spécifique d'un matériau peut être estimée grossièrement à partir de sa courbe granulométrique mais cette valeur théorique, basée sur l'hypothèse de particules parfaitement sphériques, ne saurait prendre en compte des paramètres tels que la forme ou la rugosité des particules. Les irrégularités de surface qui ne peuvent être prises en compte donnent toujours une surface spécifique réelle supérieure à la surface spécifique théorique (Konrad et Gabezas, 2008). On préfère alors mesurer la surface spécifique directement grâce à l'essai au bleu de méthylène qui a été réalisé sur les fines de CRD selon la norme LC 21-255, c'est à dire selon la méthode dite de la tache (Figure 3.5). Cette norme précise que l'essai doit être réalisé avec des matériaux passant le tamis 400 μm . Or, certains matériaux possèdent une fraction plus ou moins importante de retenus au tamis 400 μm (Figure 3.3), c'est le cas du verre (15% de retenus), de la brique (13%

de retenus) et de la porcelaine (7% de retenus). Cela signifie que, pour ces matériaux, l'essai a été réalisé sur un échantillon non représentatif du matériau. Étant donné que la valeur de bleu de méthylène augmente avec la finesse des particules, cela implique que les résultats obtenus pour ces trois matériaux sont légèrement surestimés. Par ailleurs, la norme indique que si le pH de la solution de sol est supérieur à 9 ou 10, alors les résultats de l'essai peuvent être contestés.

D'après les résultats de l'essai (Tableau 3.5), il apparaît tout d'abord que certains matériaux ont un pH supérieur ou égal à 10, comme c'est le cas du béton, de la chaux hydratée, du verre, du calcaire ainsi que du combiné artificiel. D'après la norme, cela indique que l'on peut émettre des réserves quant à la validité de leur VBM. En effet, il est étonnant d'obtenir une même VBM pour la chaux hydratée que pour le verre alors que les deux matériaux ont des granulométries très différentes.

Par ailleurs, on remarque que l'argile a une VBM très importante (2,980 mL/g), soit plus de 15 fois supérieure à la VBM du gypse (0,198 mL/g) qui est le deuxième matériau ayant la plus grande VBM. Cela s'explique par la structure de l'argile qui est composée de feuillets extrêmement minces, ce qui augmentent énormément la surface spécifique. Ces feuillets ne sont pas détectés par l'analyse laser de la granulométrie de l'argile car ils sont si proches les uns des autres qu'ils sont considérés comme formant une particule unique. Un dernier point important concerne les combinés naturels 1 et 2 qui présentent une VBM relativement grande compte tenu de leur granulométrie intermédiaire. Pour ces deux matériaux, c'est la présence de fibres dans le combiné naturel qui entraîne une augmentation de l'absorption du bleu de méthylène et donc, une plus grande valeur de VBM.

Cet essai met en lumière le fait que la surface spécifique tend à augmenter avec la diminution de la taille des particules, ce qui concorde avec les résultats obtenus dans la littérature (Taylor, 2007 ; Boussabnia, 2018). Cela indique également que des matériaux les plus fins comme le gypse ou l'argile nécessiteront plus de bitume pour envelopper correctement chacune de leurs particules que des matériaux plus grossiers comme la porcelaine ou la céramique.



a) 30mL : apparition de l'auréole bleutée

b) 5min après : auréole toujours présente

FIGURE 3.5 Détermination de la VBM des fines d'argile, méthode de la tache

TABLEAU 3.5 VBM, S_s et pH des fines

Matériaux	VBM (mL/g)	S_s (m ² /g)	pH
Béton	0,029	0,61	12
Chaux Hydratée	0,022	0,46	12
Verre	0,022	0,47	10
Porcelaine	0,005	0,11	7
Céramique	0,010	0,21	7
Brique	0,016	0,34	7
Gypse	0,198	4,14	7
Argile	2,980	62,38	6
Calcaire	0,030	0,62	12
Combiné Artificiel	0,035	0,73	12
Combiné Naturel 1	0,160	3,35	7
Combiné Naturel 2	0,169	3,54	7
Moyenne	0,306	6,41	8,8
Coefficient de variation (%)	276	276	28

3.2.5 Indice des vides intergranulaires

L'essai d'indice des vides intergranulaires, également appelé essai d'indice des vides de Rigden, a été réalisé sur les fines de CRD en se basant sur la norme BS EN 1097-4 (Tableau 3.6). Il est à noter que l'essai réalisé n'est pas totalement conforme à la norme car celle-ci préconise qu'il soit effectué avec des matériaux passant le tamis 0,125mm. Or, ce tamis n'est pas un tamis normalisé commun au Québec, l'essai a donc été réalisé avec des matériaux passant le tamis 0,150mm. Par conséquent, les fines de verre, de porcelaine, de céramique et de brique ont été testées sur des échantillons non représentatifs car ces matériaux présentent une certaine quantité de retenus au tamis 0,150mm. (15% pour la céramique, 30% pour la porcelaine, 37% pour la brique et 42% pour le verre). Ainsi, l'indice de Rigden étant croissant avec la finesse du matériau, la valeur mesurée pour ces quatre matériaux est certainement légèrement surestimée.

Les indices de Rigden obtenus sont cohérents avec ce qui est observé dans la littérature (Olard, 2003 ; Faheem et al., 2010). Cependant, on note quelques matériaux ayant un indice de Rigden particulièrement élevé comme le gypse (57,8%), la chaux hydratée (52,7%) et les deux combinés naturels 1 et 2 (56,4% et 53,3%). Bien que la granulométrie très fine des deux premiers puisse expliquer cette forte valeur d'indice des vides intergranulaires, cette remarque n'est plus valable pour les combinés naturels 1 et 2 car d'après la figure 3.3, leur granulométrie est plutôt intermédiaire en comparaison aux autres matériaux. L'hypothèse expliquant ces résultats est que la présence de fibres mélangées avec les particules minérales empêche ces dernières d'être correctement compactées, ce qui entraîne une augmentation de l'indice des vides intergranulaires.

TABLEAU 3.6 Indice de Rigden des fines

Matériaux	Indice de Rigden (%)
Béton	24,4
Chaux Hydratée	52,7
Verre	31,0
Porcelaine	28,6
Céramique	38,3
Brique	31,3
Gypse	57,8
Argile	46,6
Calcaire	34,1
Combiné Artificiel	35,2
Combiné Naturel 1	56,4
Combiné Naturel 2	53,3
Moyenne	40,8
Coefficient de variation (%)	29

3.2.6 Teneur en matière organique

Comme dit précédemment à la section 2.6, il y a une présence relativement importante de matière organique dans les deux échantillons du combiné naturel. Un essai de teneur en matière organique a donc été réalisé afin de quantifier la présence des matériaux organiques. Tout d'abord, deux échantillons de chaque combiné naturel ont été placés à l'étuve à 110°C pendant 24h. Une fois déshydratés, les matériaux ont été placés au four à ignition pendant 6h à 600°C. Le bois étant un matériau avec un point d'auto-inflammation autour de 400°C et le papier autour de 230°C, l'hypothèse est qu'après 6h à 600°C, la matière organique présente dans les échantillons est censée avoir été entièrement consumée. La teneur en eau et la teneur en matière organique

sont alors obtenues selon les équations 3.1 et 3.2.

$$\omega_{eau} = 100 \frac{M_{\text{eau évaporée}}}{M_{\text{fines séchées}}} \quad (3.1)$$

$$\omega_{\text{organique}} = 100 \frac{M_{\text{perdue par ignition}}}{M_{\text{fines restantes}}} \quad (3.2)$$

À l'issue de ces deux essais, la moyenne des résultats des deux échantillons de chaque combiné naturel est calculée (Tableau 3.7). Ainsi, les combinés naturels 1 et 2 ont respectivement 8,6% et 8,2% de teneur en matière organique. Cela montre que, même après le retrait des boules de fibres agglomérées et un passage de l'échantillon à l'étuve à 600°C pendant 6h, il reste une certaine quantité non négligeable de matières non minérales dans le matériau. Cela signifie que les fibres présentes dans les combinés naturels 1 et 2 ne sont pas uniquement des fibres de bois comme il était supposé à cause de la forte présence de copeaux de bois dans le matériau brut. Il y a également d'autres matériaux fibreux qui proviennent peut-être de matériaux isolants comme des fibres de verre. Bien qu'il soit difficile de trouver dans la littérature le point d'auto-inflammation de la fibre de verre, certains fabricants annoncent un point de ramollissement de 800°C donc cela laisse supposer un point d'auto-inflammation au delà de 1000°C. Cela pourrait expliquer pourquoi ces fibres ont résisté au passage à l'étuve.

TABLEAU 3.7 Teneur en eau et teneur en matières organiques des combinés naturels

Matériau	Teneur en eau (%)	Teneur en matière organique (%)
Combiné Naturel 1	2,2	8,6
Combiné Naturel 2	1,9	8,2

3.2.7 Observation des fines au MEB

En plus de l'appréciation visuelle, les fines de CRD ont été observées au microscope électronique à balayage avec les grossissements suivants : x90, x250 et x1000. Contrairement à des matériaux granulaires plus gros, il est difficile de réaliser des essais sur les particules fines permettant de caractériser si elles sont plutôt plates ou allongées, angulaires ou arrondies, ayant une surface

plutôt rugueuse ou lisse. L'intérêt du MEB est que, à défaut de pouvoir mesurer ces propriétés, il est tout de même possible de se faire une idée de ces caractéristiques pour un matériau donné. Les figures suivantes présentent l'ensemble des fines de CRD observées à l'aide du MEB à un grossissement x250 (Figures 3.6 à 3.17).

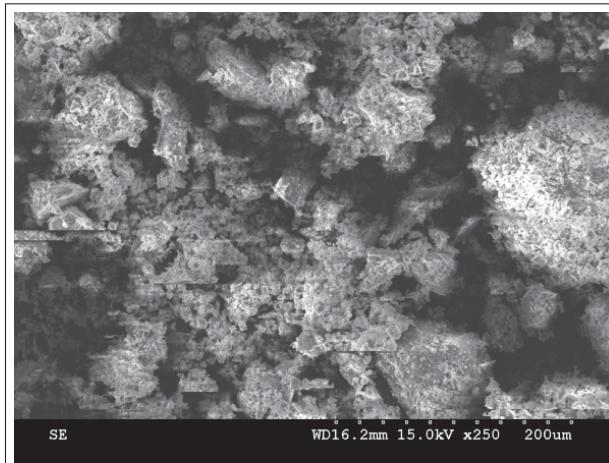


FIGURE 3.6 Fines de béton

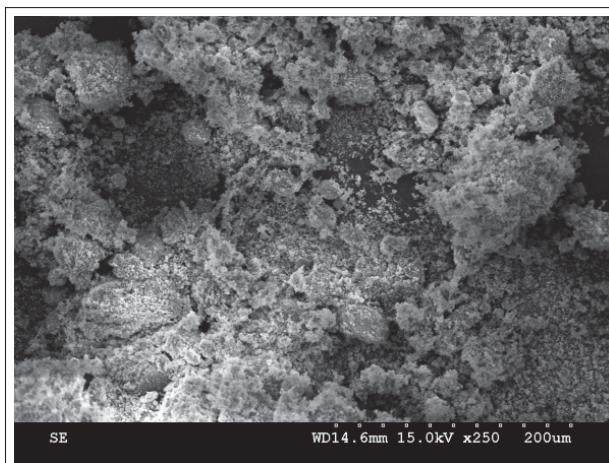


FIGURE 3.7 Fines de chaux hydratée

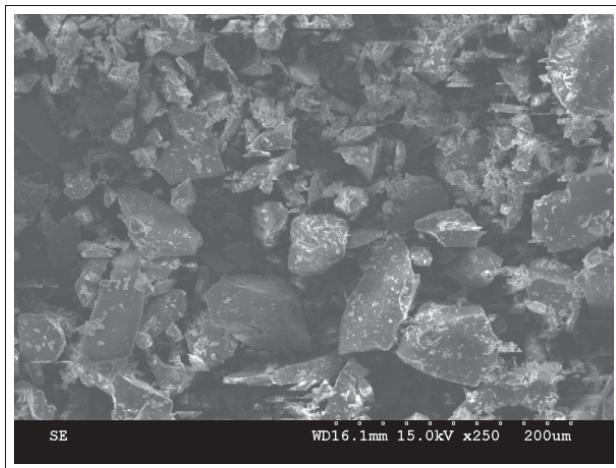


FIGURE 3.8 Fines de verre

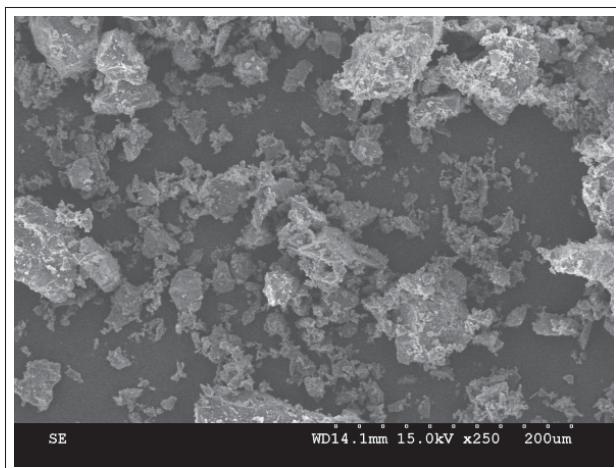


FIGURE 3.9 Fines de porcelaine

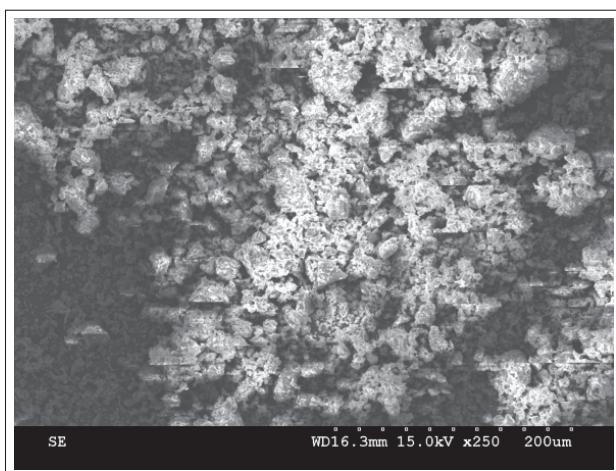


FIGURE 3.10 Fines de céramique

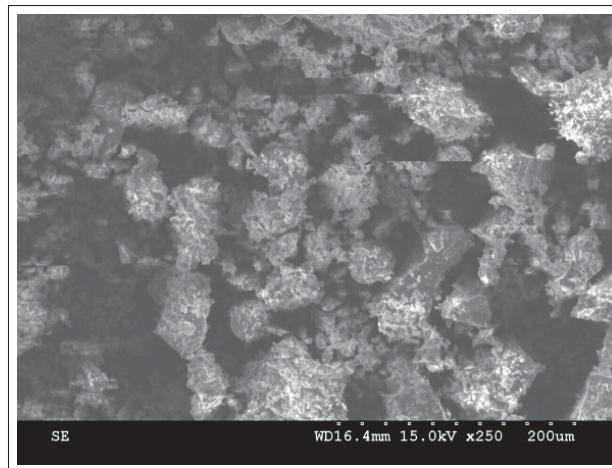


FIGURE 3.11 Fines de brique

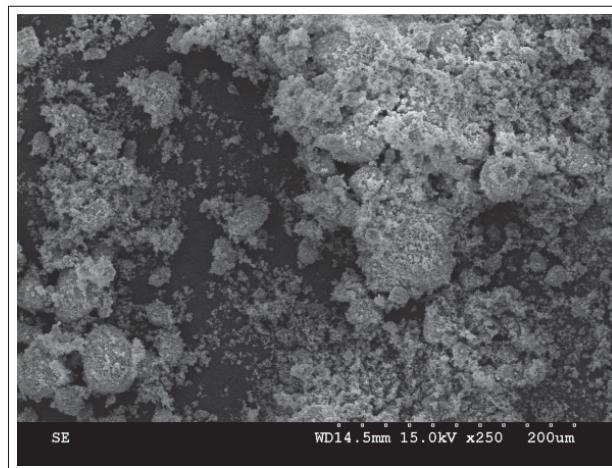


FIGURE 3.12 Fines de gypse

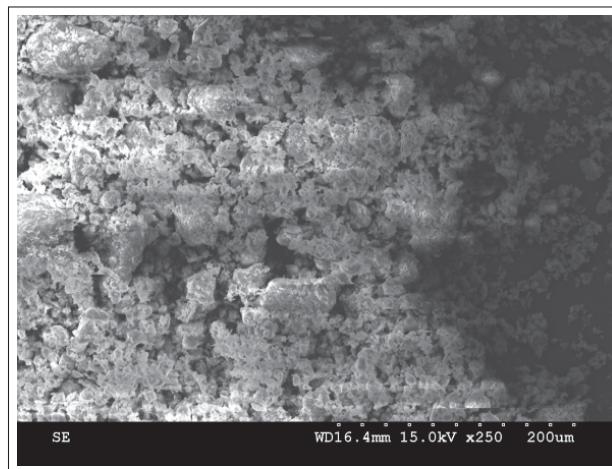


FIGURE 3.13 Fines d'argile

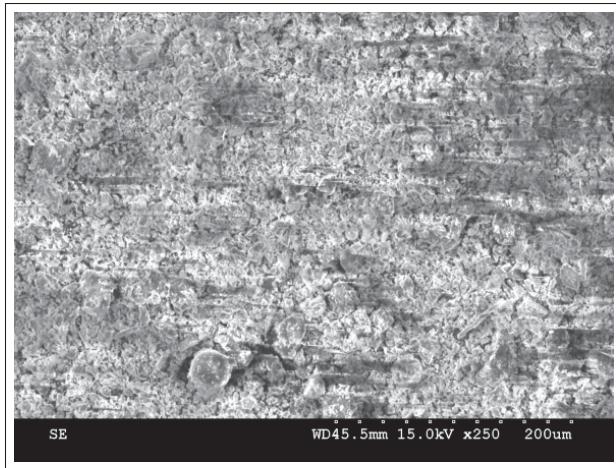


FIGURE 3.14 Fines de calcaire

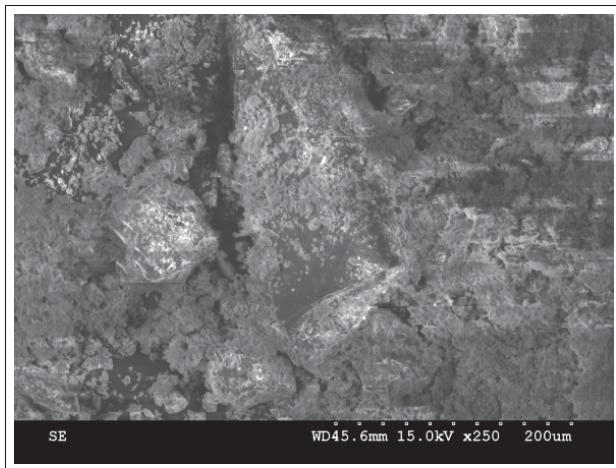


FIGURE 3.15 Fines du combiné artificiel



FIGURE 3.16 Fines du combiné naturel 1



FIGURE 3.17 Fines du combiné naturel 2

D'après ces figures, il est clair que les particules qui composent les fines de CRD présentent des caractéristiques géométriques différentes d'un matériau à l'autre. Néanmoins, il reste difficile de tirer des conclusions précises quant à la quantification de ces caractéristiques. Par exemple, bien que les particules de verre semblent globalement plus lisses et moins poreuses que les particules d'argile, l'observation visuelle ne permet pas de mesurer la rugosité de ces particules. Il en est de même pour l'angularité et la sphéricité des particules. Des études complémentaires (non réalisées dans le cadre de cette recherche) à l'aide de logiciels d'analyse d'images seraient nécessaires afin de pouvoir réellement mesurer les différentes propriétés des particules citées précédemment.

Par ailleurs, l'observation des fines des combinés naturels 1 et 2 au MEB indique que malgré le retrait des amas de fibres agglomérées, des fibres sont toujours présentes en abondance (Figures 3.16 et 3.17). Ces fibres sont d'ailleurs particulièrement allongées en comparaison à la taille des particules minérales, ce qui peut expliquer les fortes valeurs de VBM et d'indice de Rigden des combinés naturels.

CHAPITRE 4

PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS DES ESSAIS DES MASTICS

4.1 Pénétrabilité à l'aiguille

Les essais de pénétrabilité à l'aiguille à 25°C sur les mastics ont été réalisés selon la norme ASTM D5 et la fiabilité de l'essai a été assurée par la prise d'au moins trois mesures pour chaque échantillon. Les résultats de l'essai montrent que l'ajout de fines dans le bitume entraîne une augmentation de la consistance pour tous les types de fines étudiées (Figure 4.1). Pour plus de lisibilité, les points expérimentaux sont reliés par une courbe. On constate que l'effet de la teneur en fines est différent d'un mastic à l'autre. En effet, le mastic 40G présente la même pénétrabilité que le mastic 70V, soit environ 29 10ème de mm. De manière générale, plus le matériau est fin, plus le mastic est rigide et donc plus la pénétrabilité sera faible. Bien que l'essai donne une idée du pouvoir rigidifiant des fines, il est important de vérifier si ces tendances sont confirmées par l'essai de cisaillement dynamique.

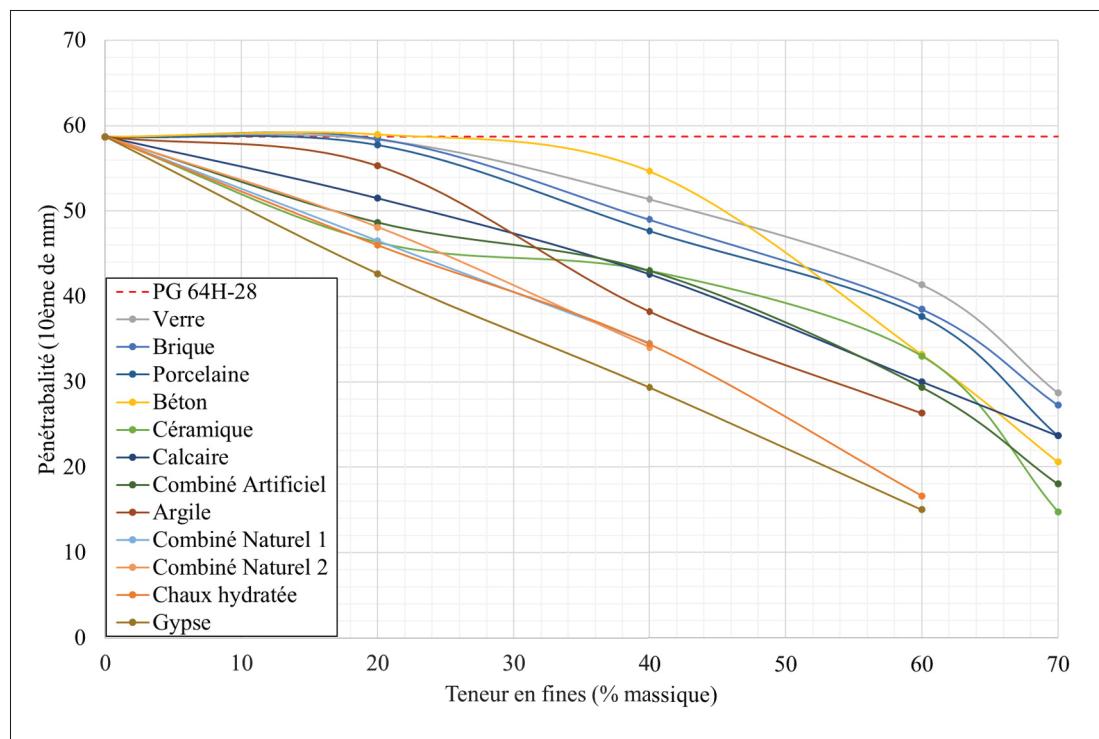


FIGURE 4.1 Pénétrabilité à l'aiguille des mastics

4.2 Essai de module complexe de cisaillement

Des essais de module de cisaillement complexe ont ensuite été réalisés sur les mastics afin d'étudier leur comportement rhéologique. Ces essais permettent d'étudier plus précisément les effets de l'ajout de fines dans les mastics sur de grandes plages de températures et de fréquences de sollicitation.

Devant la campagne d'essais relativement conséquente, il convient d'adopter de bonnes pratiques méthodologiques afin de traiter efficacement la masse de données issue pour chaque essai de mastic. On comprend aisément qu'il est difficile et contre-productif de traiter finement au cas par cas l'ensemble de ces résultats, il faut trouver des méthodes qui permettent de traiter l'ensemble des résultats sans pour autant, perdre en qualité d'analyse. L'idée est donc d'expliquer complètement et précisément la démarche de traitement des données et d'analyse sur un cas unique, le bitume PG 64H-28, puis d'appliquer la même démarche à l'ensemble des mastics.

4.2.1 Explication complète d'un résultat : PG 64H-28

L'objectif de cette section est de donner la démarche complète permettant d'obtenir puis de traiter les données liées à l'essai de cisaillement dynamique du bitume PG 64H-28. Cela passe tout d'abord par la détermination des limites du domaine viscoélastique linéaire puis, une fois l'essai réalisé, par la mise en forme des résultats sous différents graphiques. Des points de vigilance sont également mis en lumière sur certains résultats obtenus. Enfin, une méthode automatisée et objective permettant la construction des courbes maîtresses est expliquée. Cette démarche sera appliquée par la suite à l'ensemble des mastics qui ont été testés via l'essai de cisaillement dynamique.

4.2.1.1 Détermination des limites du domaine VEL

Comme expliqué précédemment, avant de réaliser à proprement parler l'essai de cisaillement, il faut déterminer la limite du domaine VEL. Cette limite est déterminée à partir des graphiques $|G^*| = f(\gamma)$ tracés pour les deux géométries de plaque. La valeur initiale de la norme de G^* est calculée à partir de la moyenne des valeurs de la zone verte des figures 4.2 et 4.3 (147kPa pour PP25 et 22500 kPa pour PP8). Ensuite, la distorsion est progressivement augmentée jusqu'à

ce que la norme de G^* chute de 5% par rapport à la norme initiale (139,5kPa pour PP25 et 21350kPa pour PP8). L'essai est alors interrompu et on note les limites respectives du domaine VEL, c'est-à-dire 5,2% pour PP25 et 1,16% pour PP8.

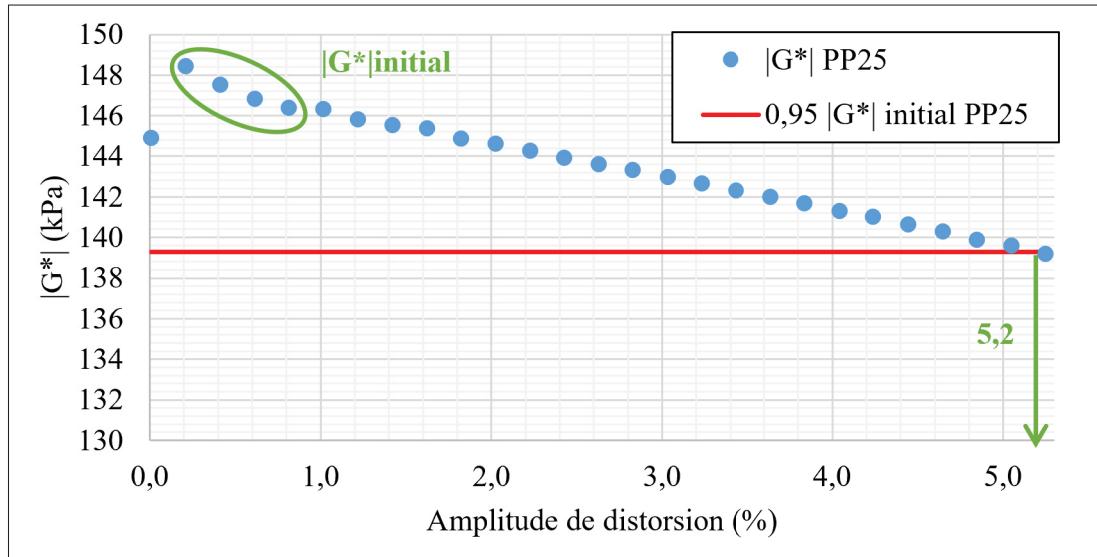


FIGURE 4.2 Limite de VEL PP25 PG 64H-28 (40°C, 10Hz)

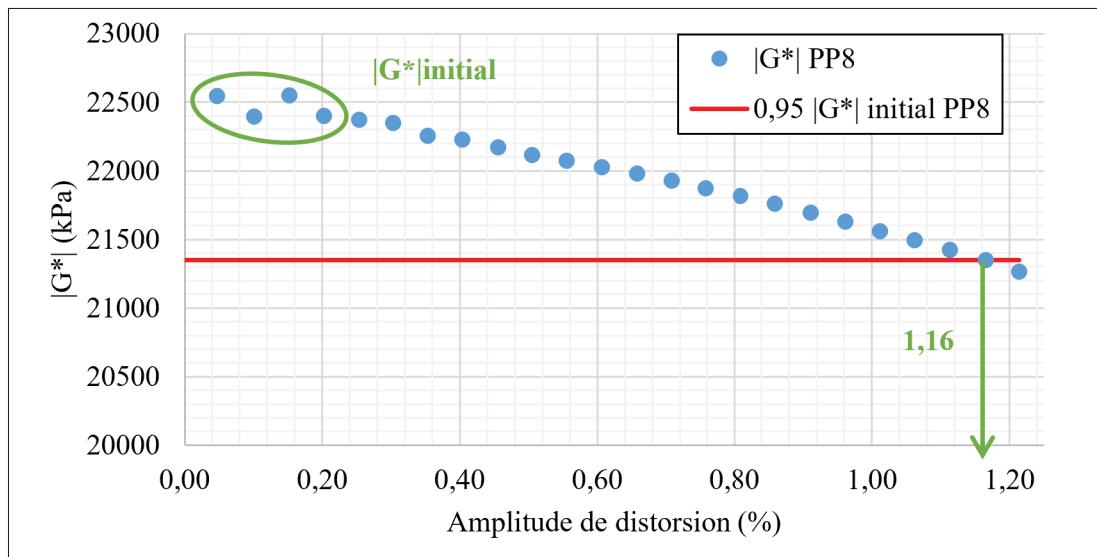


FIGURE 4.3 Limite de VEL PP8 PG 64H-28 (4°C, 10Hz)

Les valeurs des limites du domaine VEL pour les mastics sont données à la section 4.2.2 (Figures 4.13 et 4.14).

4.2.1.2 Résultats essai de module complexe de cisaillement

Une fois les deux limites VEL déterminées, l'essai de cisaillement dynamique est réalisé sur les plages de températures et de fréquences données à la section 2.3.1.3. La figure 4.4, qui présente la norme de G^* en fonction du couple (température, fréquence), montre clairement l'influence de ces deux paramètres sur la rigidité du bitume. Les isothermes, représentées par des courbes d'une même couleur, sont croissantes avec l'augmentation de la fréquence. Cela signifie que, pour une température donnée, la rigidité du bitume augmente avec la fréquence. De la même manière, à une fréquence donnée, plus la température est basse, plus le bitume se rigidifie. On note alors deux extrêmes de rigidités qui sont 0,015kPa à (82°C, 0,1Hz) et 163 000kPa à (-14°C, 10Hz). Par ailleurs, on note que, en moyenne, le ratio des valeurs des normes des modules complexes entre deux isothermes adjacentes (52°C et 58°C par exemple) est proche de 2,5. Cela signifie que, pour une même fréquence, une diminution de 6°C de la température entraîne une multiplication par 2,5 de la rigidité du bitume.

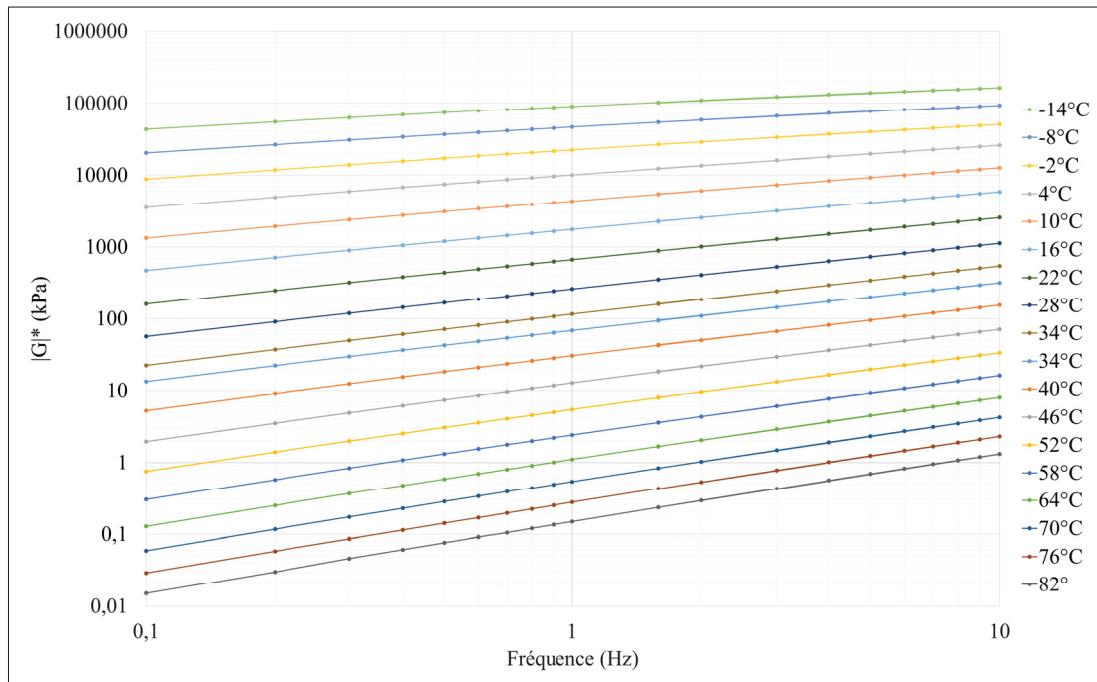


FIGURE 4.4 Évolution de la norme de G^* du bitume PG 64H-28

Aussi, on remarque que plus le bitume est chaud, plus sa viscosité diminue, ce qui se traduit par une angle de phase qui tend vers 90° (Figure 4.5). A l'inverse, plus le bitume est froid, plus

sa viscosité augmente, ce qui se traduit par un angle de phase qui décroît et tend vers 0° . De plus, la différence moyenne entre les angles de phase de deux isothermes adjacentes (16°C et 22°C par exemple) est d'environ $4,5^\circ$. Cela signifie qu'une diminution de la température entraîne diminution de $4,5^\circ$ de l'angle de phase du module complexe du PG 64H-28 et donc, une augmentation de la composante élastique. Il est à noter que, contrairement à la norme du module complexe, l'écart de phase entre deux isothermes adjacentes tend à se réduire à mesure que la température augmente. Cela vient du fait que la phase du module complexe entre comprise entre 0° et 90° . Une phase de 0° indique que le comportement du bitume est purement élastique (réponse instantanée entre la distorsion et la contrainte) tandis qu'une phase de 90° correspond à un comportement purement visqueux (la distorsion et la contrainte sont en quadrature de phase).

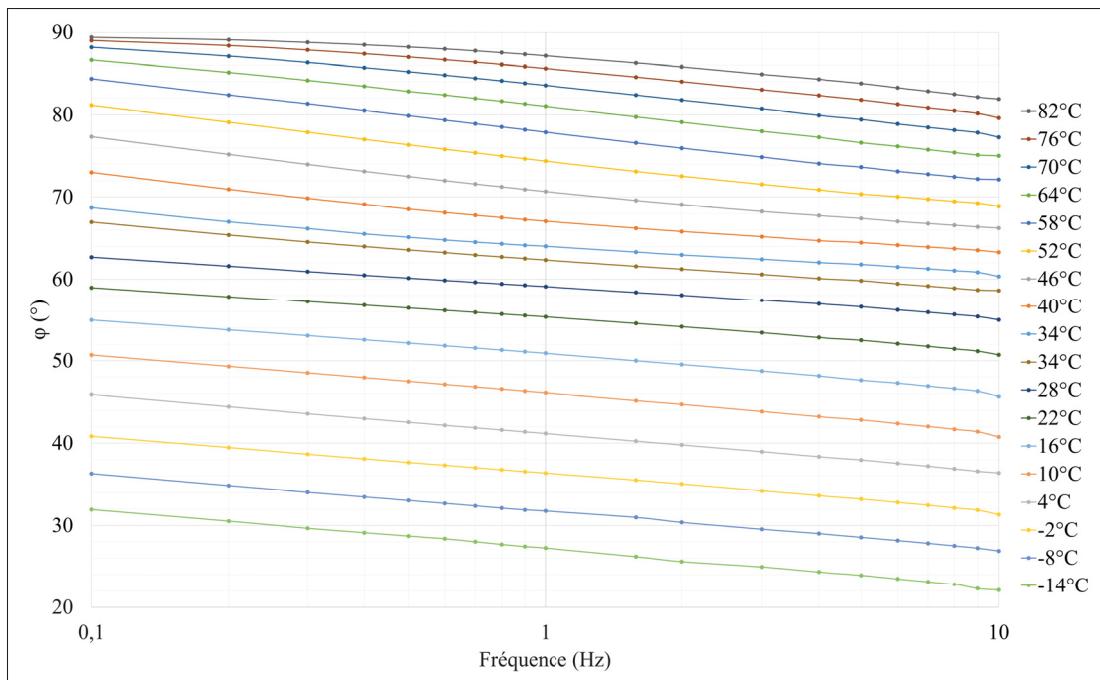


FIGURE 4.5 Évolution de l'angle de phase de G^* du bitume PG 64H-28

Le comportement du bitume peut également être étudié à travers le diagramme de Black ($|G^*|$, φ) et le plan Cole-Cole (G_1 , G_2). Le diagramme est Black (Figure 4.6) est essentiel car il présente en abscisse et en ordonnée les deux seules mesures réellement effectuées par le DSR, à savoir la mesure du déphasage entre les signaux de distorsion et contrainte de cisaillement et du rapport entre leurs amplitudes. D'une certaine façon, le diagramme de Black suffirait à étudier un bitume ou un

mastic car il regroupe l'ensemble des informations nécessaires à l'analyse de son comportement rhéologique. Aussi, on remarque que dans ce diagramme, la courbe de comportement du bitume PG 64H-28 est unique, ce qui signifie que le principe d'équivalence temps-température est validé.

Le dernier graphique généralement étudié est le plan Cole-Cole (Figure 4.7). Ce graphique permet notamment de déterminer, par extrapolation de la courbe, le module de rigidité asymptotique du matériau. Cependant, ceci est difficilement réalisable dans le cas présent car la courbe du bitume ne forme qu'une demi-parabole. Pour avoir une parabole complète, il faudrait étudier le comportement du bitume à des températures plus basses que -14°C en utilisant la géométrie PP4.

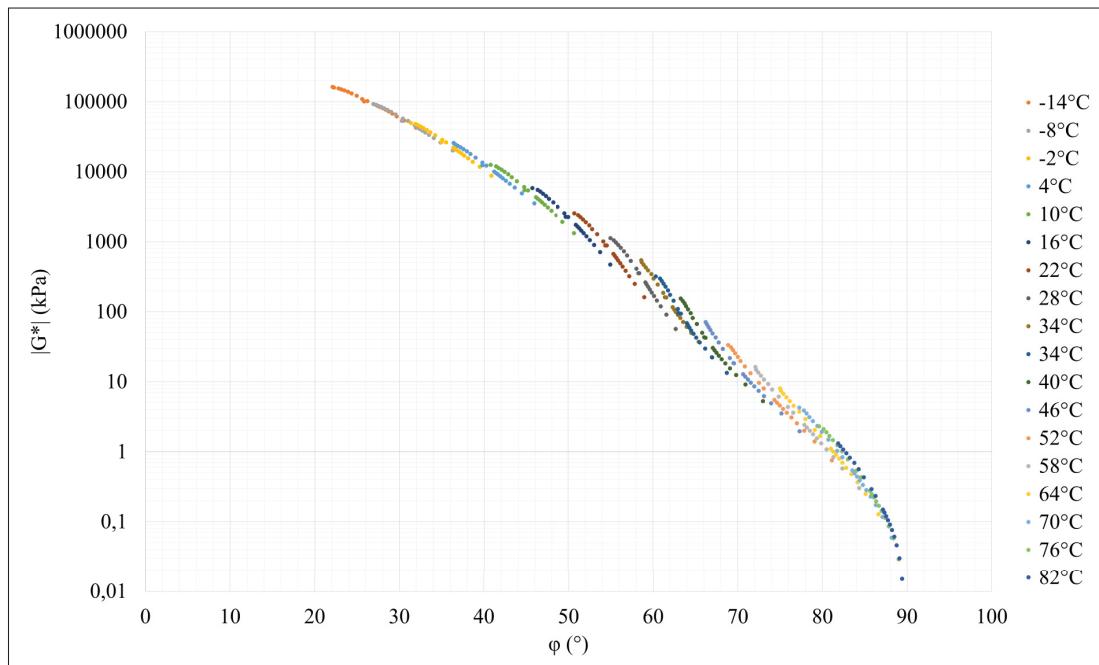


FIGURE 4.6 Courbe dans l'espace de Black du bitume PG 64H-28

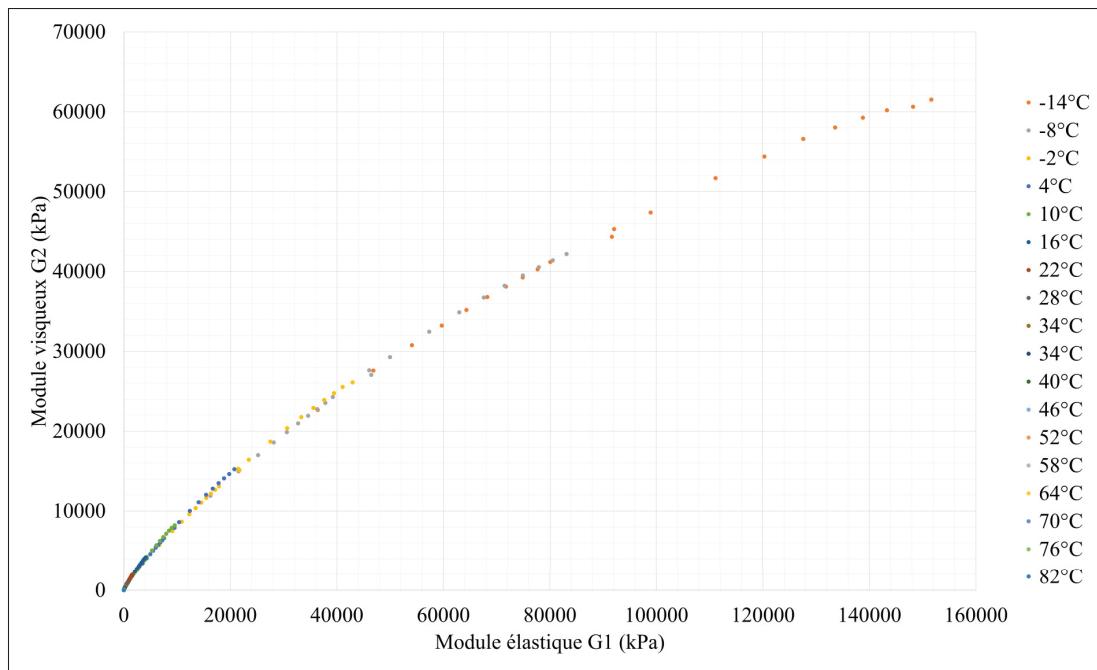


FIGURE 4.7 Courbe dans le plan Cole-Cole du bitume PG 64H-28

4.2.1.3 Mise en lumière de quelques points de vigilance

Il est important de prendre du recul par rapport aux résultats donnés par le DSR, de s'assurer que l'essai est bien réalisé dans les conditions voulues et que les résultats obtenus sont cohérents. L'objectif de cette section est d'étudier quelques points de vigilance concernant les résultats de l'essai de cisaillement dynamique obtenus pour le bitume PG 64H-28. Ces points de vigilance sont au nombre de trois :

- Écart de recollement à 34°C entre PP8 et PP25
- Écart entre la commande de distorsion souhaitée et la distorsion réellement appliquée
- Ratio de contrainte normale sur contrainte de cisaillement

Écart de recollement à 34°C entre PP8 et PP25 :

Généralement, lorsqu'un essai de DSR est effectué avec plusieurs géométries de plaques, il est coutume d'effectuer un recollement des résultats entre les géométries. Cela signifie que, pour une ou plusieurs températures, l'essai est réalisé avec les deux géométries. En théorie, les résultats obtenus pour une même température sont indépendants de la géométrie utilisée

(PP25, PP8 ou PP4) car le matériau testé est le même. Cela implique que, à la température de recollement, l'isotherme de la géométrie PP25 est censée être confondue avec celle de la PP8. Dans cette étude, ce recollement s'effectue à la température de 34°C. Cependant, on constate que l'isotherme à 34°C selon la géométrie PP25 n'est pas confondue avec celle de la géométrie PP8 (Figure 4.4). Ce constat est également vrai en ce qui concerne l'angle de phase. On note un écart relatif moyen de 41% entre les deux isothermes de rigidité, ce qui est significatif.

Écarts entre les limites VEL et les distorsions réellement appliquées :

Il est également important de s'assurer que la distorsion appliquée par le DSR respecte la consigne qui est la limite du domaine VEL déterminée précédemment afin que l'appareil n'impose pas une distorsion ni trop grande, ni trop faible. La figure 4.8 présente la variation de la distorsion appliquée par rapport à la consigne. On constate que l'appareil respecte globalement très bien la consigne, notamment dans le cas de la géométrie PP8, avec un écart relatif moyen de 0,78% et un écart-type de 2,9%. Cette bonne précision entre la consigne souhaitée et la distorsion réellement appliquée augmente la fiabilité que l'on peut avoir dans les résultats obtenus. Par ailleurs, il est important de préciser qu'une certaine variation autour de la consigne est tolérée. En effet, la consigne est directement issue du calcul de la limite du domaine VEL, qui a été déterminée arbitrairement. Néanmoins, si l'appareil applique une distorsion bien supérieure ou inférieure à la consigne qui correspond à la limite VEL, alors cela peut entraîner des points de mesure erronés car alors l'essai serait en dehors du domaine des petites déformations.

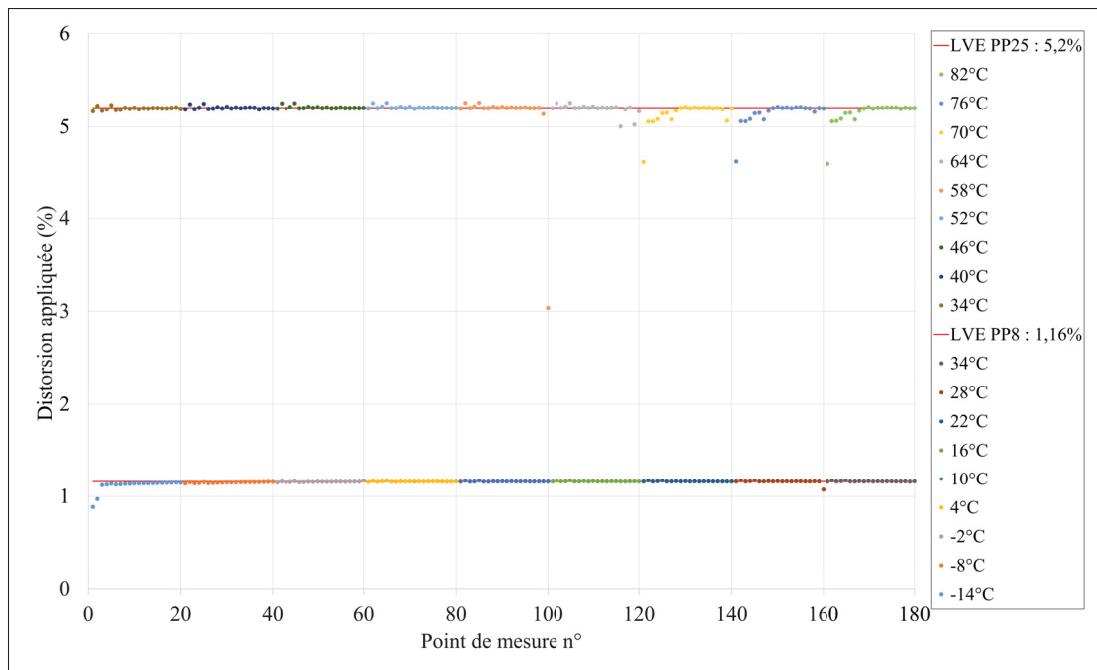


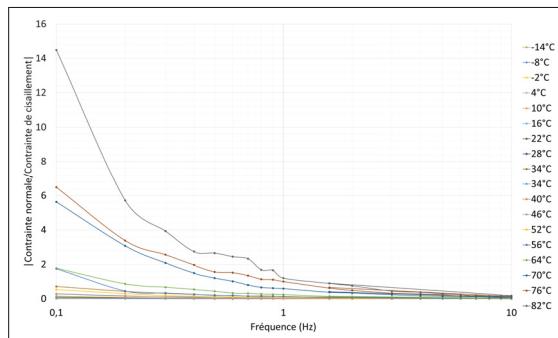
FIGURE 4.8 Écarts entre les limites VEL et les distorsions appliquées

Ratio de contrainte normale sur contrainte de cisaillement :

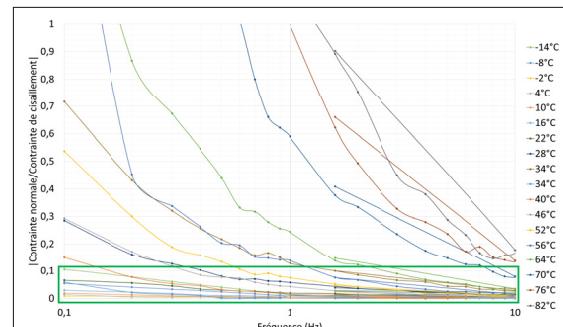
Enfin, il convient de s'assurer que la contrainte de cisaillement appliquée par le rhéomètre est suffisamment importante face à la contrainte normale pour s'assurer que l'essai réalisé est bien un essai de cisaillement. En effet, en plus de la contrainte de cisaillement, l'appareil applique également une contrainte normale, qui est issue de la légère compression de la pastille de bitume entre les deux plaques. Lorsque le bitume (et les mastics) sont confectionnés, ils sont tout d'abord coulés dans un moule en silicium à la dimension des plaques (8mm ou 25mm de diamètre). Les pastilles de bitume font alors généralement plus de 2mm d'épaisseur. Lors de leur mise en place dans l'enceinte thermique, les pastilles sont alors légèrement comprimées afin d'atteindre une épaisseur normalisée (1mm pour PP25 et 2mm pour PP8). Cette procédure assure la normalisation des échantillons testés, donc la répétabilité de l'essai, ainsi que la bonne adhérence entre les plaques et le bitume pour éviter tout phénomène de glissement. Cependant, les résultats des essais montrent que parfois, la contrainte normale appliquée est du même ordre de grandeur que la contrainte de cisaillement. Ce problème a été repéré principalement à haute température et pose la question de la validité de l'essai.

Au-delà de 70°C et pour des fréquences inférieures à 1Hz, il y a 2 fois plus de contrainte normale appliquée sur le bitume que de contrainte de cisaillement (Figure 4.9). Ce ratio atteint même un extremum avec, pour le couple (82°C, 0,1Hz), plus de 15 fois plus de contrainte normale que de contrainte de cisaillement. Dans de telles conditions, il est légitime de se demander si l'essai pratiqué est toujours un essai de cisaillement ou non. Néanmoins, malgré ces résultats étonnantes, les mesures de rigidité et d'angle de phase à ces températures semblent cohérentes en comparaison avec le reste des points (Figures 4.4 à 4.7). Par ailleurs, pour près de 72% des points de mesure, la contrainte de cisaillement appliquée est plus de 10 fois supérieure à la contrainte normale (encadré vert), ce qui indique que l'essai pratiqué est bien celui désiré. On peut ainsi définir des critères à partir desquels on considère que l'essai réalisé est bien un essai de cisaillement. Pour la suite du document, on considère que lorsque la contrainte de cisaillement est 10 fois supérieure à la contrainte normale, alors l'essai correspond bien à un essai de cisaillement. S'il y a autant (ou plus) de contrainte normale que de contrainte de cisaillement, alors on peut raisonnablement émettre des doutes quand à la validité de l'essai.

Pour parer à ce problème et ainsi s'assurer de toujours réaliser un essai de cisaillement, une solution pourrait être de redéterminer la limite du domaine VEL à plus haute température. Il est possible qu'avec une nouvelle consigne de distorsion mieux adaptée à la consistance du bitume à ces températures, le phénomène décrit ici s'estompe en partie.



a) Influence de la haute température



b) Encadré vert : essai de cisaillement assuré

FIGURE 4.9 Évolution du ratio contrainte normale/contrainte de cisaillement

4.2.1.4 Construction de la courbe maîtresse à partir des relations de Kramers-Kronig

A partir des graphiques de rigidité et d'angle de phase, il est possible de tracer ce que l'on appelle des courbes maîtresses. Le PETT étant validé pour le bitume (unicité de la courbe de Black), il est possible de créer une courbe unique de rigidité (et d'angle de phase) par translation des isothermes. Cette courbe maîtresse est alors définie selon une température de référence choisie arbitrairement. Généralement, cette température de référence est choisie en fonction du climat local, c'est pourquoi il est courant d'avoir $T_{ref} = 10^{\circ}C$ au Québec et $T_{ref} = 15^{\circ}C$ en France. La construction des courbes maîtresses présente l'intérêt majeur de faciliter la comparaison avec d'autres bitumes ou mastics.

La première méthode possible pour construire les courbes maîtresses est de déterminer manuellement l'ensemble de coefficients de translation a_T en translatant une à une les isothermes dans le prolongement de l'isotherme de référence. Cette méthode, bien que facile, est relativement laborieuse et surtout, elle est sujette à critique car la détermination des coefficients de translation dépend uniquement de l'appréciation de l'opérateur. Ce dernier considère si oui ou non, tel coefficient de translation permet le prolongement au mieux de la courbe maîtresse. Aussi, cette méthode étant itérative, si un des coefficients est mal déterminé, alors tous les coefficients suivants seront naturellement décalés. Enfin, cette méthode étant manuelle, si le nombre de matériau à traiter devient très important, comme c'est le cas dans cette étude, alors la détermination de l'ensemble des coefficients a_T pour l'ensemble des mastics peut prendre un temps considérable.

Ainsi, pour éviter toute subjectivité dans la construction des courbes maîtresses et en automatiser le processus, une autre méthode a été utilisée. Cette méthode est basée sur l'utilisation des relations de Kramers-Kronig qui permettent de relier le module et l'angle de phase d'une fonction complexe selon l'équation suivante (Chailleux et al. 2006) :

$$\frac{2}{\pi} \delta_{avr}^{(T_1, T_2)}(\omega_2) = \frac{\log(|G^*(T_1, \omega_2)|) - \log(|G^*(T_2, \omega_2)|)}{\log(a_{(T_1, T_2)})} \quad (4.1)$$

Avec :

$\delta_{avr}^{(T_1, T_2)}$: la moyenne des angles mesurés à T_1 et T_2 (pour ω_2) ($^{\circ}$)

$a_{(T_1, T_2)} = \omega_2 / \omega_1$: le coefficient de translation tel que $|G^*(T_1, \omega_1)| = |G^*(T_2, \omega_2)|$

ω_1 et ω_2 : deux pulsations proches (rad/s)

Bien que cette méthode présuppose tout de même que le PETT soit valide, elle présente le grand avantage de déterminer l'ensemble des coefficients de translation uniquement à partir des mesures de la norme et de l'angle de phase du module complexe, c'est à dire d'après les résultats du diagramme de Black. Ainsi, à l'aide du langage de programmation Python et de VBA sous Excel, un programme informatique a été réalisé afin de déterminer automatiquement les coefficients a_T . Le code VBA, non présenté ici, sert uniquement à faire appel à un script python. C'est ce script qui va se charger de récupérer les données stockées dans le tableur, les traiter puis les renvoyer directement dans des cellules prédéfinies. Le code python est présenté à l'Annexe III (Figure-A III-1). Les figures 4.10 et 4.11 présentent les constructions des courbes maîtresses et le tableau 4.1 recense l'ensemble des coefficients de translation calculés pour le bitume PG 64H-28.

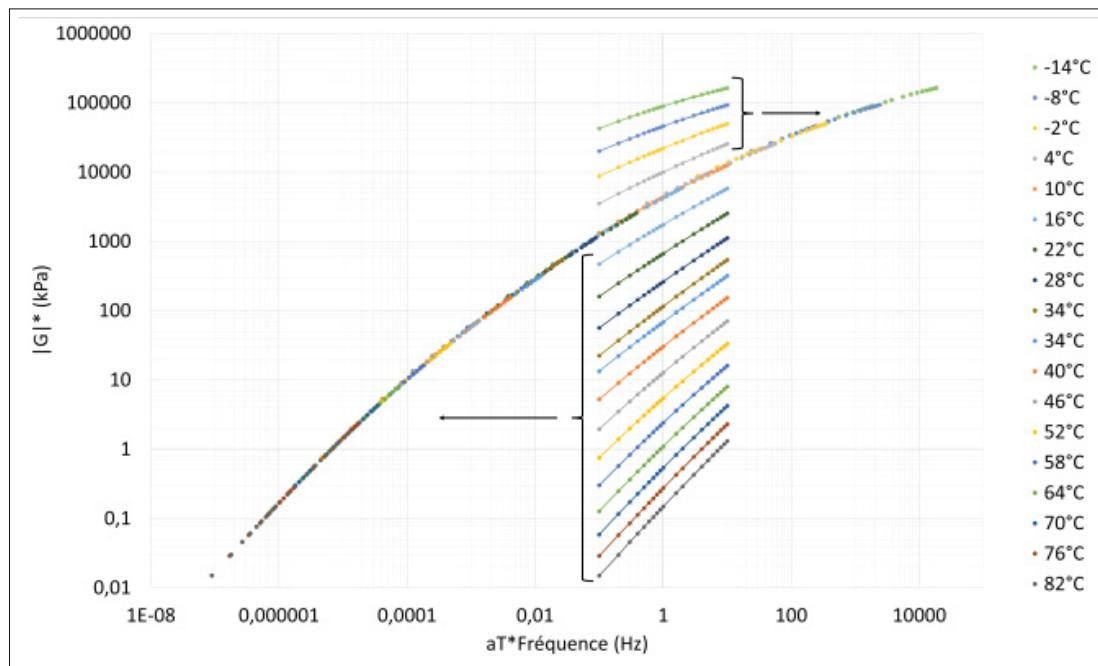


FIGURE 4.10 Construction courbe maîtresse $|G^*|$ PG 64H-28

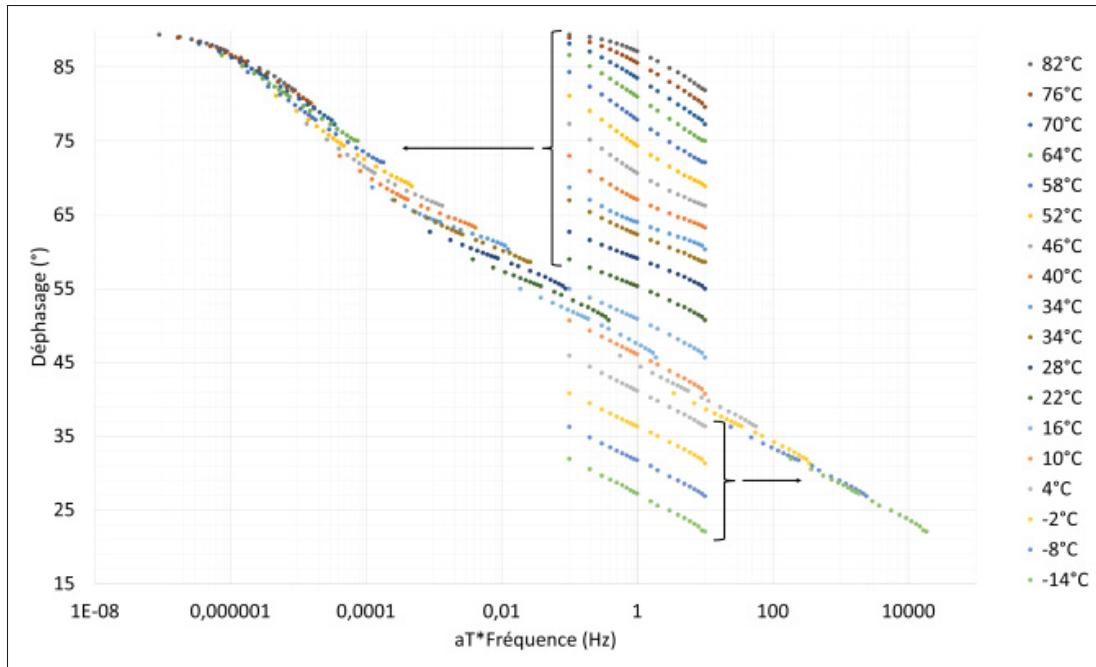
FIGURE 4.11 Construction courbe maîtresse φ PG 64H-28

TABLEAU 4.1 Coefficients de translation du bitume PG 64H-28 (Tréf = 10°C)

T(°C)	-14	-8	-2	4	10	16	22	28	34
aT	1,8E+3	2,4E+2	3,5E+1	5,6E+0	1	1,9E-1	3,8E-2	8,8E-3	2,6E-3
T(°C)	34	40	46	52	58	64	70	76	82
aT	1,2E-3	4,1E-4	1,3E-4	4,7E-5	1,8E-5	7,5E-6	3,5E-6	1,7E-6	9,0E-7

4.2.1.5 Application de la loi WLF

Une fois l'ensemble des coefficients de translation obtenus, il est possible de déterminer les coefficients C_1 et C_2 de la loi WLF. A l'aide du solveur d'Excel, on obtient alors, pour une température de référence de 10°C, $C_1 = 21,37$ et $C_2 = 172,88$. La figure 4.12 montre que la loi WLF permet de prédire précisément les coefficients de translation, bien que l'écart de recollement à 34°C soit visible et entraîne un décalage. D'après la littérature (Delaporte, 2006; Daoudi, 2021), les coefficients aT dépendent uniquement du bitume utilisé. Il est alors intéressant de vérifier si les coefficients aT des mastics sont effectivement proches ou non des coefficients aT du bitume PG 64H-28.

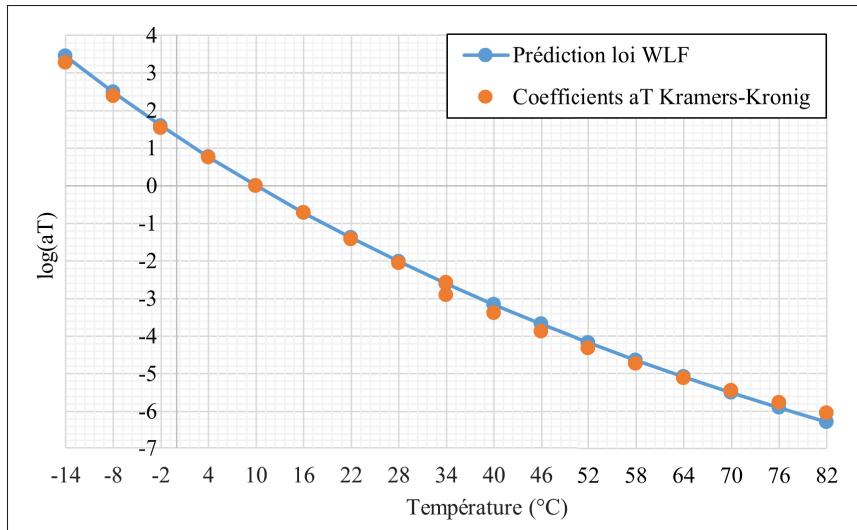


FIGURE 4.12 Évolution des coefficients aT du bitume en fonction de la température (Tréf = 10°C)

4.2.2 Limite du domaine VEL des mastics

Les limites du domaine VEL ont été déterminées pour chaque mastic pour les deux géométries de plaques utilisées, à savoir PP25 et PP8 (Figures 4.13 et 4.14). Ces limites sont très importantes car elles vont déterminer la distorsion à appliquer à chaque mastic afin d'assurer que l'essai de cisaillement dynamique soit réalisé dans le domaine viscoélastique linéaire. Comme attendu, plus la teneur en fines est grande, plus la rigidité du mastic est grande ce qui implique qu'il faut réduire la distorsion appliquée afin de ne pas induire de contraintes trop grandes dans le mastic. De plus, on constate que bien que la limite VEL PP25 du bitume soit de 5,20%, cette valeur décroît énormément pour atteindre 0,05% pour des mastics ayant une teneur en fines supérieure à 60%. De la même façon, la limite VEL PP8 passe de 1,16% pour le bitume à environ 0,05% pour les mastics à forte teneur en fines. Par ailleurs, il est reporté dans la littérature que la limite du domaine VEL baisse avec l'augmentation du module complexe et qu'elle augmente si la température augmente (Airey et al., 2003, Chaudhary et al., 2022)). Les résultats sont donc cohérents car les limites obtenues à 40°C (PP25) sont, à mastic égal, supérieures à celles obtenues à 4°C. De plus, il a été montré avec l'essai de pénétrabilité que l'augmentation de la teneur en fines tend à augmenter la rigidité du mastic et on constate que la limite du domaine VEL décroît avec l'augmentation de la teneur en fines.

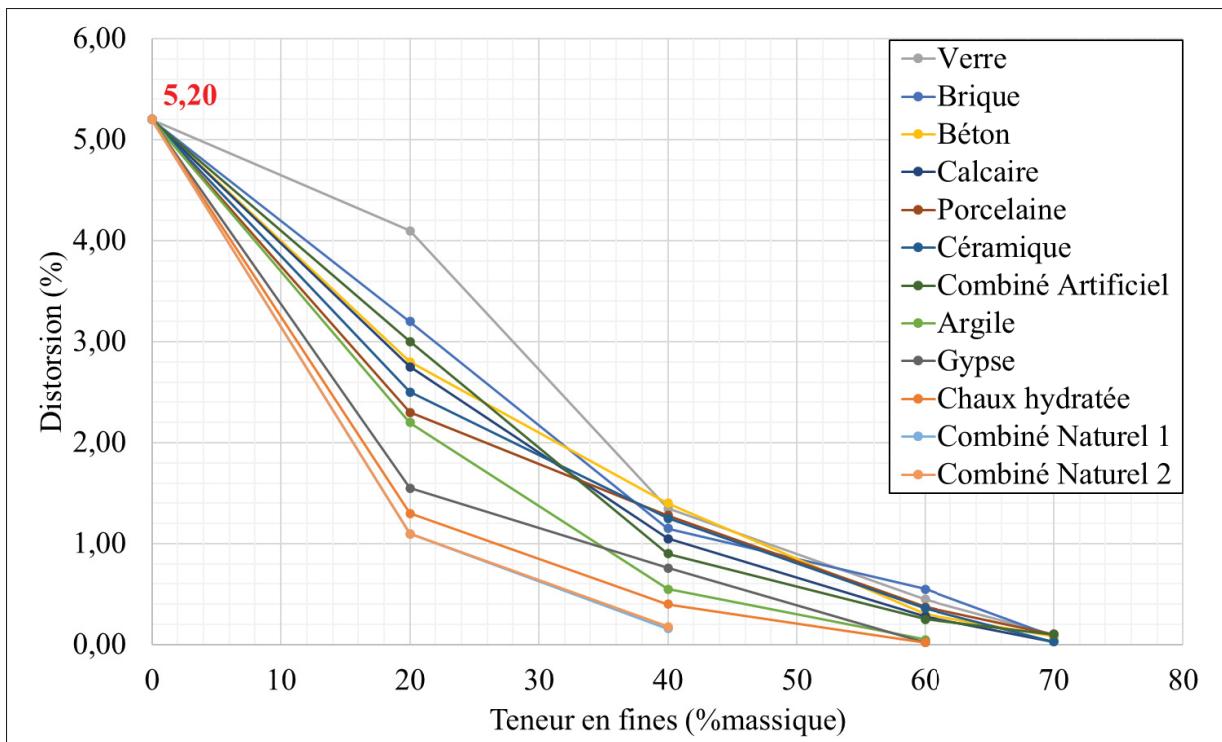


FIGURE 4.13 Géométrie PP25 (40°C, 10Hz)

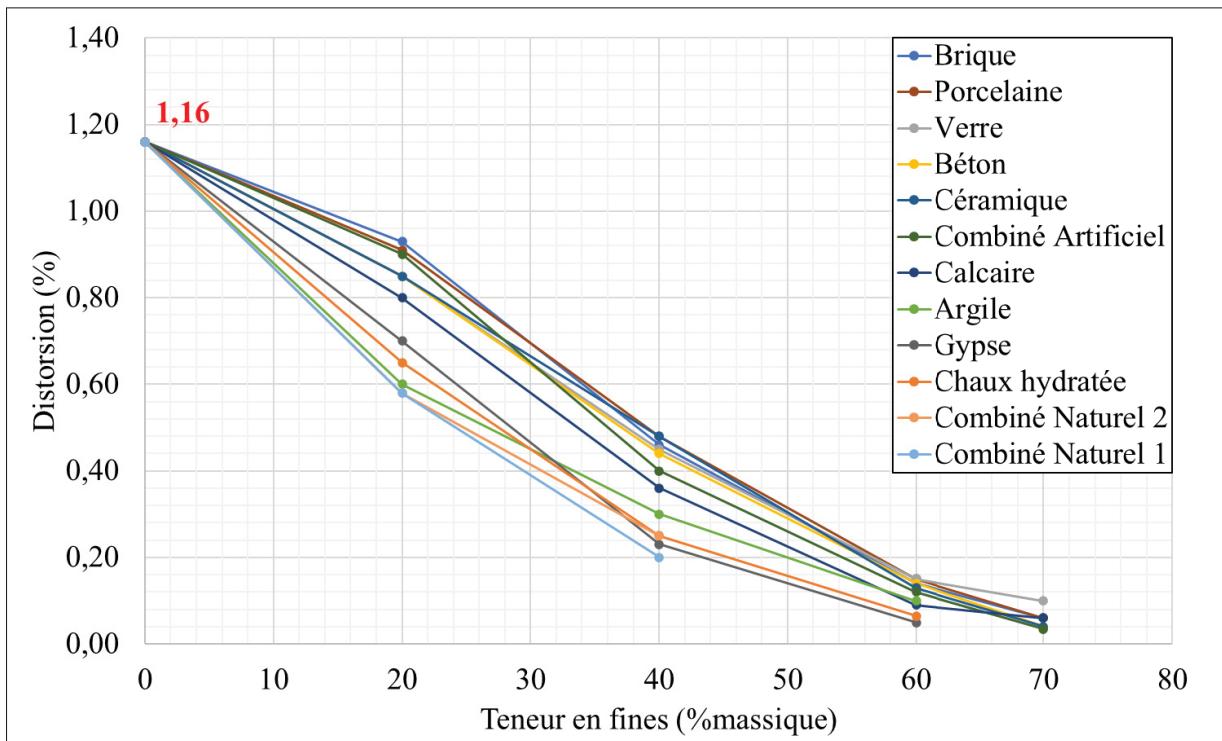


FIGURE 4.14 Géométrie PP8 (4°C, 10Hz)

4.3 Loi WLF pour les mastics

Une fois les limites du domaine VEL déterminées pour chaque mastic, l'essai de cisaillement dynamique a été réalisé. Les modules complexes obtenus par le DSR pour les 41 mastics ont été récupérés et les données traitées. Tout d'abord, les courbes maîtresses des mastics ont été construites en utilisant la méthode basée sur les relations de Kramers-Kronig qui est décrite à la section 4.2.1.4. Les coefficients de translation propres à chaque mastic ont été déterminés puis, à partir de la loi WLF, les coefficients C_1 et C_2 ont pu être obtenus.

D'après les figures 4.13 et 4.14, les valeurs moyennes de C_1 et C_2 calculées pour l'ensemble des mastics sont respectivement 20,59 et 166,46. On remarque que les coefficients sont relativement constants pour l'ensemble des mastics car le coefficient de variation est de 8,24% pour C_1 et 8,10% pour C_2 . La bande rose symbolise plus ou moins un écart-type par rapport à la moyenne. Le cas du mastic 60A est particulier car les résultats obtenus au DSR sont de mauvaise qualité. Ces résultats induisent des coefficients C_1 et C_2 bien en dehors de la zone de l'écart-type. En retirant ce point de l'étude, le coefficient de variation pour C_1 et C_2 tombe à 5,29% et 5,82%. La faible variance de ces deux coefficients implique que les coefficients de translation aT des mastics sont quasiment identiques à ceux du bitume. Cela confirme que les coefficients de translation sont principalement dépendants du bitume utilisé et sont indépendants de la structure granulaire (nature et teneur en fines). Concrètement, cela signifie que les courbes maîtresses des mastics sont translatées verticalement par rapport à la celle du bitume mais que leur pente reste identique. De plus, pour des mastics composés avec les mêmes types de fines, les coefficients C_1 et C_2 tendent à décroître légèrement avec l'augmentation de la teneur en fines (Figure 4.15). Cela signifie que, plus la teneur en fines est importante, plus la courbe maîtresse tend à s'étaler sur une plus grande plage de fréquence.

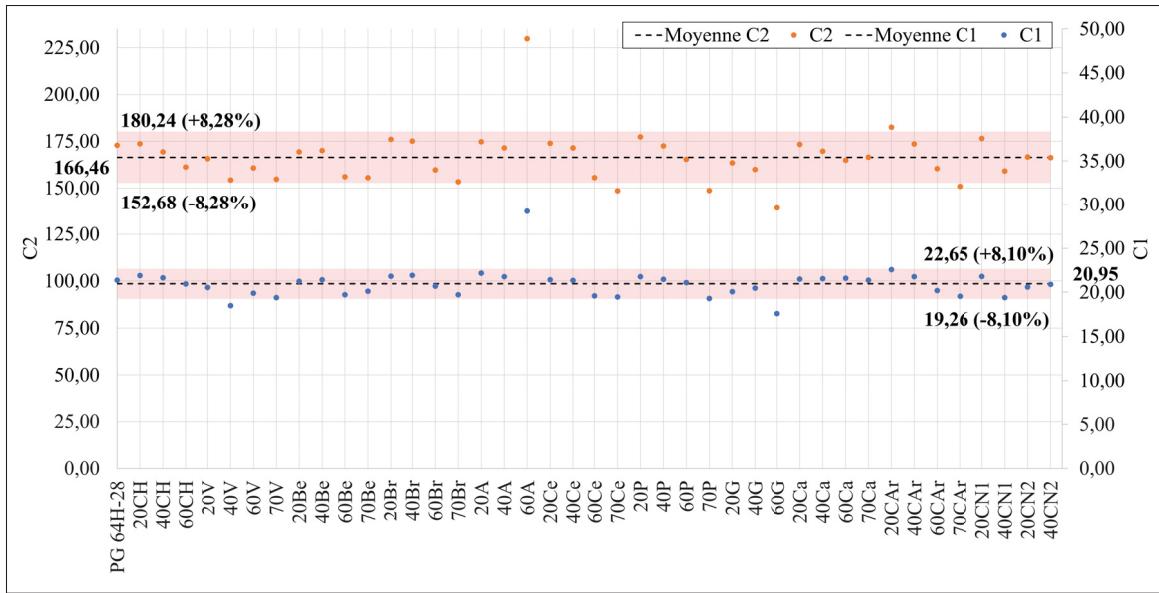


FIGURE 4.15 Coefficients C_1 et C_2 de la loi WLF des mastics (Tréf = 10°C)

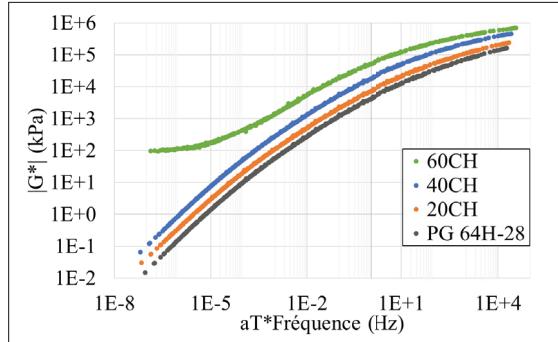
4.4 Étude du comportement rhéologique des mastics dans le domaine VEL

Dans cette section, les résultats des essais de cisaillement dynamique réalisés sur les mastics sont présentés puis analysés. Étant donné que l'essai est réalisé uniquement selon les géométries PP25 et PP8, le comportement rhéologique des mastics n'est pas mesuré pour les très basses températures. Pour ce faire, il faudrait réaliser l'essai avec la géométrie PP4. Pour cette raison, l'étude du comportement des mastics via le plan Cole-Cole n'est pas pertinente car les courbes, dans ce graphique, ne sont que très partielles. Ainsi, pour alléger la lecture et faciliter l'analyse, seuls les graphiques présentant les courbes maîtresses de rigidité et les courbes de Black sont étudiés.

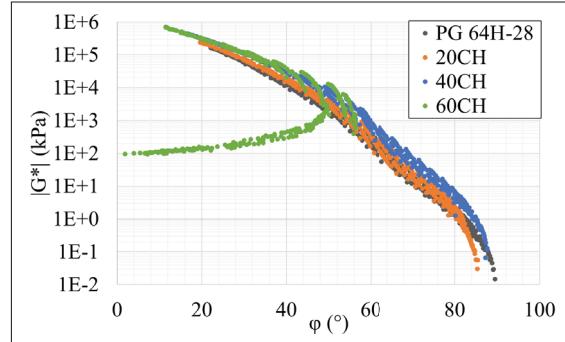
Cette section débute par la présentation des résultats iso-fines, ce qui permet de mettre en lumière l'influence de la teneur en fines sur le comportement rhéologique du mastic. Ensuite, une comparaison iso-teneur est présentée afin d'étudier l'influence de la nature des fines de CRD sur les mastics.

4.4.1 Présentation des résultats iso-fines

Les prochaines figures correspondent aux courbes maîtresses de la norme du module complexe de cisaillement et aux courbes de Black des mastics obtenues après l'essai de cisaillement dynamique, regroupées en fonction de la nature des fines (Figures 4.16 à 4.27).

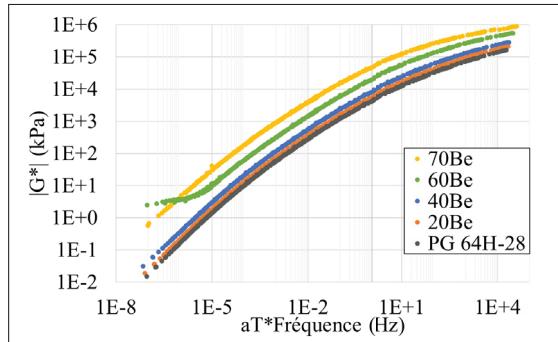


a) Courbe maîtresse de la norme de G^*

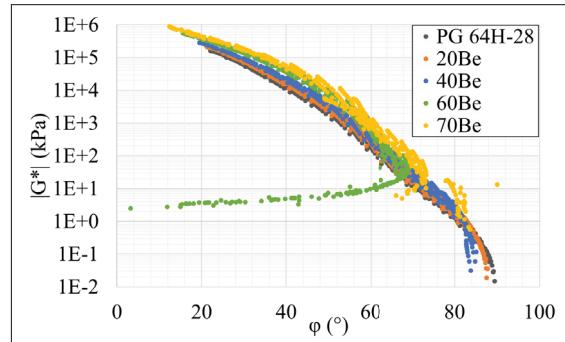


b) Courbe de Black

FIGURE 4.16 Résultats DSR des mastics composés de fines de chaux hydratée



a) Courbe maîtresse de la norme de G^*



b) Courbe de Black

FIGURE 4.17 Résultats DSR des mastics composés de fines de béton

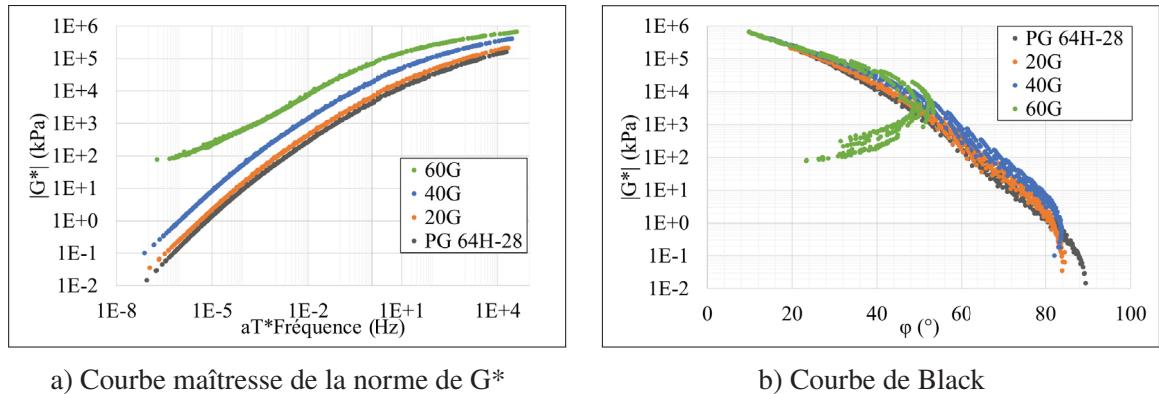


FIGURE 4.18 Résultats DSR des mastics composés de fines de gypse

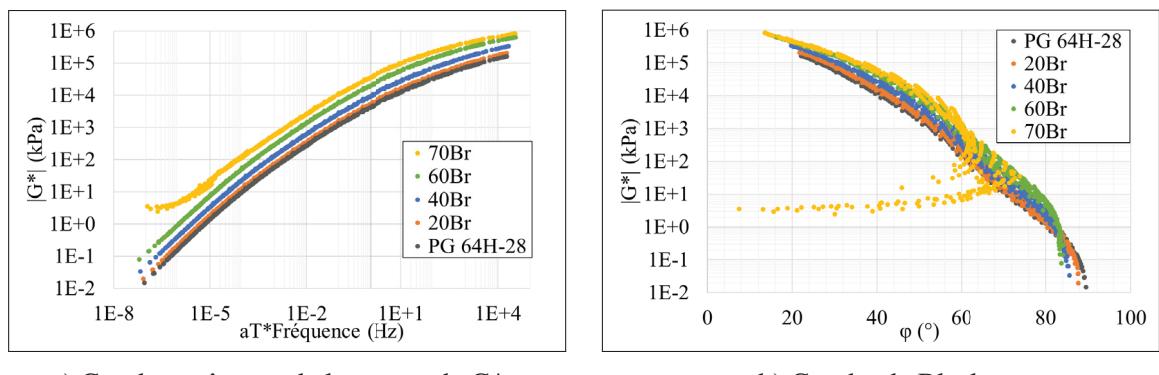


FIGURE 4.19 Résultats DSR des mastics composés de fines de brique

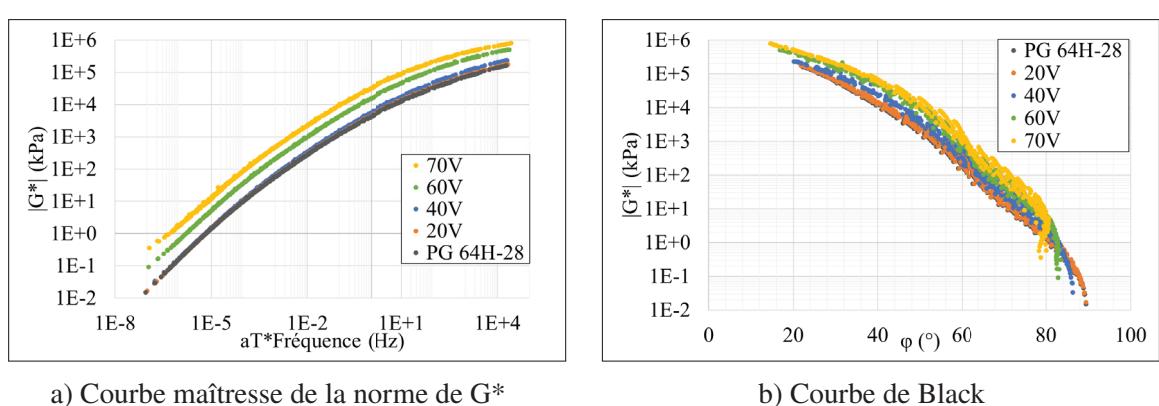


FIGURE 4.20 Résultats DSR des mastics composés de fines de verre

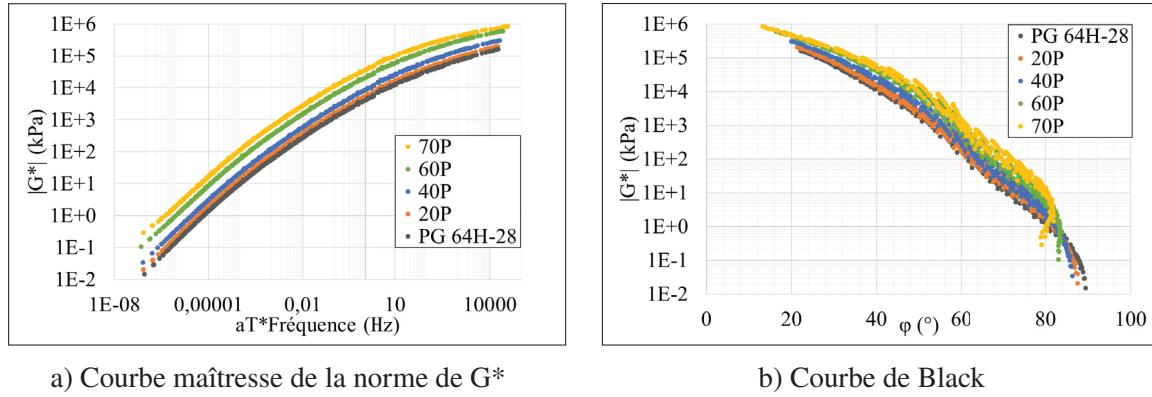


FIGURE 4.21 Résultats DSR des mastics composés de fines de porcelaine

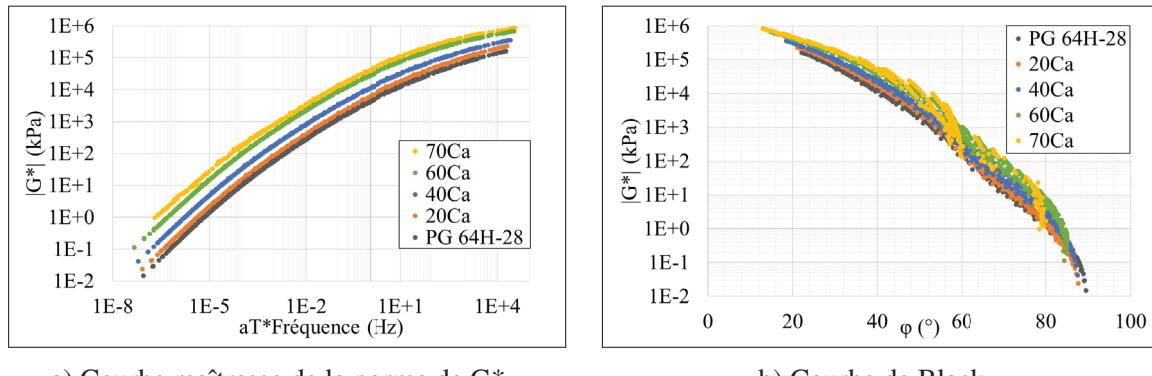


FIGURE 4.22 Résultats DSR des mastics composés de fines de calcaire

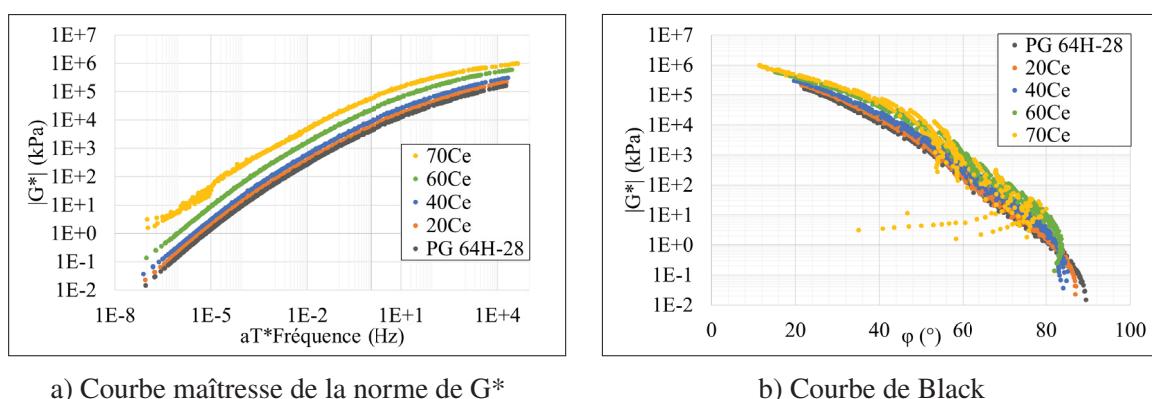
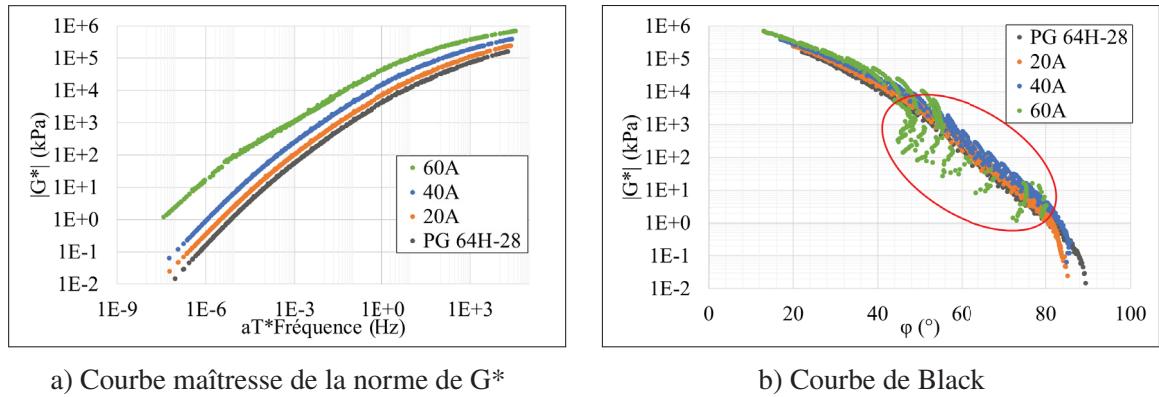
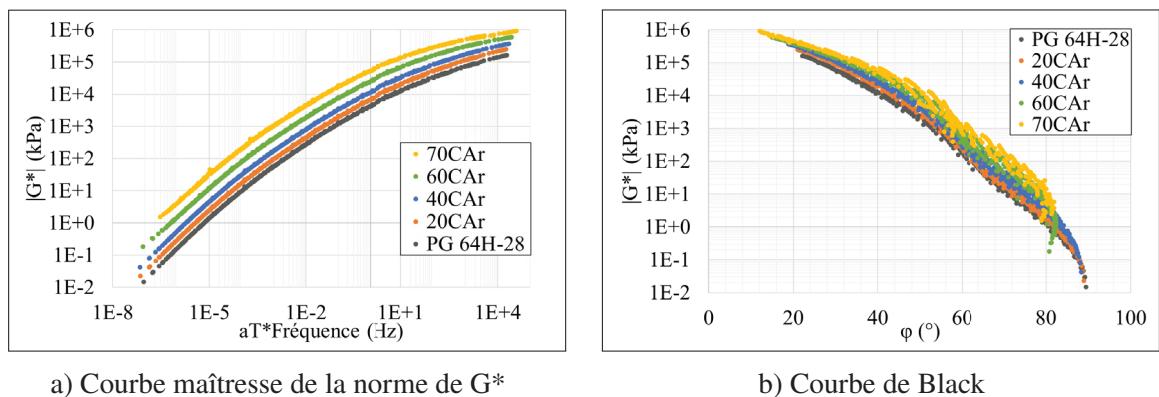


FIGURE 4.23 Résultats DSR des mastics composés de fines de céramique

a) Courbe maîtresse de la norme de G^*

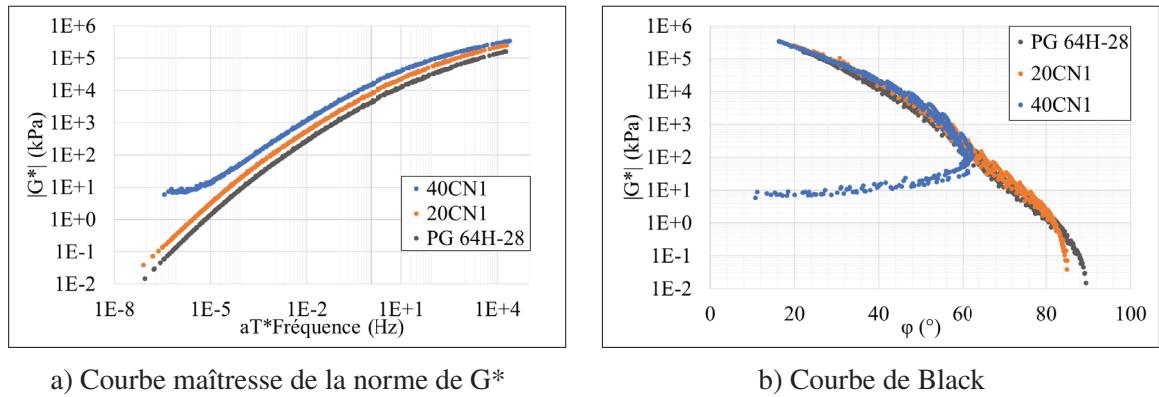
b) Courbe de Black

FIGURE 4.24 Résultats DSR des mastics composés de fines d'argile

a) Courbe maîtresse de la norme de G^*

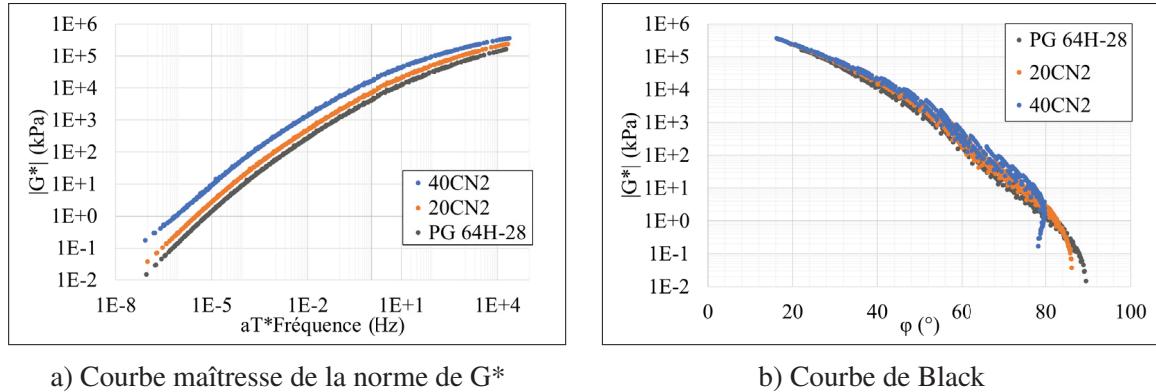
b) Courbe de Black

FIGURE 4.25 Résultats DSR des mastics composés de fines du combiné artificiel

a) Courbe maîtresse de la norme de G^*

b) Courbe de Black

FIGURE 4.26 Résultats DSR des mastics composés de fines du combiné naturel 1

a) Courbe maîtresse de la norme de G^*

b) Courbe de Black

FIGURE 4.27 Résultats DSR des mastics composés de fines du combiné naturel 2

4.4.2 Analyse des résultats

L'analyse des résultats des essais de cisaillement dynamique réalisés grâce au DSR sur l'ensemble des 41 mastics se divise en deux parties. Premièrement, une analyse transversale de l'ensemble des résultats est réalisée puis, des points particuliers sont abordés.

4.4.2.1 Analyse transversale

Premièrement, il est clair que l'ajout de particules fines dans le bitume permet une augmentation plus ou moins importante de la rigidité du mastic et ce, sur l'ensemble de la plage de fréquence étudiée. Plus la concentration en fines est importante, plus la rigidité du mastic augmente. Cependant, on remarque que l'augmentation de la rigidité n'est pas linéaire avec la teneur en fines. En effet, l'écart de rigidité entre un mastic avec 20% d'une fine de CRD donnée et le bitume PG 64H-28 est moins important que l'écart entre un mastic avec 40% de fines et celui avec 20%. Par ailleurs, ces écarts entre les courbes maîtresses sont plus importants à basse fréquence qu'à haute fréquence, ce qui signifie que plus la température augmente, plus l'influence des fines dans le mastic est importante. A l'inverse, plus la température baisse, moins l'effet est marqué. Ces résultats sont confirmés par la littérature (Boussabnia, 2018 ; Daoudi, 2021).

D'autre part, on constate que, au-delà d'une certaine teneur en fines, certains mastics comme le 60CH, le 60Be, le 60G, le 60Br, le 70Ce et le 40CN1 présentent un retour élastique (respectivement Figures 4.16 à 4.19, 4.23 et 4.26). Cela se traduit par une asymptote rigide non nulle et un

déphasage qui tend vers 0° à haute température. Ce phénomène de retour élastique traduit la présence d'un squelette granulaire dans le mastic, tout comme dans l'enrobé. En effet, à mesure que la teneur en fines augmente, la distance entre les particules dans le mastic se réduit et des contacts entre elles commencent à apparaître. À basse température, le bitume est suffisamment rigide pour transmettre les contraintes qu'il subit. En revanche, plus la température augmente, plus le bitume se ramollit. Ainsi, lorsque le mastic est à haute température, le bitume est trop mou pour transmettre les contraintes et c'est le squelette granulaire, formé des particules fines en contact, qui transmet alors les contraintes. D'après les résultats obtenus, la température à partir de laquelle le retour élastique apparaît varie beaucoup, allant de 40°C pour le 60G à 76°C pour le 70Ce.

Il est important de noter que pour qu'il y ait présence d'un squelette granulaire, il n'est pas nécessaire que les particules soient réellement en contact. En réalité, du fait de l'adsorption des asphaltènes du bitume par les particules fines, il se forme un gradient de rigidité autour de chaque particule (Figure 1.14). Ce gradient de rigidité explique que même si les particules ne sont pas strictement en contact, si les gradients de rigidité les entourant sont suffisamment proches, alors un squelette granulaire peut se former.

Enfin, on remarque dans les différents diagramme de Black que l'augmentation de la teneur en fines tend à diminuer l'angle de phase à haute fréquence/basse température. Cela signifie que la composante élastique du module module complexe des mastics tend à augmenter par rapport à la composante visqueuse à basse température.

4.4.2.2 Cas particulier 1 : Mastics composés de fines de béton

La figure 4.16 présente les résultats de l'essai de cisaillement dynamique réalisé sur les mastics composés de fines de béton avec une teneur massique de 20, 40, 60 et 70%. A la vue de ces résultats, il est surprenant de voir que le mastic 60Be présente un retour élastique alors que le mastic 70Be n'en présente pas et ce, bien qu'il possède une teneur en fines supérieure. En effet, l'absence de retour élastique dans le mastic 70Be pourrait être le signe d'un mauvais dosage en fines lors de la confection du mastic. Cependant, cette hypothèse peut être mise de côté car la rigidité du mastic 70Be est supérieure à celle du mastic 60Be, preuve que la teneur en fines dans

le 70Be est bien supérieure à celle dans le 60Be. Une observation au microscope électronique à balayage a été réalisée sur différents mastics dans le but de pouvoir identifier visuellement la présence ou non d'un squelette granulaire dans les mastics à forte teneur en fines mais également afin d'étudier l'interaction entre les particules et le bitume.

Les figures 4.28 et 4.29 présentent les images obtenues grâce au MEB avec un grossissement de 30 des mastics 20Be, 40Be, 60Be et 70Be. Grâce à ces images, il est plus facile de comprendre le lien entre la teneur en fines et l'augmentation de la rigidité. Dans le mastic 20Be, les particules représentent uniquement 9,01% du volume du mastic (Tableau-A I-1) et sont donc relativement éloignées les unes des autres. A mesure que la concentration en fines augmente, on constate que les distances entre les particules diminuent jusqu'à ce que certaines particules entrent en contact.

Bien que cette observation visuelle des mastics au MEB nous confirme que la forte teneur en particules tend à former un squelette granulaire, cela n'explique pas pourquoi le mastic 70Be ne présente pas de retour élastique comme le mastic 60Be. L'hypothèse d'un défaut d'homogénéité dans la pastille de mastic ne tient pas car en cas de présence d'une bulle d'air ou d'une mauvaise répartition des fines, les mesures de rigidité du mastic auraient été autres. En observant finement la courbe de Black, on remarque que la courbe du mastic 70Be n'est pas unique et qu'il y a bien un début de retour élastique, mais qui n'est pas complet (Figure 4.17). Cela peut-être le signe qu'un problème est arrivé directement au niveau de la pastille de mastic et que par conséquent, l'essai à haute température n'est pas exploitable.

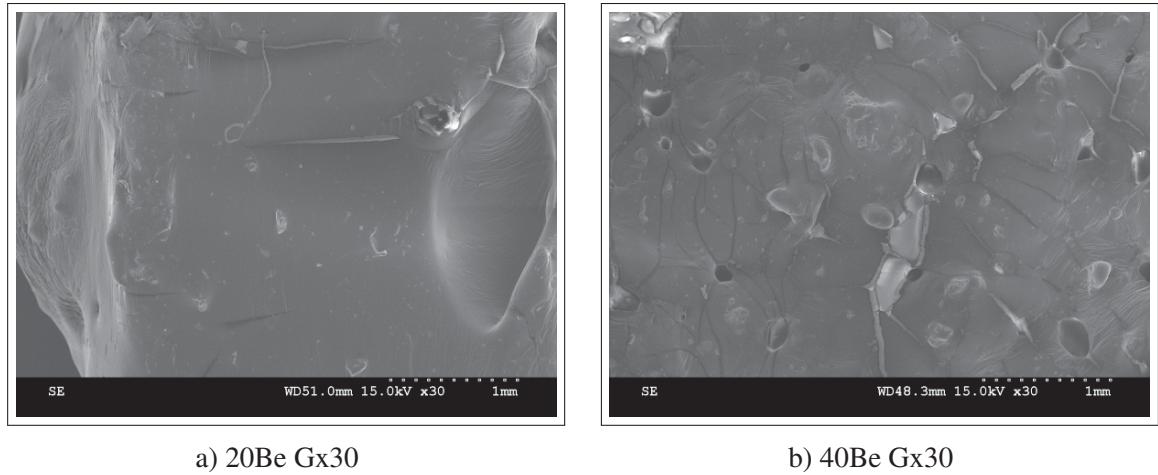


FIGURE 4.28 Mastics 20Be et 40Be observés au MEB

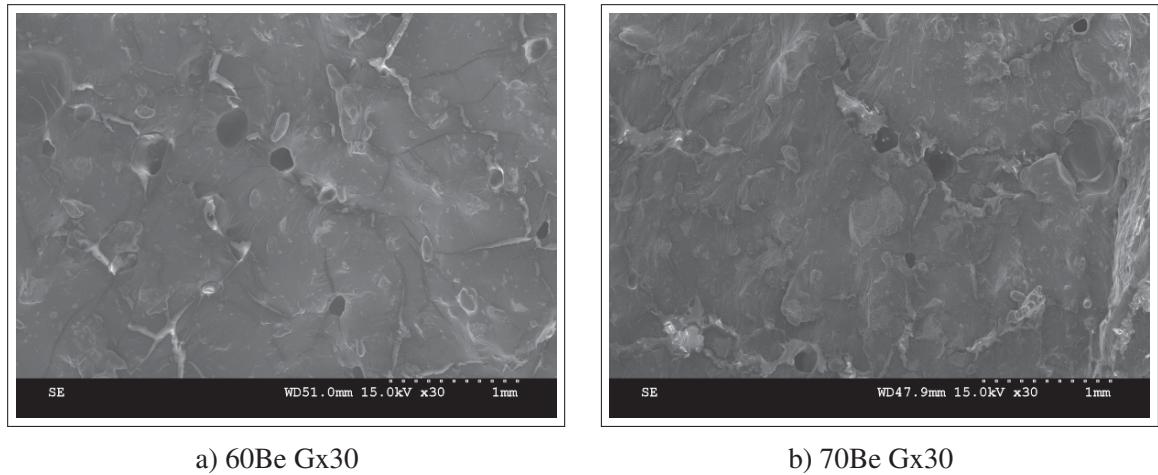


FIGURE 4.29 Mastics 60Be et 70Be observés au MEB

4.4.2.3 Cas particulier 2 : Mastics composés de fines de verre

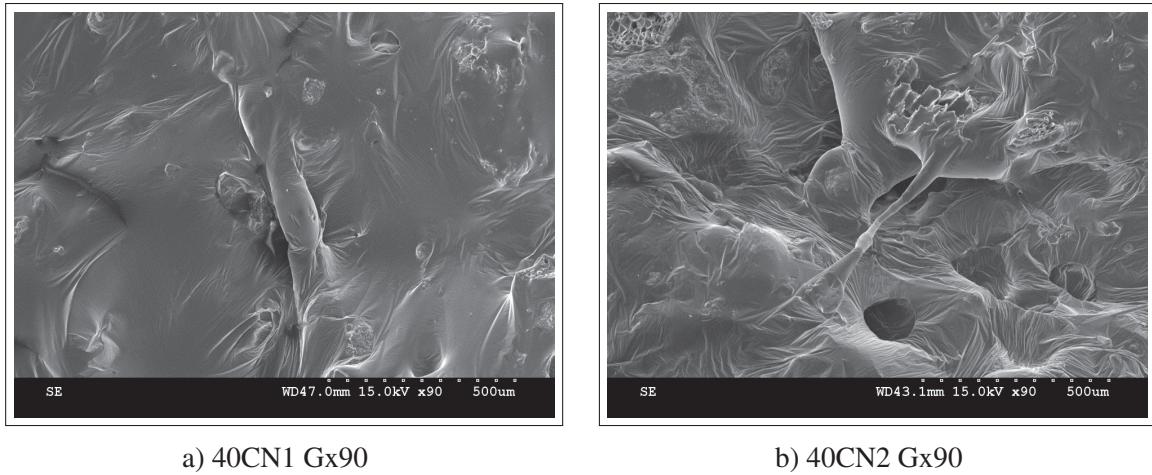
La figure 4.20 présente les résultats des essais de DSR des mastics composés de fines de verre. On remarque que les résultats du mastic 20V sont quasiment identiques à ceux du bitume PG 64H-28, ce qui veut dire que l'incorporation de 20% de fines de verre n'a quasiment pas d'influence en termes de rigidité et de déphasage. De plus, on constate que le mastic 40V présente également une rigidité proche de celle du bitume à basse fréquence, contrairement à haute fréquence où il possède une rigidité supérieure. Il faut atteindre une concentration 60% massiques en fines de verre pour obtenir un gain de rigidité sur l'ensemble de la plage de

fréquence. Parmi toutes les mastics étudiés dans ces travaux, les mastics composés de fines de verre sont les seuls à présenter un comportement si proche du bitume à basse fréquence (Figure 4.20).

Ce résultat indique une sous-performance des fines de verre en tant que matériau d'ajout dans le bitume. Cela peut s'expliquer par la granulométrie relativement grossière des fines de verre mais aussi par le fait que le verre est un matériau formé de strates de silice qui sont lisses et peu poreuses, ce qui entraîne une moins bonne adhérence avec le bitume. En effet, comme le montre la figure 3.8, les particules semblent globalement plus lisses, moins rugueuses que celle des autres fines de CRD. Ainsi, lorsque le mastic 20V ou 40V est étudié à basse fréquence, le bitume est plus mou et adhère moins bien aux particules de verre. De plus, cela confirme que les fillers composés principalement de silice sont moins performants que ceux composés de calcium (Choudhary et al., 2020).

4.4.2.4 Cas particulier 3 : Mastics composés de fines des combinés naturels 1 et 2

Contrairement à la plupart mastics étudiés au MEB qui présentent une surface relativement uniforme (Figures 4.28 et 4.29), les mastics contenant des fines issues des combinés naturels 1 et 2 présentent une surface bien plus hétérogène, du fait de la présence de fibres. Une fois les pastilles de mastics brisée afin d'en étudier la surface au MEB, on constate que les fibres sont enrobées de bitume et forment des réseaux anarchiques à l'intérieur du mastic (Figure 4.30). Ces fibres forment des sortes de ponts reliant un endroit à un autre et permettent une augmentation de la résistance du mastic. Ce résultat explique sûrement en partie pourquoi les mastics composés des combinés naturels 1 et 2 sont parmi les plus rigides de ceux étudiés, alors que les particules les composant ne sont pas celles ayant la plus fine granulométrie.



a) 40CN1 Gx90

b) 40CN2 Gx90

FIGURE 4.30 Mastics 40CN1 et 40CN2 observés au MEB

4.4.2.5 Non-unicité de la courbe de Black de certains mastics

Comme le montrent les figures 4.19, 4.22, 4.23 et 4.24, certains mastics à forte teneur en fines, tels que les mastics 70Br, 70Ca, 70Ce ou encore 60A, présentent une courbe de Black qui n'est pas unique. Bien que des essais supplémentaires aient été réalisés afin de s'assurer des points de mesure, les mêmes comportements rhéologiques sont obtenus. Ces résultats indiquent que, comme c'est le cas avec des bitumes modifiés avec des polymères, le Principe d'Équivalence Temps-Température ne peut pas être appliqué ces mastics. Cependant, il est toujours possible d'obtenir, par translation des isothermes, les courbes maîtresses des normes du module complexe de cisaillement de ces mastics. On appelle alors cette propriété Principe d'Équivalence Partielle Temps-Température (PEPTT) car le processus de construction des courbes maîtresses ne donne une courbe unique et continue que pour la norme du module et pas pour l'angle de phase (Olard, 2003).

Bien que l'utilisation des relations de Kramers-Kronig requiert que le PETT soit validé sur l'ensemble de la plage de fréquence, on observe que les courbes maîtresses sont plutôt bien construites et qu'il serait difficile de faire mieux avec la méthode visuelle. Ce constat renforce donc la confiance que l'on peut avoir dans la méthode de construction des courbes maîtresses basée sur les relations de Kramers-Kronig. En effet, même quand les résultats des essais sont

en dehors du domaine d'applicabilité de la méthode, la méthode permet d'obtenir des courbes maîtresses très satisfaisantes.

4.4.3 Présentation des résultats iso-teneur en fines

L'objectif de cette section est d'évaluer l'influence de la nature des fines de CRD sur le comportement rhéologique des mastics et ce, à travers des comparaisons iso-teneur massique.

4.4.3.1 Teneur en fines : 20% massique

Les figures 4.31 et 4.32 présentent les résultats d'essai de cisaillement dynamique des mastics ayant une teneur de 20% massique (équivalent à environ 8 à 9,5% volumique) de fines de CRD. D'après ces figures, on remarque que lorsque la teneur en fines est faible, les courbes maîtresses et les courbes de Black des mastics sont très regroupées. Cela signifie que la nature des fines n'a pas beaucoup d'influence sur la rigidité du mastic lorsque la teneur en fines est faible.

Par ailleurs, on constate que les écarts entre les différents mastics, logarithmiques pour la rigidité et arithmétiques pour l'angle de phase, sont plus marqués à basse fréquence. En effet, les asymptotes de rigidité des mastics semblent converger vers une même valeur à haute fréquence, et leur angle de phase vers 0°C. En revanche, à basse fréquence, on note des différences en termes de rigidité plus importantes et un angle de phase asymptotique allant de 84° pour le mastic 20G à 90° pour le mastic 20V. Ces résultats montrent donc que même avec de faibles teneurs en fines, de légères différences entre les mastics peuvent être notées, principalement à basse fréquence/haute température.

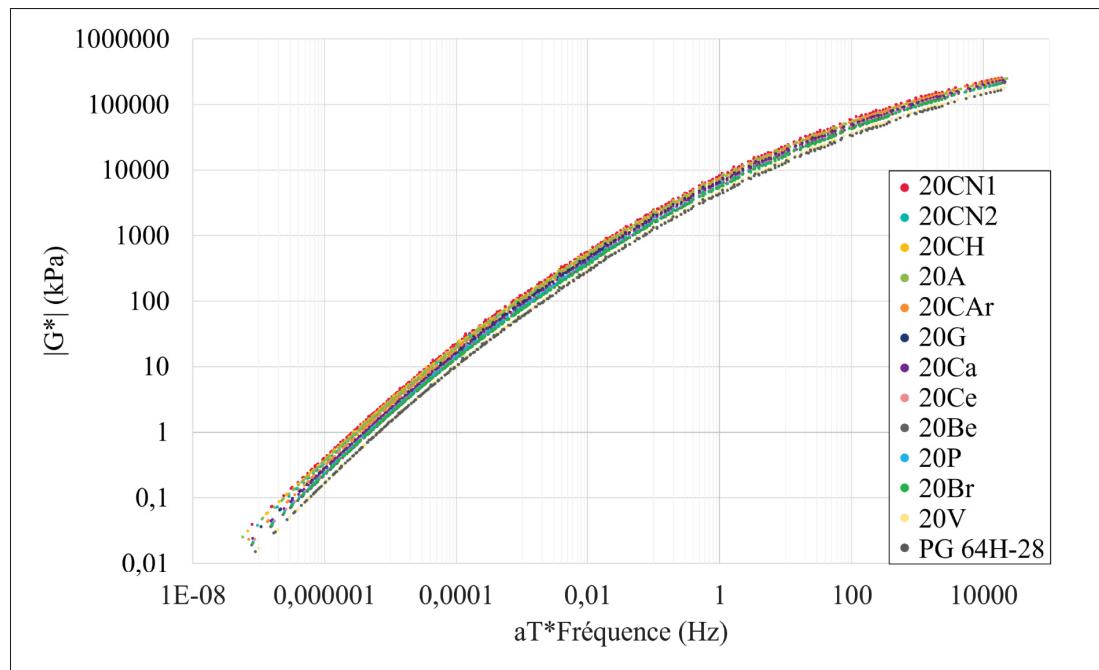


FIGURE 4.31 Courbes maîtresses de $|G^*|$ des mastics avec 20% de teneur en fines

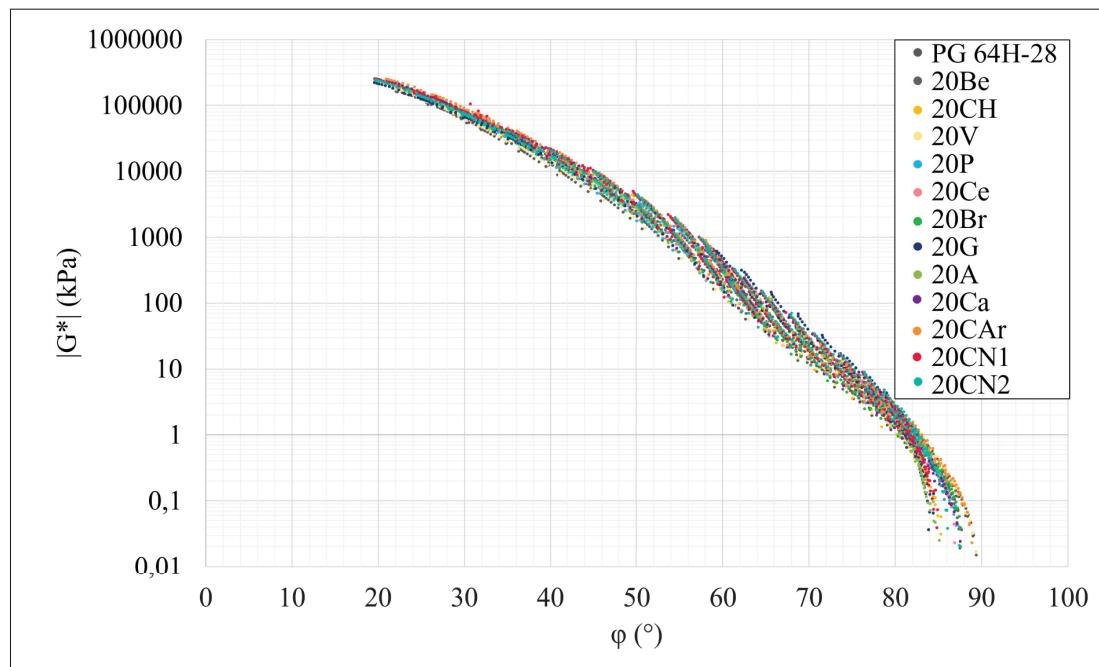


FIGURE 4.32 Courbes de Black des mastics avec 20% de teneur en fines

4.4.3.2 Teneur en fines : 40% massique

Les figures 4.33 et 4.34 présentent les résultats d'essai de cisaillement dynamique des mastics composés de 40% massique (équivalent à environ 20 à 22% volumique) de fines de CRD. Ces graphiques confirment les différentes tendances observées en premier lieu avec des mastics composés de 20% massique de fines de CRD. En effet, les mastics 40CN1, 40CN2 40CH et 40G présentent le module complexe le plus grand sur la gamme de fréquence étudiée, contrairement aux mastics 40V, 40Be et 40P qui sont globalement moins rigides. De plus, les écarts de rigidité entre ces mastics sont plus importants que ceux observés avec une teneur de 20%. Aussi, on remarque que le mastic 40V est le seul dont le module à basse fréquence tend vers celui du bitume PG 64H-28.

Par ailleurs, il est à noter que, contrairement aux courbes maîtresses des mastics avec 20% de fines qui ont un ordre inchangé sur toute la plage de fréquence de sollicitation, certains mastics semblent plus performants à basse température qu'à haute température. Par exemple, les mastics 40CN1 et 40CN2, qui possèdent le module de rigidité le plus grand à haute température, présentent une rigidité inférieure à celle des mastics 40CH et 40G à basse température.

Enfin, on note la présence d'un retour élastique à haute température pour le mastic 40CN1. Comme le montre clairement le diagramme de Black, alors que les autres mastics tendent globalement vers un module de rigidité nul et un angle de phase compris entre 80° et 90°, le mastic 40CN1 a une rigidité qui tend vers 10kPa et un angle de phase vers 0° à haute température. Ce retour élastique est censé être le signe de l'existence d'un squelette granulaire. Le squelette granulaire apparaît généralement lorsque la concentration en fines atteint les 40% volumique. Or, le mastic 40CN1 est composé de 40% massique de fines, soit 21.53% volumique. Cela signifie qu'il ne devrait pas y avoir de squelette granulaire au sens d'une concentration en fines suffisamment proches pour entraîner des contacts entre les particules. Il est possible que la présence des fibres dans les combinés naturels 1 et 2 (Figures 3.16 et 3.17) facilite la mise en réseau des gradients de rigidités entourant les particules et ce, même si la teneur en fines n'est pas très importante.

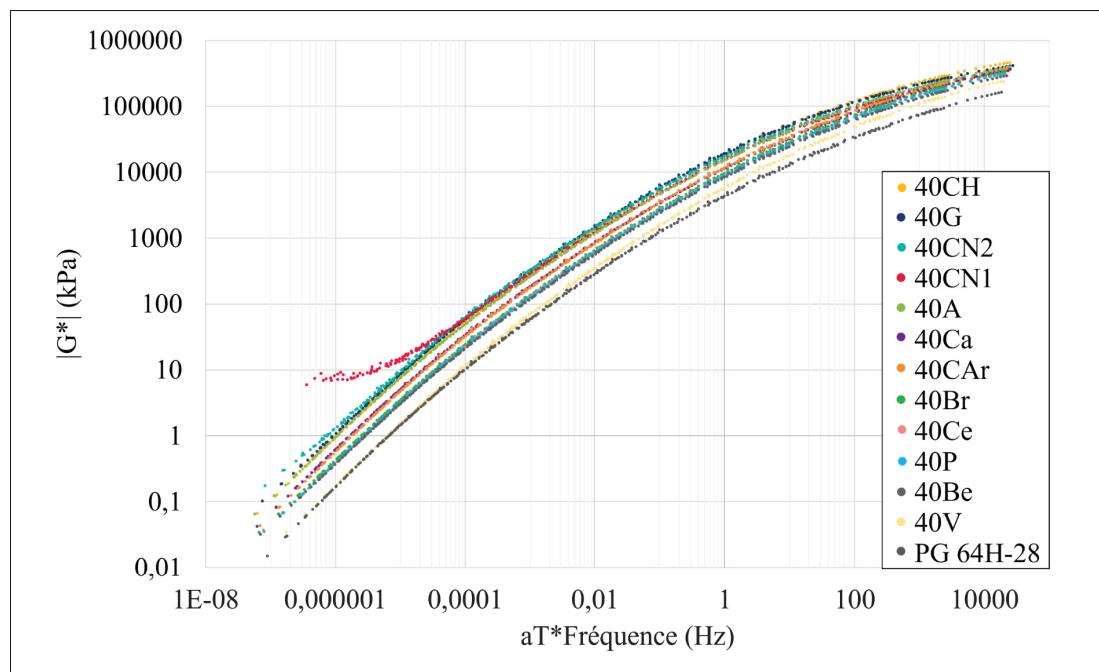


FIGURE 4.33 Courbes maîtresses de $|G^*|$ des mastics avec 40% de teneur en fines

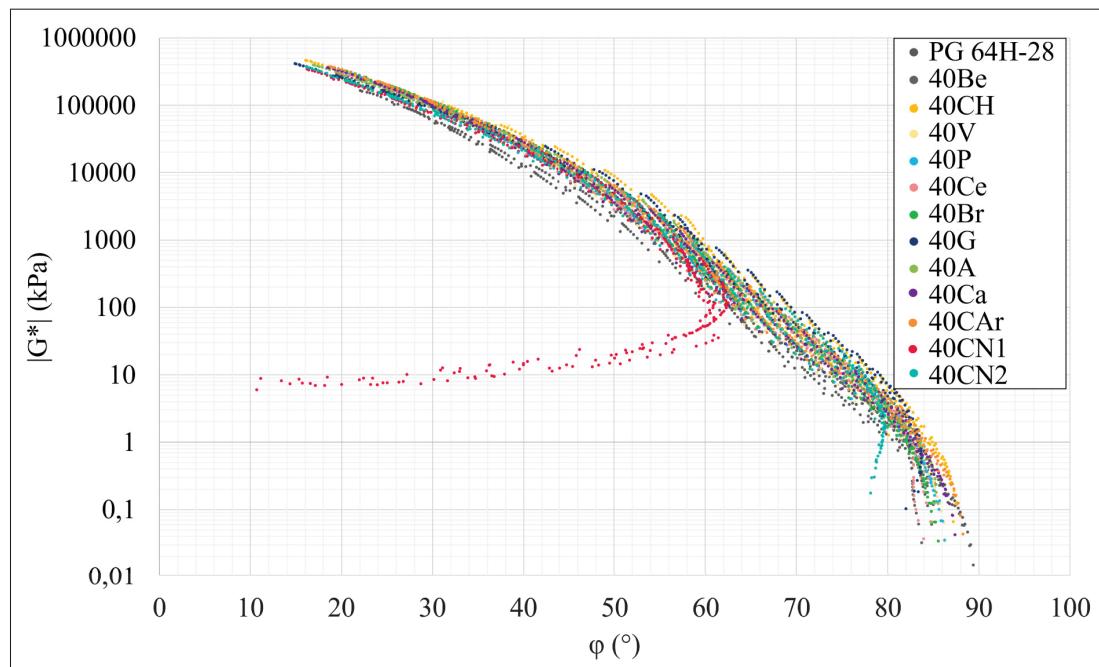


FIGURE 4.34 Courbes de Black des mastics avec 40% de teneur en fines

4.4.3.3 Teneur en fines : 60% massique

Les figures 4.35 et 4.36 présentent les résultats d'essai de cisaillement dynamique des mastics composés de 60% massique (équivalent à environ 36 à 38% volumique) de fines de CRD. Les mastics 60CN1 et 60CN2 ne sont pas présents sur les graphiques car ils n'ont pas pu être confectionnés. D'après ces figures, on remarque des écarts de comportement rhéologiques très différents en fonction de la nature des fines utilisées. Globalement, on distingue 3 mastics ayant des courbes maîtresses nettement au dessus des autres. En effet, les mastics 60CH, 60G et 60A montrent une rigidité plus de 2 fois supérieure à celle des autres mastics. Par ailleurs, l'effet des fines est une nouvelle fois bien plus prononcé à basse fréquence qu'à haute fréquence, comme le montre les asymptotes convergentes des différents mastics à haute fréquence et divergent à basse fréquence. L'étude du diagramme de Black met également en lumière la présence d'un retour élastique pour les mastics 60CH, 60G, 60Be et 60A. Il est intéressant de noter que le mastic 60Be qui présente un retour élastique à haute température a une rigidité bien inférieure à celle des autres mastics possédant un squelette granulaire. Cela indique que la présence ou non d'un retour élastique à haute température n'est pas liée à la rigidité du mastic.

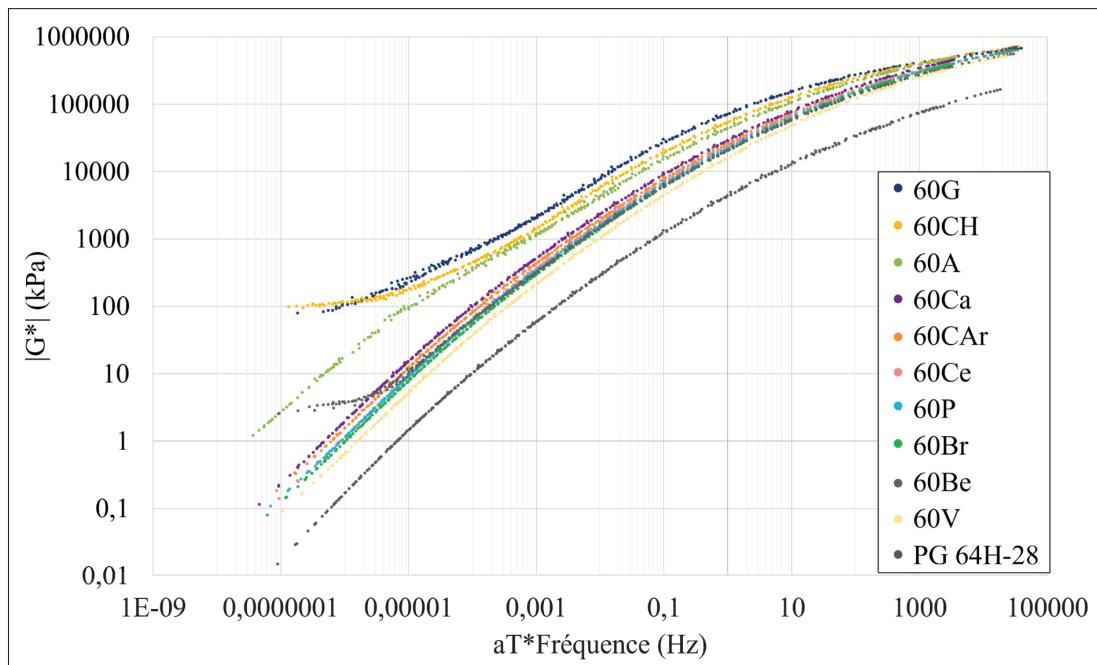


FIGURE 4.35 Courbes maîtresses de $|G^*|$ des mastics avec 60% de teneur en fines

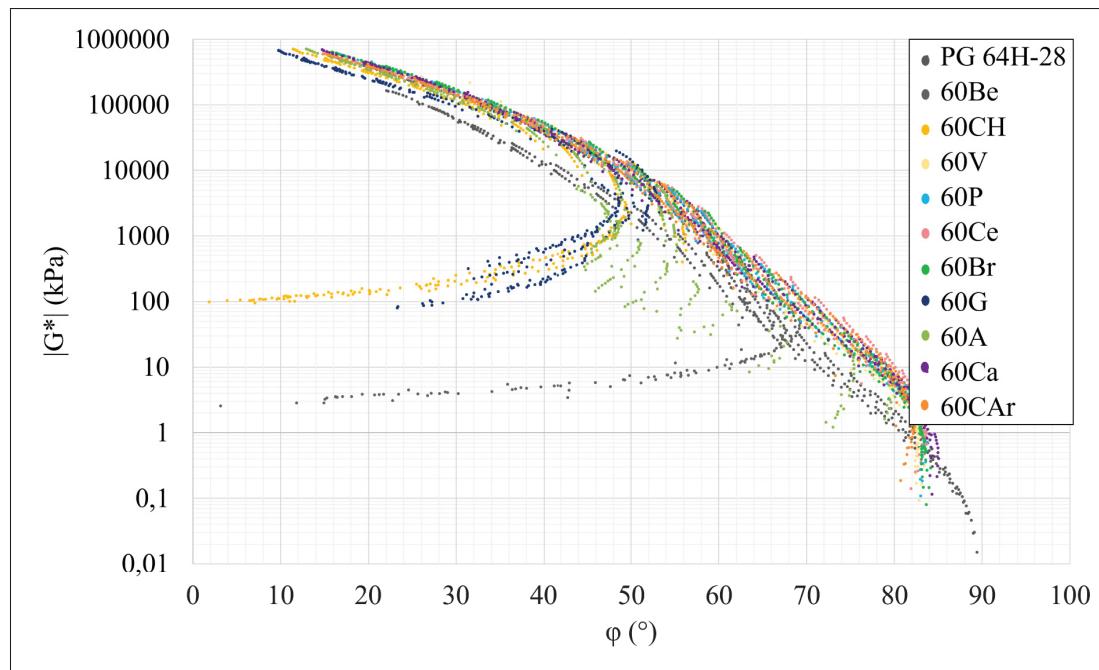


FIGURE 4.36 Courbes de Black des mastics avec 60% de teneur en fines

4.4.3.4 Teneur en fines : 70% massique

Les figures 4.37 et 4.38 présentent finalement les résultats d'essai de cisaillement dynamique des mastics composés de 70% massique (équivalent à environ 47 à 49% volumique) de fines de CRD. Les mastics 70CN1, 70CN2, 70CH, 70G et 70A ne sont pas présents sur les graphiques car ils n'ont pas pu être confectionnés. Ici encore, plusieurs remarques déjà formulées précédemment sont toujours valables, notamment concernant la convergence asymptotique des modules de rigidité des mastics à basse température et sur l'effet plus prononcé des fines à haute température. Il est intéressant de noter que malgré la très forte teneur en fines, seul le mastic composé de céramique présente un retour élastique franc. Pour les autres mastics, il est possible qu'en les étudiant à plus haute température, un retour élastique soit visible.

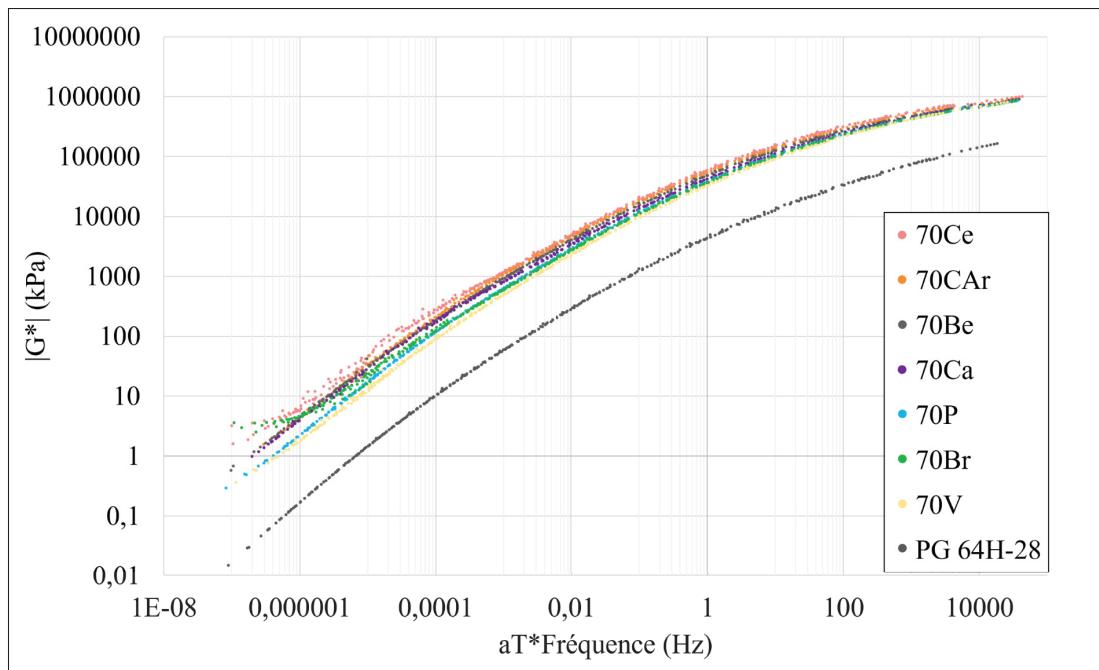


FIGURE 4.37 Courbes maîtresses de $|G^*|$ des mastics avec 70% de teneur en fines

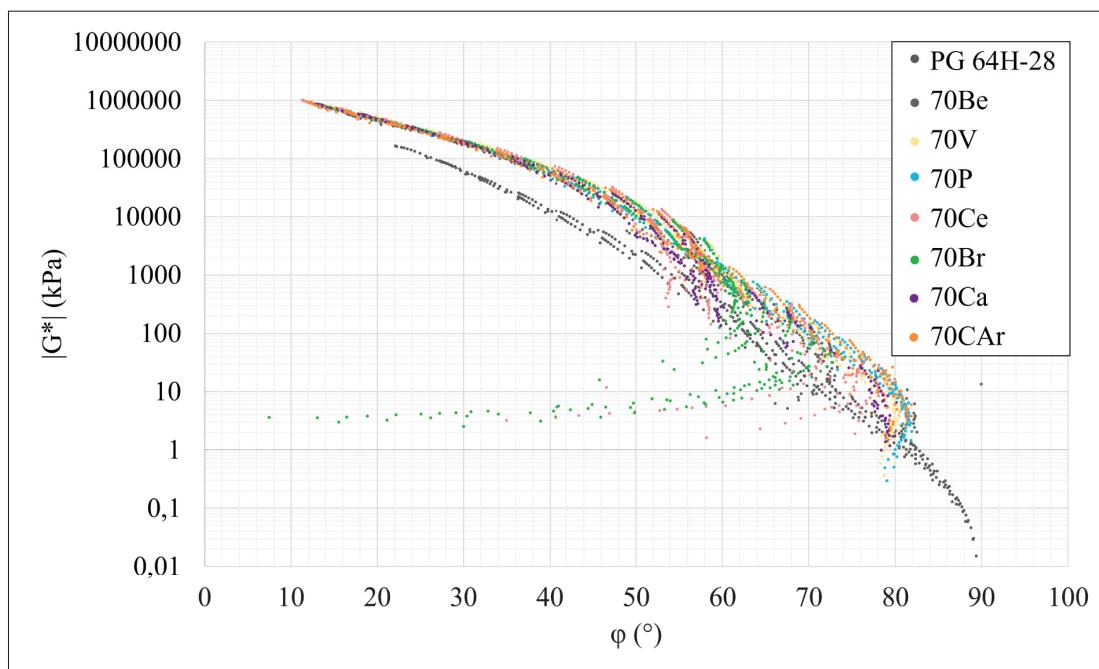


FIGURE 4.38 Courbes de Black des mastics avec 70% de teneur en fines

4.4.4 Comparaison CN1 et CN2

Dans cette section, les mastics composés de fines des combinés naturels 1 et 2 sont comparés. Pour rappel, les matériaux étant échantillonnés d'un même baril, leur composition est supposée similaire. Pour autant, les courbes granulométriques et les autres propriétés des deux matériaux montrent des différences (Figure 4.39 et Tableau 4.2). En effet, bien que les propriétés générales - densité, teneur en eau, indice des vides et valeur au bleu de méthylène – soient très proches pour les deux matériaux, l'analyse de leur courbe granulométrique nous apprend que le combiné naturel 2 est légèrement plus fin que le combiné naturel 1. Ceci peut s'expliquer par le fait que le CN1 a été échantillonné dans le tier supérieur du baril alors que le CN2 provient du tier inférieur. On peut supposer que s'il y a un peu de ségrégation dans le baril, alors le fond est composé de particules plus fines que le dessus.

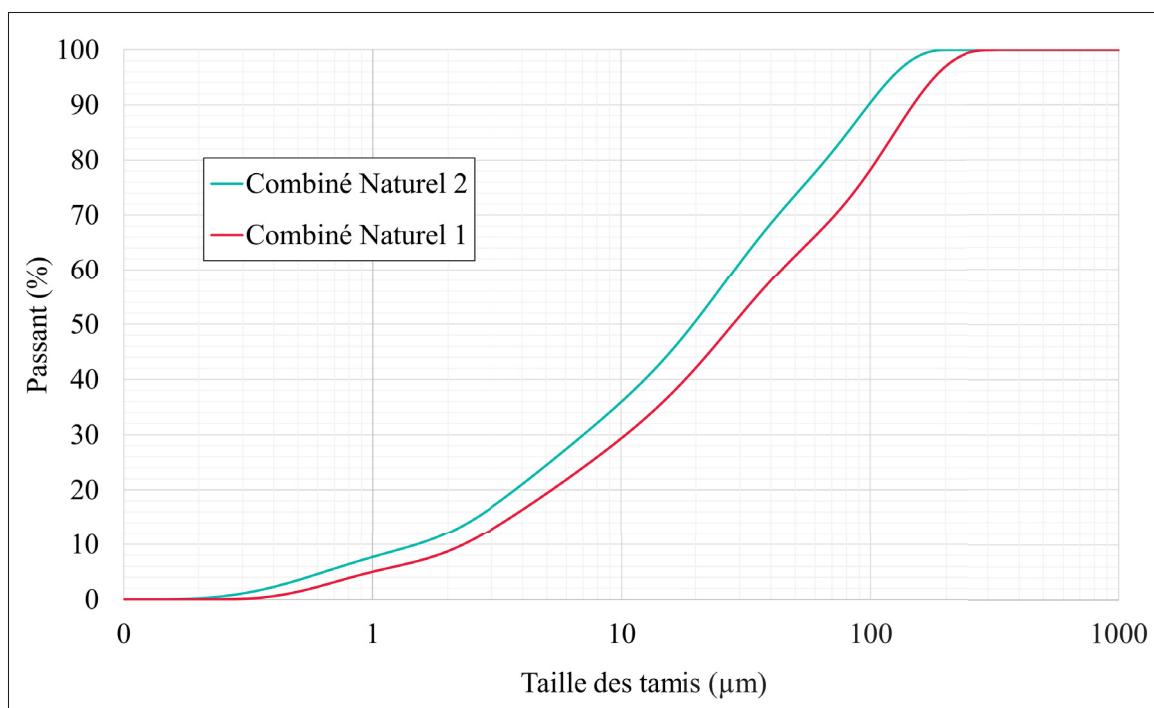
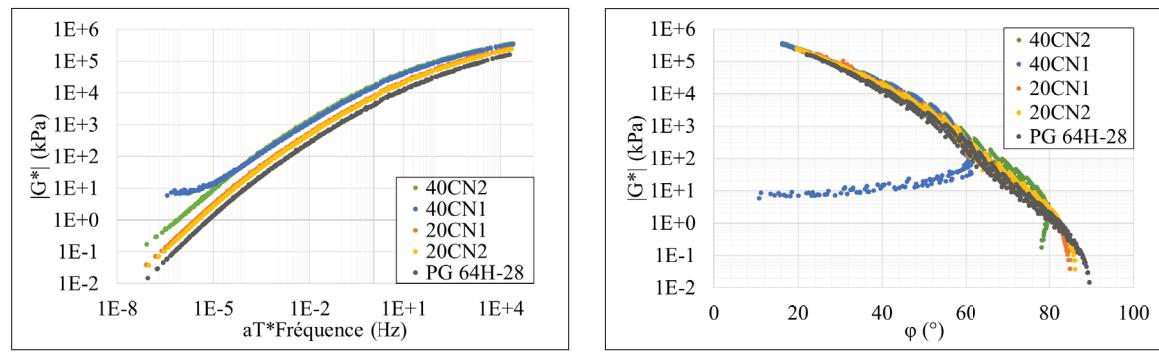


FIGURE 4.39 Comparaison de la granulométrie des combinés naturels 1 et 2

TABLEAU 4.2 Rappel des propriétés des combinés naturels 1 et 2

Fines de CRD	Densité (%)	ω_{eau} (%)	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	RV (%)	VBM (mL/g)	MF	C_u	C_c
CN1	2,500	2,2	2,3	28,3	148,6	56,4	0,160	5,07	19,0	1,1
CN2	2,499	1,9	1,5	19,2	96,6	53,3	0,169	4,46	19,0	1,2

La figure 4.40 présente les résultats de l'essai de cisaillement dynamiques des mastics 20CN1, 40CN1, 20CN2 et 40CN2. Étant donné le combiné naturel 2 est légèrement plus fin que le combiné naturel 1, les mastics composés de fines de CN2 devraient, à teneur en fines équivalente, être plus rigides que les mastics composés de CN1. Or, il apparaît que le mastic 20CN2 est sensiblement plus rigide que le mastic 20CN1, de l'ordre de 4%. D'autre part, le mastic 40CN2 est sensiblement moins rigide que le mastic 40CN1, de l'ordre de 10% (pour des fréquences équivalentes supérieures à 10^{-4}Hz). Une cause possible à ces résultats est un dosage légèrement inférieur en fines pour la pastille 20CN2 (ou légèrement supérieur pour la pastille 20CN1). Malgré la légère différence de granulométrie, les comportement rhéologiques des mastics composés des fines de CN1 CN2 sont, à teneur massique en fines égale, très semblables (à l'exception du retour élastique observé pour 40CN1).

a) Courbes maîtresses de $|G^*|$

b) Courbes de Black

FIGURE 4.40 Comparaison des résultats de DSR des mastics composés de fines des combinés naturels 1 et 2

4.4.5 Comparaison CAr et CAr théorique

Le combiné artificiel CAr réalisé en laboratoire selon les proportions du tableau 2.1 est comparé au combiné artificiel théoriquement obtenus, appelé CArth. Les propriétés du CArth sont obtenues directement d'après les proportions du tableau 2.1 appliquées aux résultats de chacun des matériaux composant le combiné artificiel. Par exemple, la densité théorique est obtenue selon l'équation 4.2. L'ensemble des autres valeurs théoriques des propriétés des fines ainsi que la courbe granulométrique théorique ont été déterminées (Figure 4.41 et Tableau 4.3).

$$d_{CArth} = \frac{100}{\frac{14,95}{d_{Be}} + \frac{14,95}{d_{Br}} + \frac{26,80}{d_{Ca}} + \frac{18,26}{d_G} + \frac{6,77}{d_{Ce}} + \frac{6,77}{d_P} + \frac{11,49}{d_V}} = 2,621 \quad (4.2)$$

L'objectif de cette section est de savoir s'il est possible de prédire le comportement rhéologique mastic composé d'une combinaison de fines comme étant une combinaison linéaire des comportements de chacun des mastics composés de fines pures.

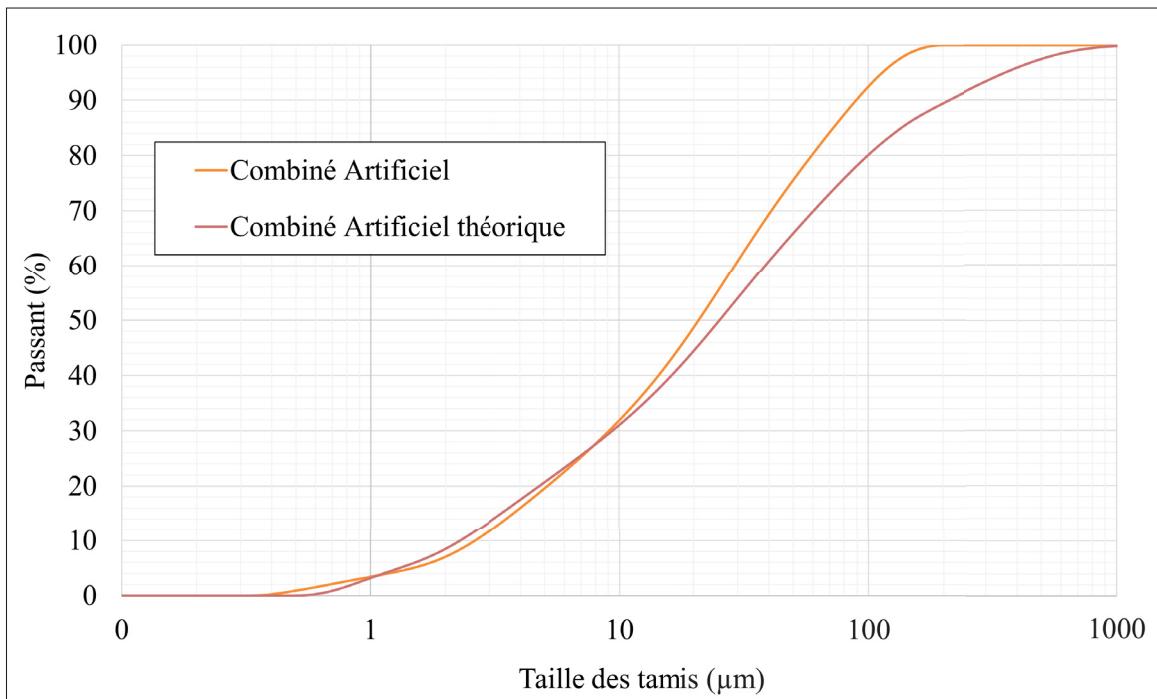


FIGURE 4.41 Comparaison de la granulométrie du combiné artificiel avec sa granulométrie théorique

TABLEAU 4.3 Rappel des propriétés du combiné artificiel et de leur valeur théorique

Fines de CRD	Densité	ω_{eau} (%)	D₁₀ (μm)	D₅₀ (μm)	D₉₀ (μm)	RV (%)	VBM (mL/g)	MF	C_u	C_c
CAr	2,618	3,0	2,6	21,1	91,3	35,2	0,035	4,62	11,1	1,1
CArth	2,621	4,5	2,3	25,4	211,4	33,6	0,054	4,93	16,9	1,0

La figure 4.41 présente un écart relativement significatif entre la granulométrie réelle du combiné artificiel et sa granulométrie théorique. Bien que la prédiction soit plutôt bonne jusqu'à 30% de passant, on remarque qu'au delà, plus la taille des grains augmente et plus l'écart entre les deux courbes devient important. Cet écart peut être attribué à la prise d'échantillon lors de la granulométrie laser du combiné artificiel.

Par ailleurs, l'observation des courbes maitresses et des courbes de Black montre que pour des teneurs en fines de 20% à 40% massique, le comportement rhéologique du mastic composés de fines du combiné artificiel est proche du comportement théorique, calculé comme une combinaison linéaire du comportement des mastics composés des fines pures (Figure 4.42). En revanche, à partir de 60%, on note des écarts significatifs principalement dans la zone autour de 0,0001Hz. En effet, on remarque que le mastic 60CAr ne montre pas de retour élastique à haute température, contrairement au mastic théorique 60CArth. Ceci provient de la présence de gypse (18,26%) et de béton (14,95%) dans le combiné artificiel. En effet, il a été vu précédemment que les mastics 60G et 60Be présentent un retour élastique à haute température (Figures 4.35 et 4.36). Cela explique les résultats à basse fréquence du mastic 60CArth qui est calculé à partir de mastics possédant un retour élastique (60G et 60Be) et d'autres sans retour élastique (60Ca, 60Ce, 60Br, 60P et 60V). Cet écart provient donc du fait qu'un mastic ne peut à la fois présenter un retour élastique dû à la présence d'un squelette granulaire et en même temps, aucun de retour élastique. Ces résultats montrent donc qu'il n'est pas possible de prédire avec précision le comportement d'un mastic composé d'un combiné granulaire à partir d'une combinaison linéaire. Avec une analyse différente, il est peut-être possible de prédire

correctement le comportement d'un mastic composé d'un combiné de plusieurs fines de nature différentes.

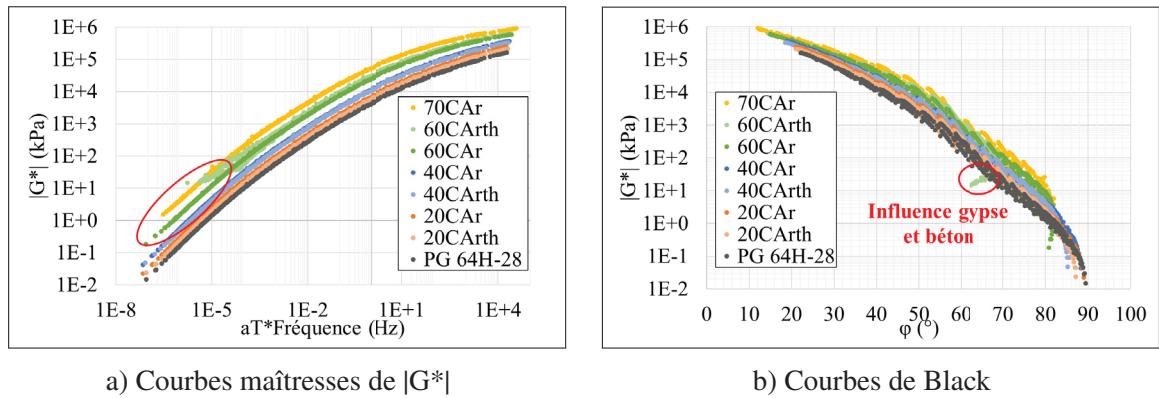


FIGURE 4.42 Comparaison des résultats de DSR des mastics composés de fines du combiné artificiel avec les résultats théoriques

4.5 Points de vigilance

L'objectif de cette partie est d'étudier l'évolution des 3 points de vigilance décrits à la section 4.2.2.3 pour l'ensemble des mastics.

4.5.1 Évolution de l'écart de recollement à 34°C

Pour rappel, l'écart de recollement à 34°C est l'écart observé dans le graphique ($f, |G^*|$) entre les isothermes obtenues à 34°C avec les géométries PP8 et PP25. Les caractéristiques du mastic étant indépendantes de la géométrie des plaques utilisées, les résultats de module complexe à 34°C obtenus selon la géométrie PP8 et PP25 devraient être égaux. En réalité, on observe un écart plus ou moins important entre ces résultats, appelé écart de recollement à 34°C. Afin de pouvoir mieux comprendre l'origine de ces écarts, une étude de leur évolution en fonction du mastic a été réalisée. Pour faciliter la comparaison, on calcule la moyenne des rapports des normes à 34°C mesurés sur la plage de variation de la fréquence, soit 21 répartis entre 0,1 et 10Hz, selon l'équation 4.3.

$$R_{moy \ recol} = \frac{1}{21} \sum_{f=0,1}^{10} \left(\frac{|G^*|(34^\circ\text{C}, f)_{PP8}}{|G^*|(34^\circ\text{C}, f)_{PP25}} \right) \quad (4.3)$$

Avec $R_{moy\ recol}$: le ratio moyen de recollement à 34°C.

Dans le cas où des points de mesure sur les isothermes sont erronés, alors ils sont retirés et la formule est adaptée. La figure 4.43 présente ainsi l'évolution du ratio moyen de recollement à 34°C en fonction du mastic. Un ratio de 1 (ligne rouge) signifie que les deux isothermes sont confondues, ce qui est logiquement attendu.

On remarque tout d'abord une grande variabilité dans les résultats, allant de 0,5 à 1,7. Il est normal d'avoir de légers écarts entre les géométries PP8 et PP25 car il impossible d'assurer que, pour un même mastic, les deux pastilles de tailles différentes aient exactement la même teneur en fines et donc la même rigidité à 34°C. Les écarts mesurés atteignent des valeurs jusqu'à 70%, ce qui est significatif et indique qu'un autre problème est en jeu. Par ailleurs, ce ratio moyen de recollement tend à décroître avec l'augmentation de la teneur en fines. Étant donné que le bitume PG 64H-28 présente également un écart de recollement alors qu'il est exempt de particules fines, cela indique que l'écart observé entre les isothermes à 34°C n'est pas dû l'ajout de fines dans le bitume. D'autres essais avec des bitumes et des mastics devraient être réalisés avec des recollements à la fois à 28°C, 34°C et 40°C. Grâce à ces essais, il serait alors possible de déterminer précisément la cause de cet écart entre les deux géométries. Il serait également intéressant de vérifier si le même phénomène apparaît avec les géométries PP4 et PP8 avec des températures de recollement autour de -14°C.

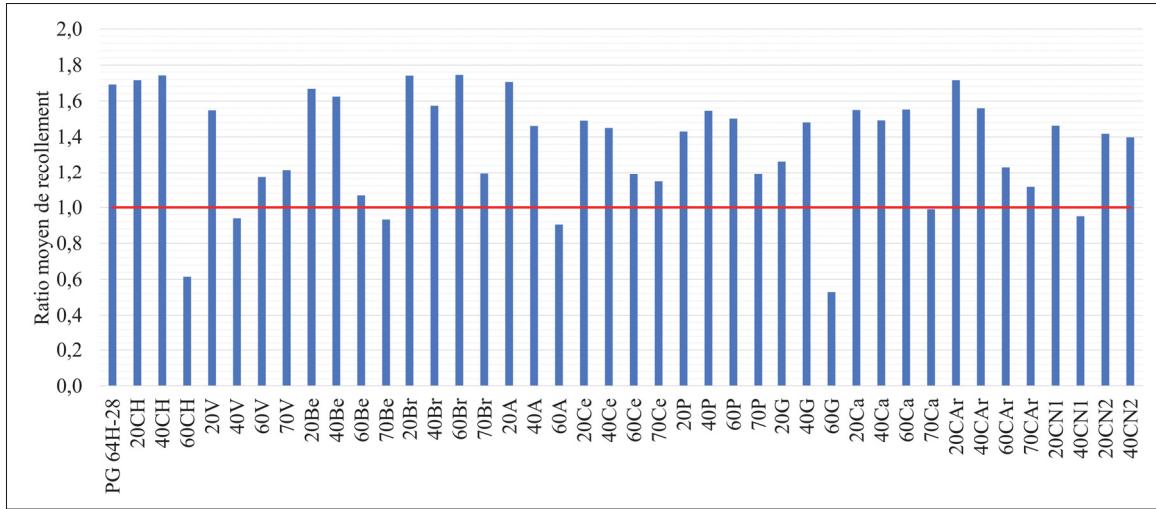


FIGURE 4.43 Ratio moyen de recollement 34°C en fonction du mastic

4.5.2 Évolution de l'écart entre la limite VEL et la distorsion appliquée

L'indice de qualité de la commande (IQC) traduit la capacité du DSR à appliquer à l'échantillon de mastic la distorsion souhaitée qui a été déterminée comme étant la limite du domaine VEL. Plus la valeur de cet indice est proche de zéro, plus le DSR applique une distorsion proche de la commande souhaitée. Réciproquement, plus la valeur est grande, alors plus le DSR applique une distorsion différente de celle souhaitée. De plus, cet indice a été calculé avant et après retrait des points de mesure visiblement erronés qui peuvent apparaître lors de l'essai de cisaillement dynamique. L'indice de qualité de la commande en distorsion du DSR correspond à la moyenne des écarts relatifs entre la limite du domaine VEL et la distorsion réellement appliquée, et est défini selon l'équation 4.4.

$$IQC = \frac{100}{nb_{points}} \left(\sum_{(T,f)} \left(\frac{|VEL_{PP8}(T,f) - Disto_{PP8}(T,f)|}{VEL_{PP8}(T,f)} \right) \right) + \frac{100}{nb_{points}} \left(\sum_{(T,f)} \left(\frac{|VEL_{PP25}(T,f) - Disto_{PP25}(T,f)|}{VEL_{PP25}(T,f)} \right) \right) \quad (4.4)$$

Avec :

IQC : la moyenne des écarts relatifs entre la distorsion appliquée et la limite du domaine VEL déterminée

nb_{points} : le nombre de points de mesure, par défaut 360 sauf en cas de points erronés

VEL_{PP8} (VEL_{PP25}) : la limite du domaine VEL déterminée avec la géométrie PP8 (PP25)

$Disto_{PP8}$ ($Disto_{PP25}$) : la distorsion réellement appliquée par le DSR sur l'échantillon de mastic avec la géométrie PP8 (PP25)

D'après les résultats obtenus (Figure 4.44), il est clair que le retrait manuel des points erronés permet d'améliorer l'IQC, le meilleur exemple étant le mastic 70Ce qui passe d'une moyenne des écarts relatifs de 32% avec un écart-type (barre d'erreur sur la figure) de 421% à une moyenne de 4% avec un écart-type de 12%. Par ailleurs, il est observé que plus la teneur en fines est grande, plus l'apparition de points de mesure pour lesquels la distorsion appliquée ne correspond à celle souhaitée est importante. Cela signifie que plus le mastic est rigide, plus il semble difficile pour le DSR de respecter la commande en distorsion. Enfin, à l'exception de quelques points exceptionnels, on constate que globalement, le DSR suit très précisément la limite VEL choisie, la moyenne des écarts relatifs étant très souvent inférieure à 5% avec un écart-type également de l'ordre de 5%. Ce graphique montre finalement que pour des bitumes purs ou des mastics à faible teneur en fines, le DSR est en mesure d'appliquer précisément la distorsion souhaitée par l'opérateur. En revanche, à mesure que la teneur en fines augmente, il faut faire plus attention quant aux résultats obtenus par le DSR qui atteint progressivement ses limites, quitte à retirer manuellement certains points expérimentaux erronés.

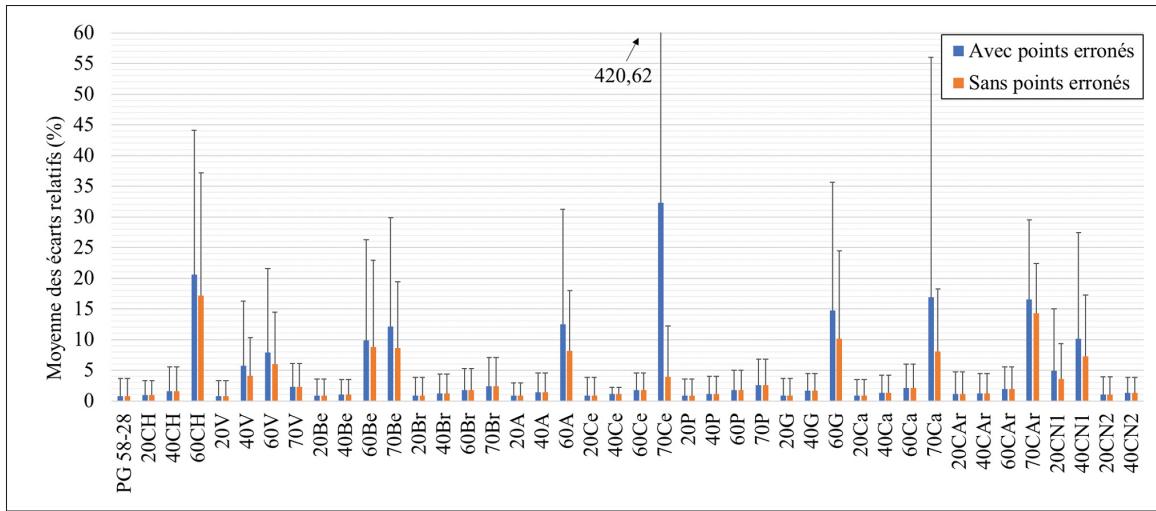


FIGURE 4.44 Moyenne des écarts normalisés entre la limite VEL et la distorsion appliquée en fonction du mastic

4.5.3 Évolution du ratio de contrainte de cisaillement/normale

Le dernier point de vigilance concerne le ratio de la contrainte normale sur la contrainte de cisaillement. Tel que décrit dans la section 4.2.1.3, à mesure que la température du mastic augmente à une même fréquence, le ratio de la contrainte normale appliquée sur la pastille par rapport à la contrainte de cisaillement appliquée augmente également. La figure 4.45 présente ainsi l'évolution de ce ratio en fonction du mastic. D'après cette figure, on retrouve en bleu le pourcentage de points de mesure pour lesquels ce ratio est inférieur à 0,1, ce qui signifie qu'il y a 10 fois plus de contrainte de cisaillement appliquée dans l'échantillon que de contrainte normale. On peut alors considérer que le rapport est entre les deux est suffisamment important pour considérer que l'essai réalisé est bien un essai de cisaillement dynamique. En gris correspond le pourcentage de points pour lesquels ce ratio est compris entre 0,1 et 1. Enfin, en orange, on obtient le pourcentage de points de mesure pour lesquels ce ratio est supérieur à 1, ce qui signifie qu'il y a au minimum autant de contrainte normale que de contrainte de cisaillement. Dans ce cas, il est raisonnable de se demander si l'essai réalisé est bien un essai de cisaillement dynamique ou plutôt un essai de contraintes mixtes composé d'une partie de contrainte normale (traction ou compression) et d'une partie de contrainte de cisaillement.

On remarque que, pour la plupart des mastics, le pourcentage de ratios supérieurs à 1 est inférieur à 10%, ce qui confirme que, pour ces mastics là, l'essai réalisé est un bien un essai de cisaillement dynamique (Figure 4.44). En revanche, on remarque également que plus la teneur en fines augmente, plus le pourcentage de ratios supérieurs à 1% augmente, avec des pics à près de 45% pour certains d'entre eux (60CH, 60Be, 70Be, 70Br, 60G, 40CN1). Cela signifie que plus le mastic est rigide, plus on peut émettre des réserves quant à la fiabilité de l'essai à haute température. Par ailleurs, on remarque que le mastic 70V présente de bons résultats, malgré sa forte concentration en fines de verre. Cela indique bien que c'est la rigidité du mastic qui induit une contrainte résiduelle normale lors de la mise en place de la pastille, plutôt que la concentration en fines dans le mastic. De la même façon, les mastics 40CN1 et 40CN2, qui n'ont pas une forte teneur en fines mais qui sont tout de même très rigides, présentent un fort pourcentage de ratios de contrainte normale sur contrainte de cisaillement supérieurs à 1. Cependant, malgré ces résultats, il est vrai que l'observation des courbes maîtresses, ainsi que des autres courbes, ne laisse rien présager en ce qui concerne la fiabilité de l'essai.

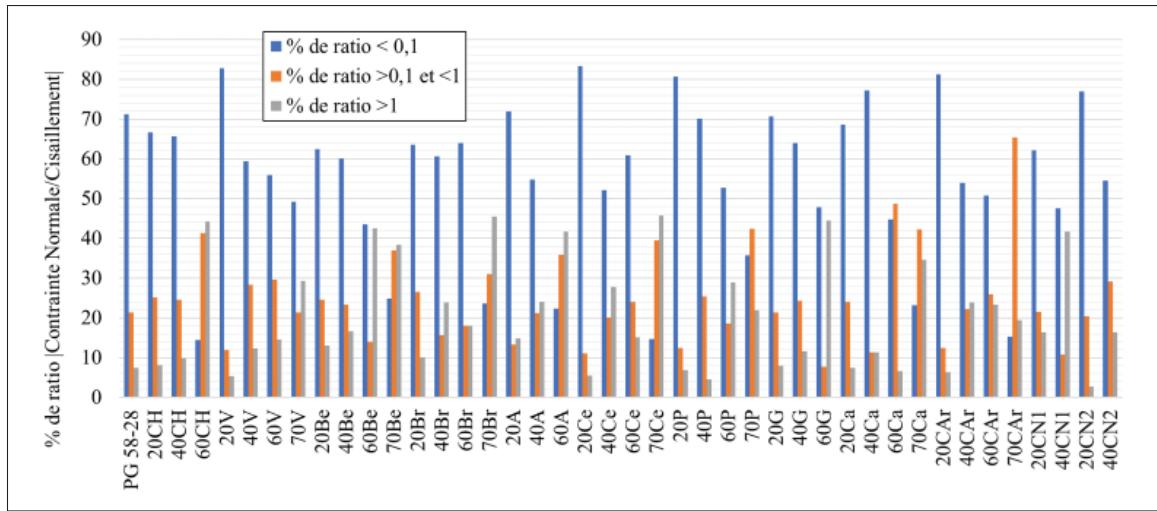


FIGURE 4.45 Évolution des ratios de contrainte normale/contrainte de cisaillement en fonction du mastic

Une des causes possibles à ce phénomène est que, les pastilles de mastic à forte teneur en fines étant plus rigides, l'effort normal résiduel lors de la mise en place et de la compression des

pastilles est plus important. Cela entraîne, à haute température, une augmentation du ratio de contrainte normale/contrainte de cisaillement. Pour vérifier cette hypothèse, il faudrait réaliser plusieurs échantillons pour lesquels la limite du domaine VEL est déterminée à plusieurs températures. En effet, pour cette étude, la limite du domaine VEL n'a été déterminée qu'à (40°C;10Hz) pour l'ensemble de la plage de température liée à la géométrie PP25, soit de 34°C à 82°C. Ce choix a permis de faire un compromis entre la précision de la limite du domaine VEL et la durée des essais. En revanche, il serait intéressant d'étudier l'évolution des ratios de contraintes pour une limite du domaine VEL obtenue à plus haute température, à 70°C par exemple.

4.6 Étude du coefficient de renforcement complexe C_R^*

Le coefficient de renforcement complexe, noté C_R^* , est couramment utilisé pour comparer le pouvoir rigidifiant des fillers sur les mastics. Ce coefficient est indépendant du bitume utilisé et est défini à un couple température-fréquence selon l'équation 4.5.

$$C_R^* = \frac{G_m^*}{G_b^*} = \frac{|G_m^*|}{|G_b^*|} e^{i(\varphi_m - \varphi_b)} = |C_R^*| e^{i\varphi_R} \quad (4.5)$$

Les deux figures 4.46 et 4.47 présentent respectivement la norme et l'angle de phase des coefficients de renforcement complexe déterminés pour chacun des bitumes à (10°C;10Hz). L'utilisation du coefficient de renforcement complexe présente l'avantage de synthétiser les observations faites à partir des courbes maîtresses et des courbes de Black. Il permet notamment de pouvoir comparer plusieurs mastics composés de fines de nature et de teneur différentes. Les graphiques ont pour abscisse la teneur volumique en fines (Tableau-A I-1), car c'est un paramètre plus pertinent que la teneur massique (Rigden, 1947). L'ordre des courbes est globalement celui donné par la légende.

L'objectif principal de cette recherche étant d'étudier le pouvoir rigidifiant des fines de CRD, il est intéressant de voir que les matériaux les plus fins, à savoir le gypse, la chaux hydratée et l'argile, sont ceux qui possèdent le plus grand pouvoir rigidifiant (Figure 4.46). A l'inverse, les matériaux ayant une granulométrie plus grossière, comme le verre, la brique et la porcelaine,

démontrent un effet rigidifiant moins important. Aussi, les combinés naturels 1 et 2 entraînent une rigidification bien plus importante (respectivement environ 3,1 et 3,3 à 20% vol.) que les fines de céramique et du combiné artificiel (respectivement environ 2,0 et 2,6 à 20% vol.) alors que ces 4 matériaux ont une granulométrie similaire. Cela montre une nouvelle fois l'importance de la présence des fibres dans le combiné naturel.

D'autre part, à l'exception des mastics 20V, 40V et 60V, l'ensemble des autres mastics voient une amélioration de leur composante élastique à 10°C;10Hz (Figure 4.47). L'effet est relativement peu prononcé pour des teneurs en fines de l'ordre de 9% volumique, contrairement aux mastics à forte teneur en fines. Les mastics les plus rigides sont d'ailleurs ceux qui voient leur composante élastique la plus améliorée (φ_R atteint -14°C pour le mastic 60G).

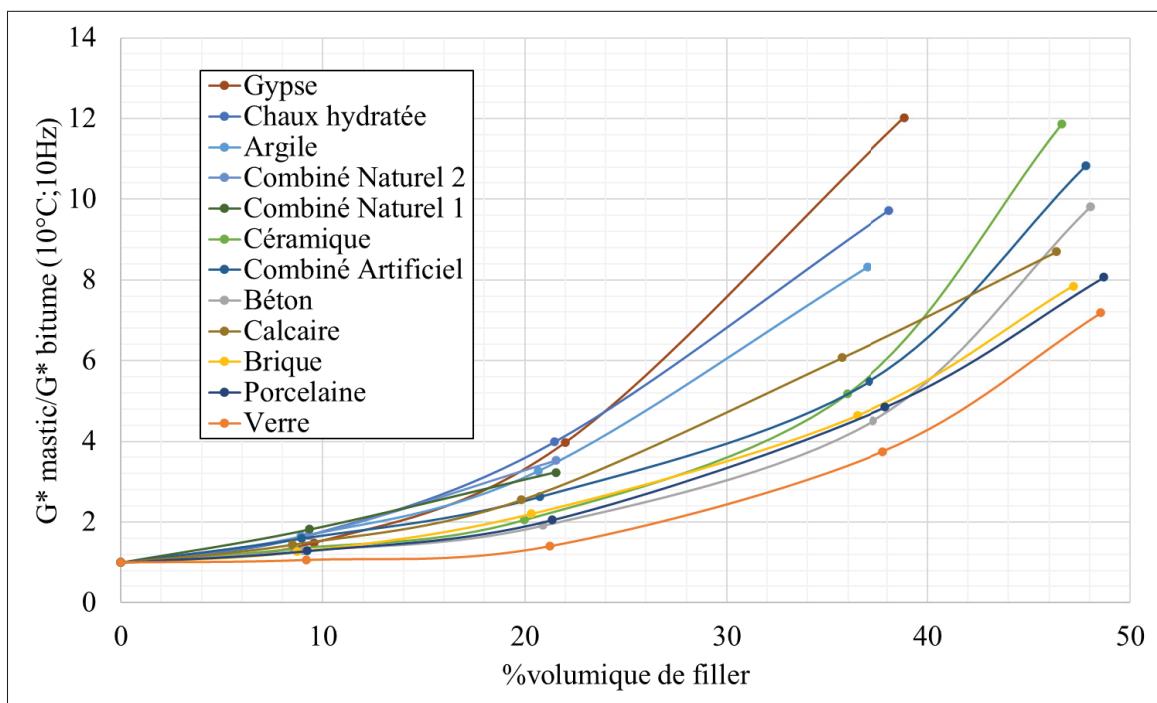


FIGURE 4.46 $|\mathcal{C}_R^*|$ en fonction de la nature et de la teneur en fines (10°C;10Hz)

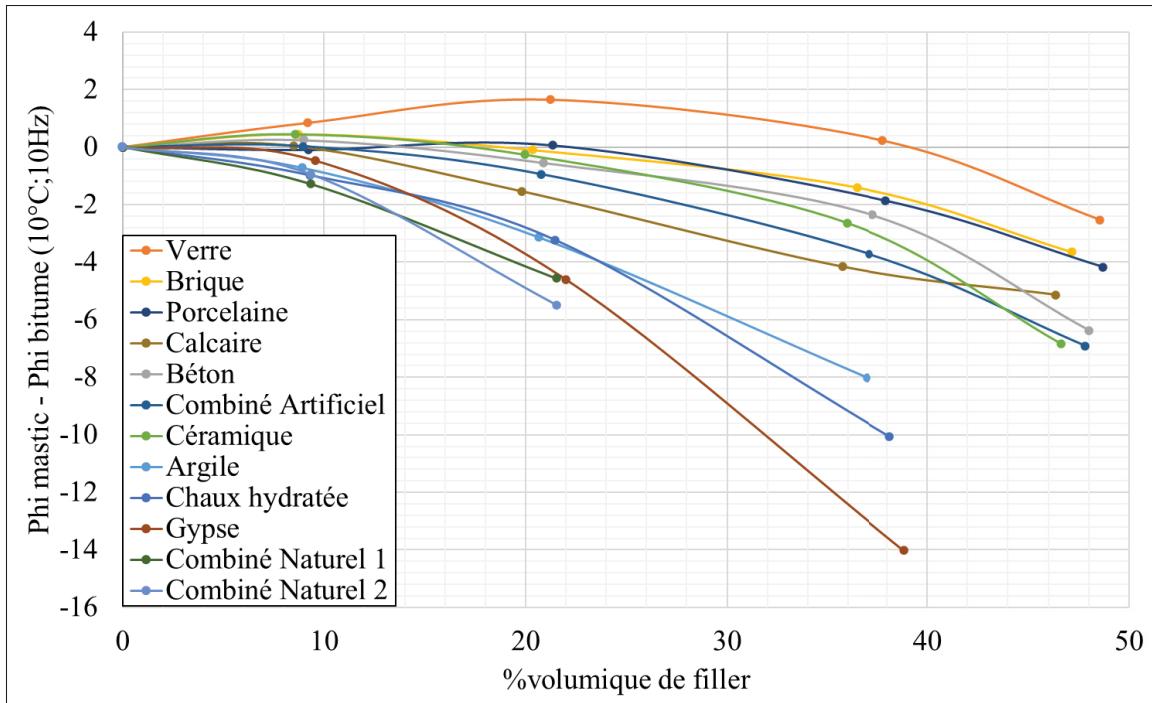
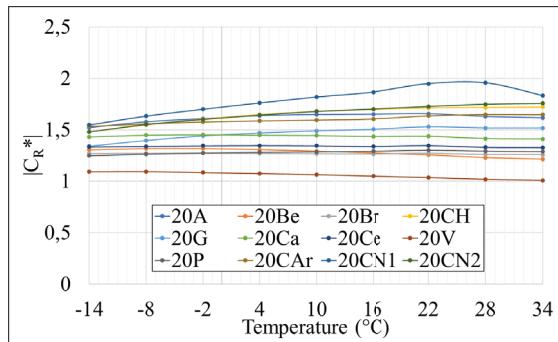


FIGURE 4.47 φ_R en fonction de la nature et de la teneur en fines (10°C;10Hz)

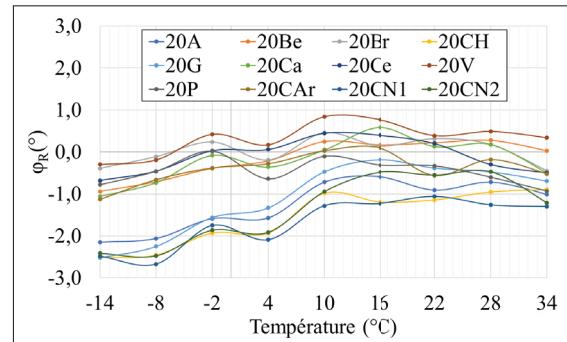
Il est également possible d'étudier le coefficient de renforcement complexe en fixant la fréquence et en faisant varier la température sur une plage donnée afin d'observer l'évolution du coefficient de renforcement complexe. Les figures suivantes présentent donc l'évolution des coefficients $|C_R^*|$ et φ_R pour chacun des mastics sur une plage de température allant de +34°C à -14°C avec une fréquence de sollicitation fixée à 10Hz (Figures 4.48 à 4.51). Ces résultats correspondent donc à ceux obtenus uniquement avec la géométrie PP8. A cause de l'écart de recollement à 34°C, il n'est pas pertinent d'étudier le coefficient de renforcement complexe pour les températures allant de +34°C à +82°C car il y a un saut dans l'évolution du coefficient de renforcement complexe.

D'après ces figures, il ressort clairement que le renforcement des mastics par rapport au bitume de référence est plus prononcé à haute température qu'à basse température bien que, pour les mastics avec 20% de fines (Figure 4.48), l'effet soit relativement constant entre -14°C et +34°C. Par exemple, le mastic 60G passe d'une rigidité 4 supérieure au bitume à -14°C à une rigidité près de 20 fois supérieure au bitume à +34°C (Figure 4.50). A basse température, l'effet des fines est donc moins important comme le montre les courbes qui convergent vers des valeurs

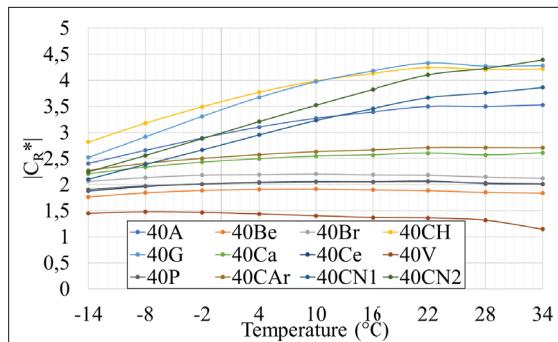
proches à -14°C . Du point de vue de l'évolution de l'angle de C_R^* , il apparaît que une baisse de température entraîne une diminution de φ_R , ce qui veut dire une composante élastique du mastic plus importante que celle du bitume. Cet effet tend à diminuer avec l'augmenter de la température.



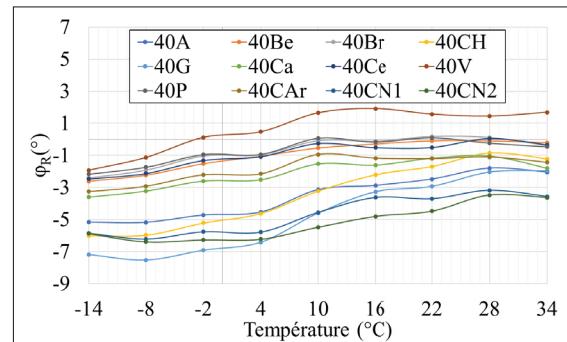
a) Norme



b) Déphasage

FIGURE 4.48 Évolution de C_R^* des mastics avec 20% de fines (-14°C à $+34^{\circ}\text{C}$; 10Hz)

a) Norme



b) Déphasage

FIGURE 4.49 Évolution de C_R^* des mastics avec 40% de fines (-14°C à $+34^{\circ}\text{C}$; 10Hz)

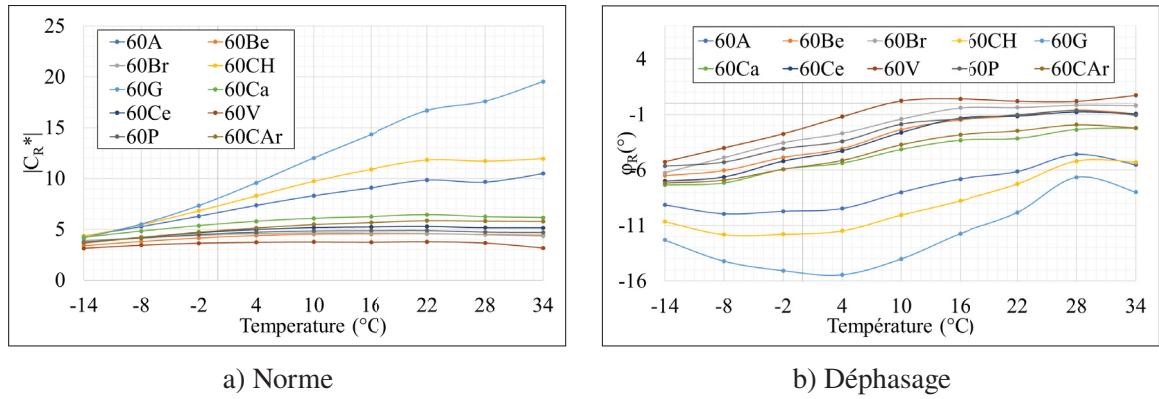


FIGURE 4.50 Évolution de C_R^* des mastics avec 60% de fines (-14°C à +34°C; 10Hz)

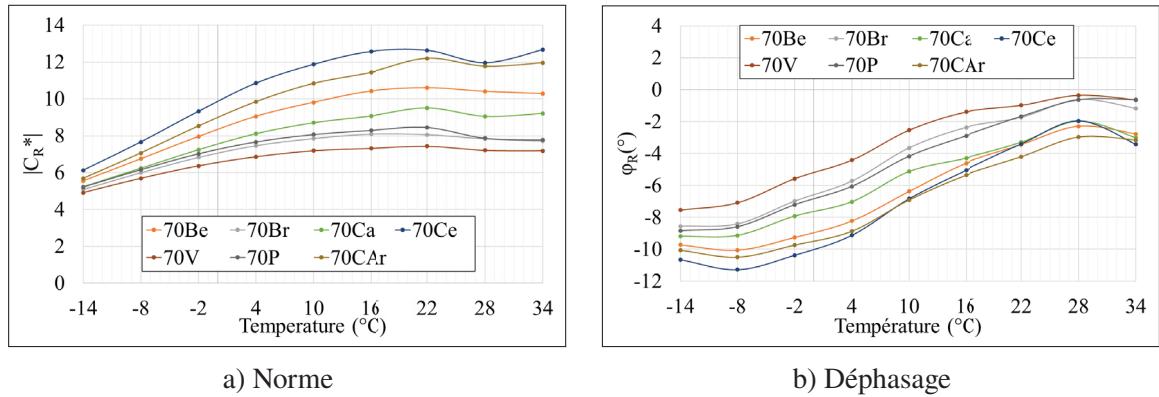


FIGURE 4.51 Évolution de C_R^* des mastics avec 70% de fines (-14°C à +34°C; 10Hz)

4.7 Synthèse des analyses

L'ensemble de ces figures viennent donc compléter et clôturer ce chapitre dédié principalement à l'étude du comportement rhéologique des mastics composés de fines de CRD. Les principaux résultats et analyses détaillés au fil de ce chapitre sont les suivants :

- La teneur en fines et la granulométrie de ces dernières sont les deux principaux paramètres influençant la rigidité et la consistance des mastics. L'augmentation de la teneur en fines et/ou la diminution de la taille des particules entraînent une rigidification du mastic.
- L'ajout de particules fines dans le mastic augmente la composante élastique du module complexe de cisaillement (Figures 4.46 à 4.50).

- Le pouvoir rigidifiant des fines est plus marqué à haute température qu'à basse température (Figures 4.48 à 4.51). Ceci est confirmé par la littérature (Rochlani et al., 2019 ; Daoudi, 2021).
- Les fines de verre montrent une sous-performance par rapport aux autres fines. Bien que le verre de cette étude soit le matériau avec la plus grosse granulométrie, les résultats obtenus montrent que l'interface verre-bitume est de moins bonne qualité, ce qui peut s'expliquer par l'état de surface plus lisse et moins poreux des particules de verre.
- La présence de fibres entraîne une nette amélioration du pouvoir rigidifiant.
- A la manière des enrobés, les mastics peuvent également présenter un comportement élastique à haute température lorsque la concentration en fines entraîne l'apparition d'un squelette granulaire. Ce phénomène mérite d'être étudié plus en détail afin d'expliquer notamment pourquoi le mastic 60Be présente un retour élastique contrairement au mastic 70Be qui n'en présente pas.

CHAPITRE 5

MODÉLISATION DES COMPORTEMENTS RHÉOLOGIQUES

5.1 Étude de différents modèles prédictifs du coefficient de renforcement

5.1.1 Étude d'un modèle prédictif de l'effet rigidifiant des fines de CRD à partir de leurs propriétés

Dans cette partie, une étude de corrélation entre les propriétés des fines et la norme du coefficient de renforcement complexe à (10°C;10Hz) a été réalisée. Ce travail se base sur une étude similaire visant à mettre en avant le lien entre les propriétés des fines et la viscosité des mastics (Faheem et al., 2010). Leur étude a permis de conclure qu'une combinaison linéaire des propriétés des fines et du bitume permettait de prédire la viscosité du mastic avec un R^2 ajusté égal à 71%. En effectuant une démarche similaire mais appliquée au coefficient de renforcement complexe, l'objectif est de s'affranchir des caractéristiques du bitume et de lier directement les propriétés des fines à leur pouvoir rigidifiant. L'utilisation du R^2 ajusté permet de corriger l'exactitude de la modélisation linéaire en tenant compte du nombre de variables utilisées. La valeur du R^2 ajusté est toujours inférieure ou égale à celle du R^2 qui lui tend à surévaluer la qualité de la régression linéaire. La valeur du R^2 ajusté s'obtient à partir de l'équation 5.1.

$$R^2_{\text{ajusté}} = 1 - (1 - R^2) \left(\frac{n - 1}{n - k - 1} \right) \quad (5.1)$$

Avec :

R^2 : le coefficient de corrélation entre deux séries

n : le nombre de points de mesure

k : le nombre de variables utilisées dans la régression

A l'aide du solveur d'Excel, une étude basée sur des régressions linéaires multiples a été réalisée à partir de la méthode des moindres carrés entre les valeurs de $|C_R^*(10°C;10Hz)|_{\text{mesuré}}$ et de $|C_R^*(10°C;10Hz)|_{\text{prédict}}$. Les corrélations entre la mesure et la prédition du coefficient de renforcement complexe sont réalisées pour une même teneur en fines. Pour ce faire, le terme $|C_R^*(10°C;10Hz)|_{\text{prédict}}$ est déterminé comme une combinaison linéaire de 4 variables uniques qui

sont D_{10} , l'indice des vides de Rigden (RV), la valeur au bleu de méthylène (VBM) et le module de finesse (MF) ainsi que de deux variables croisées (RVxVBM et RVxFM) tel que le définit l'équation 5.2.

$$|C_R^*(10C; 10Hz)|_{\text{prédit}} = a_0D_{10} + a_1RV + a_2VBM + a_3MF + a_4RVxVBM + a_5RVxFM \quad (5.2)$$

Avec a_0, \dots, a_5 : les coefficients de la combinaison linéaire minimisés par la méthode des moindres carrés.

Les résultats de cette étude de régression montrent l'importance de la mesure de l'indice des vides de Rigden qui atteint un $R^2_{\text{ajusté}}$ de 0,89 dans le cas de la régression sur les mastics contenant 60% de fines (Tableau 5.1). La combinaison de l'indice des vides avec d'autres variables comme D_{10} ou FM améliore très légèrement la corrélation entre les normes de module de complexe mesurées et prédictes. Par ailleurs, la variable VBM ne permet pas de prédire avec précision la norme de C_R^* . Ceci s'explique d'une part, par la valeur au bleu de méthylène de l'argile qui est extrême en comparaison aux autres fines de CRD et d'autre part, par le fait que certaines fines ont un pH supérieur à 10 ce qui peut amener à une baisse de fiabilité dans les résultats de l'essai. Il est possible de retirer les matériaux dont les résultats à l'essai de VBM ne sont pas fiables, mais le nombre de points de mesure en serait encore diminué (seulement 12 points pour 20%, 12 pour 40%, 10 pour 60% et 7 pour 70%). Il serait donc difficile d'obtenir un bon $R^2_{\text{ajusté}}$ avec uniquement si peu de points de mesure.

TABLEAU 5.1 Corrélation de différentes combinaisons de propriétés des fines de CRD avec leur pouvoir rigidifiant à (10°C;10Hz)

Variables						$R^2_{\text{ajusté}}$			
D₁₀	RV	VBM	FM	RVxVBM	RVxFM	20%	40%	60%	70%
X						0,65	0,63	0,45	0,48
	X					0,57	0,79	0,89	0,09
		X				0,00	-0,03	-0,03	-0,18
			X			0,41	0,72	0,79	0,25
				X		-0,05	-0,10	0,15	-0,11
					X	0,02	-0,03	-0,04	-0,20
	X			X		0,41	0,86	0,93	-0,02
	X				X	0,53	0,77	0,87	-0,13
X	X					0,29	0,81	0,89	0,10
	X	X				0,53	0,77	0,87	-0,10
	X		X			0,34	0,79	0,90	-0,14
X	X	X				0,21	0,79	0,87	-0,12
	X	X	X			0,30	0,77	0,89	-0,47
X	X		X			0,49	0,79	0,88	0,18
X	X	X	X			0,56	0,76	0,86	0,12

Les figures 5.1 et 5.2 présentent les résultats prédictifs obtenus selon les 4 teneurs en fines avec pour seule variable RV. Il est important de préciser que, comme certains mastics n'ont pas pu être confectionnés avec des fortes teneurs en fines, le nombre de points expérimentaux pour chaque graphique iso-teneur est relativement faible. Par exemple, il n'y a que 7 points de mesure pour les mastics contenant 70% de fines, ce qui implique que le $R^2_{\text{ajusté}}$ peut être très faible dans ce cas là. D'après ces figures, il est clair que l'indice de Rigden ne permet pas de prédire parfaitement le pouvoir rigidifiant des fines de CRD mais cette propriété des fines reste néanmoins en première approche relativement fiable et très prometteuse.

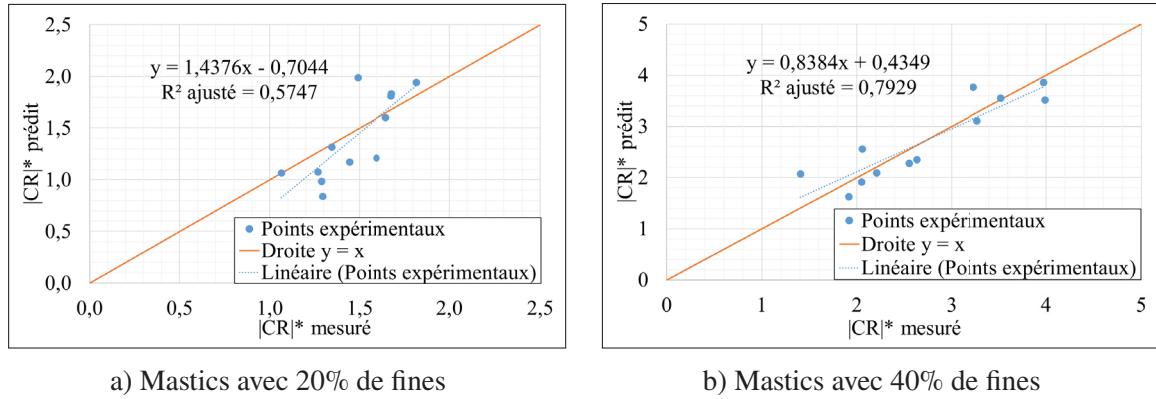


FIGURE 5.1 Résultats prédictifs de $|C_R^*(10^\circ\text{C}, 10\text{Hz})|$ avec pour unique variable RV (Partie 1)

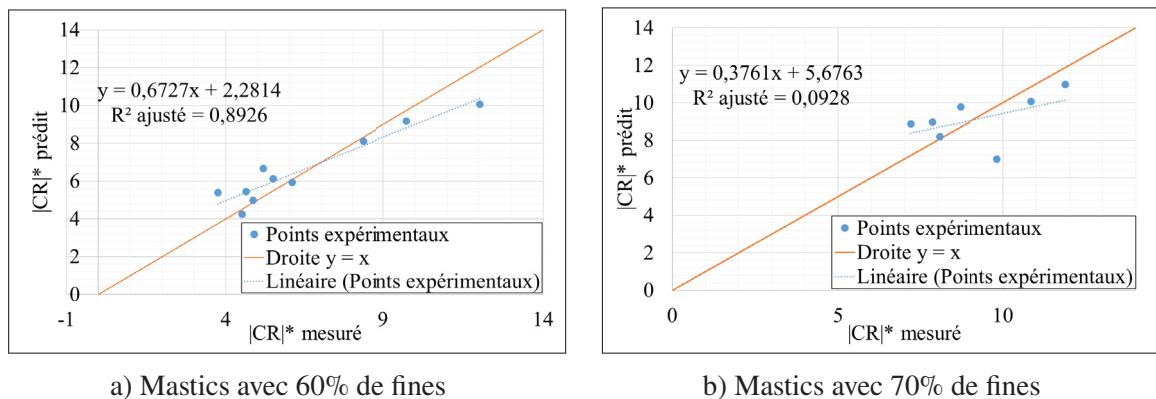


FIGURE 5.2 Résultats prédictifs de $|C_R^*(10^\circ\text{C}, 10\text{Hz})|$ avec pour unique variable RV (Partie 2)

5.1.2 Validation du modèle $|C_R^*| = (a + bX^2)^2$

Dans la littérature, plusieurs modèles prédictifs de la rigidité des mastics en fonction de leur teneur en fines ont été proposés (Faheem et Bahia, 2009 ; Robati et al. 2015). Il a été observé que le modèle qui présente le plus haut taux de corrélation avec les résultats de modules complexes est une parabole du type :

$$Y = (a + bX^2)^2 \quad (5.3)$$

Avec :

$$Y = |C_R^*(T, f)|$$

X : la concentration volumique en fines dans le mastic

a et b : deux constantes telles que a est l'ordonnée à l'origine et b la pente de la parabole

Il est raisonnable de considérer a = 1 car, lorsqu'il n'y a pas de fines dans le bitume, la norme du coefficient complexe de renforcement est égale à 1. Ainsi, après simplification, on obtient finalement le modèle suivant :

$$Y = (1 + bX^2)^2 \quad (5.4)$$

A l'aide du solveur d'Excel, il a été déterminé chacun des coefficients b propre à chaque fines de CRD qui permettait la meilleure corrélation entre les points expérimentaux et le modèle prédictif (Figure 5.3 et Tableau 5.2). D'après les différentes sous-figures, il semble que le modèle est précis pour la prédire les $|C_R^*(10^\circ\text{C}, 10\text{Hz})|$ des mastics. Néanmoins, des écarts relativement significatifs dans le cas des combinés naturels 1 et 2 peuvent être observés. Ces écarts peuvent s'expliquer d'un part par le faible nombre de points utilisés mais également par la présence de fibres qui induit une sur-performance des mesures par rapport à la modélisation.

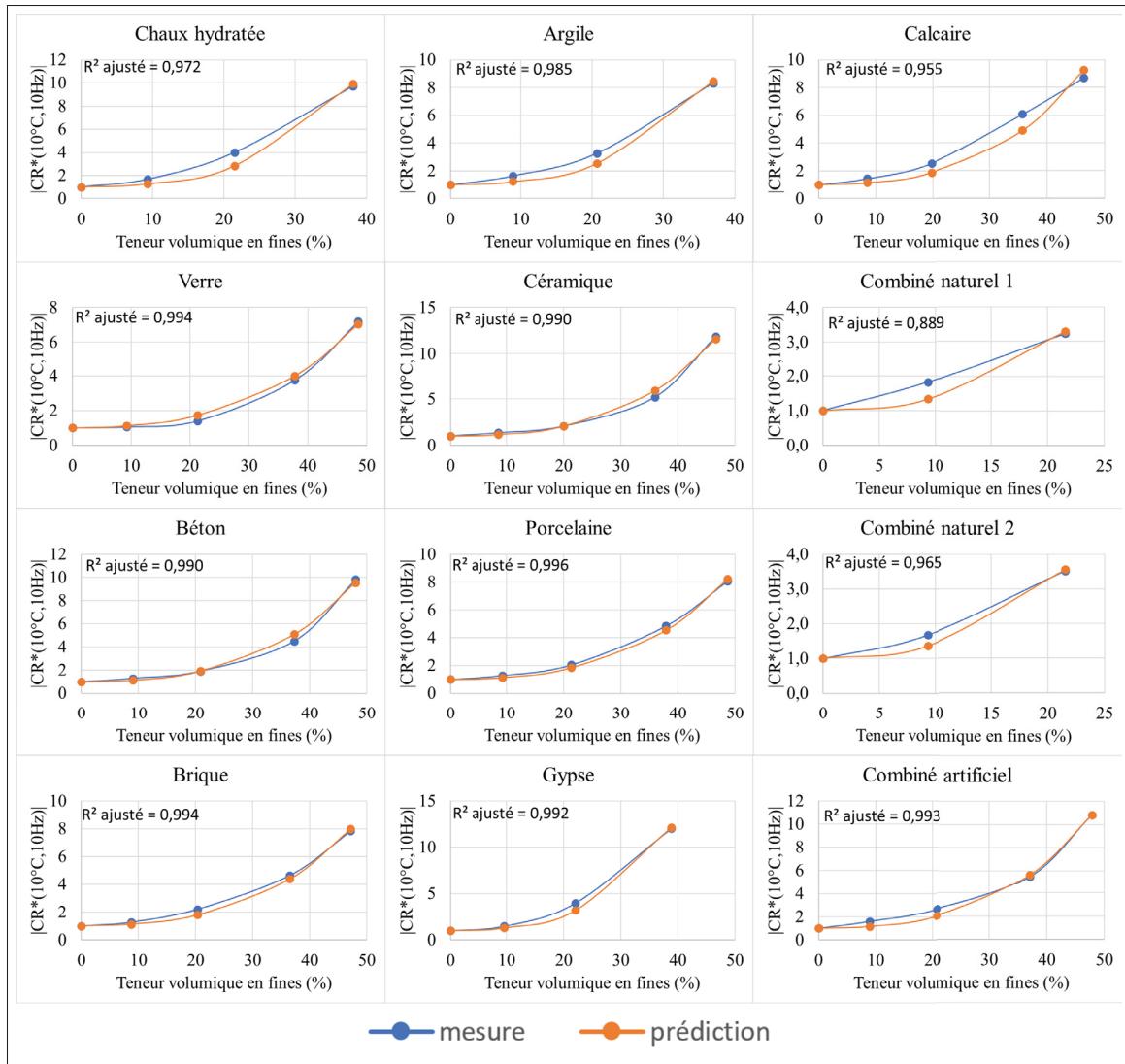


FIGURE 5.3 Détermination des coefficients b propres à chacune des fines de CRD

TABLEAU 5.2 Coefficient b des fines de CRD
et coefficient de corrélation

Matériaux	Coefficient b	R ² ajusté
Béton	0,000906	0,990
Chaux hydratée	0,001482	0,972
Verre	0,000701	0,994
Porcelaine	0,000787	0,996
Céramique	0,001104	0,990
Brique	0,000821	0,994
Gypse	0,001730	0,992
Argile	0,001396	0,985
Calcaire	0,000951	0,955
Combiné artificiel	0,001001	0,993
Combiné naturel 1	0,001756	0,889
Combiné naturel 2	0,001913	0,965

La figure 5.4 présente la corrélation entre le modèle prédictif appliqué à chaque matériau avec le coefficient b déterminé précédemment et les points de mesure expérimentaux. On constate que le taux de corrélation est de 0,986 ce qui prouve que le modèle permet de prédire précisément la rigidité des mastics. Les points sont également très regroupés dans la zone délimitée par les deux lignes en pointillés gris correspondant à la droite d'équation $y=x \pm 1$ écart-type, avec un écart-type ayant pour valeur 0,44.

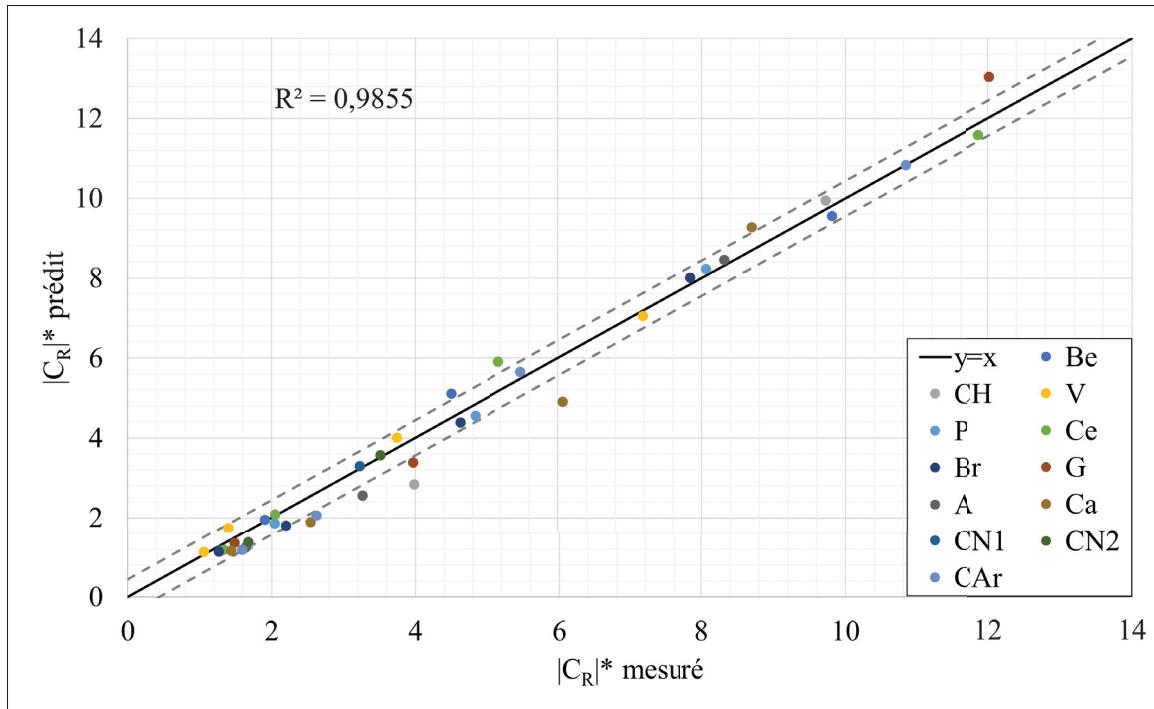


FIGURE 5.4 Étude de corrélation avec le modèle prédictif du type $Y = (1+bX^2)^2$

Une fois le modèle validé, une nouvelle et dernière étude de corrélation a été réalisée entre les propriétés des fines et la constante b qui leur est propre. L'étude initiale effectuée dans la section 5.1.1 a montré qu'il existait un lien plus ou moins fort entre les propriétés des fines et leur pouvoir rigidifiant mais cette étude prenait en compte la teneur en fines dans les mastics. Avec cette deuxième étude basée sur le modèle $Y = (1+bX^2)^2$, nous avons vu que la détermination du coefficient b permet de prédire avec précision le pouvoir rigidifiant des fines pour une température et une fréquence donnée. Par ailleurs, étant donné que l'effet des fines est plus ou moins important en fonction de la température et de la fréquence, il serait intéressant de vérifier que ce résultat est vérifié pour d'autres points de mesure. L'objectif de cette dernière étude de corrélation est de déterminer le lien de corrélation du coefficient b avec les propriétés des fines. De cette manière, il serait possible de prédire relativement précisément la rigidité du mastic uniquement à partir des propriétés des fines.

Le tableau 5.3 présente ainsi les résultats de corrélation entre les propriétés des fines et le coefficient b . Pour cette étude, 8 variables uniques et 2 croisées ont été utilisées. A l'issue de

ce travail, l'analyse de corrélation a été relancée en retirant les points de mesure liés aux fines d'argile (à cause de la grande VBM de l'argile due à sa structure en feuillets) et en ne gardant que les variables les plus prometteuses, à savoir D_{10} , RV, VBM et FM (Tableau 5.4).

TABLEAU 5.3 Corrélation entre les propriétés des fines et le coefficient b (avec argile)

Densité	D_{10}	RV	VBM	MF	Cu	Cc	pH	RVxFM	RVxVBM	$R^2_{\text{ajusté}}$
		X								0,883
	X	X								0,878
	X	X		X						0,875
		X					X			0,873
X		X								0,870
		X	X							0,869
		X							X	0,869
	X	X	X							0,863
		X						X		0,863
		X		X						0,862
	X	X	X	X						0,858
		X	X	X						0,846
X	X	X	X	X						0,828
		X								0,445
				X						0,356
X										0,261
					X					0,117
						X				0,072
							X			0,046
								X		-0,041
			X							-0,050
					X					-0,099

TABLEAU 5.4 Corrélation entre les propriétés des fines et le coefficient b (sans argile)

Dx(10)	RV	VBM	MF	R ² ajusté
X	X	X	X	0,920
	X	X		0,904
X	X	X		0,899
	X	X	X	0,891
	X			0,879
X	X			0,873
	X		X	0,857
		X		0,725
X				0,428
			X	0,360

L'ensemble de ces résultats permet de conclure sur les points suivants :

- Le modèle $|C_R^*| = (1+bX^2)^2$ permet de prédire avec précision le pouvoir rigidifiant des fines dans un mastic avec, dans le cas de cette étude, un taux de corrélation global de 0,986.
- La constante b, qui traduit la pente de la parabole issue du modèle, est propre à chaque matériau. C'est une constante déterminée à (10°C ; 10Hz) qui permet de déterminer le pouvoir rigidifiant des fines de CRD en fonction de la concentration volumique en fines des mastics.
- Le retrait de l'analyse de certains matériaux ayant des caractéristiques extrêmes, telle que la valeur au bleu de méthylène pour l'argile, permet d'améliorer grandement la corrélation entre les propriétés des fines et la constante b.
- Une combinaison des propriétés D₁₀, RV, VBM et MF permet d'obtenir un taux de corrélation de 0,920 avec la constante b et donc avec le pouvoir rigidifiant des fines.
- D'autres paramètres liés à la granulométrie des fines, comme le coefficient d'étalement C_u, n'ont que peu d'influence sur le pouvoir rigidifiant des fines (R² ajusté de -0,099 pour C_u). Cela est confirmé par la littérature (Delaporte, 2006).

- La très bonne corrélation entre l'indice des vides de Rigden et la constante b permet d'aider dans le choix des essais à réaliser en priorité sur les matériaux. En effet, il est préférable de réaliser un essai de Rigden afin de prédire le pouvoir rigidifiant des fines. De plus, cet essai est rapide, demande peu d'équipement et comporte peu de sources d'erreurs, contrairement à un essai au bleu de méthylène par exemple.

5.2 Modélisation 2S2P1D

L'objectif de cette partie est de modéliser le comportement rhéologique du bitume et des mastics à partir du modèle 2S2P1D qui est décrit dans la section 1.5.4. Pour ce faire, une méthode de calibration est expliquée sur l'exemple du bitume puis des critères de qualité concernant la calibration du modèle sont décrits. Ensuite, un modèle 2S2P1D est appliqué à chacun des mastics et une analyse de ces modèles est réalisée. Enfin, la bonne calibration des modèles 2S2P1D des mastics est étudiée ainsi que la variation des différents paramètres du modèle. Pour rappel, le modèle 2S2P1D est défini par l'équation 5.5.

$$G^*(\omega) = G_0 + \frac{G_\infty - G_0}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (5.5)$$

Pour calibrer ce modèle sur les résultats de module complexe du bitume, il faut déterminer 7 paramètres constants. Habituellement, pour calibrer ces 7 paramètres, on se base principalement sur deux graphiques : le diagramme de Black et le plan Cole-Cole. Grâce à ces graphiques, on peut déterminer ces 7 constantes de la façon suivante :

- G_0 : Dans Cole-Cole, module asymptotique quand $\omega \rightarrow 0$
- G_∞ : Dans Cole-Cole, module asymptotique quand $\omega \rightarrow \infty$
- h et k : Dans Cole-Cole, respectivement les pentes initiales et finales de la courbe
- β : Dans Black, permet d'ajuster l'allure de la courbe pour les hautes températures
- δ : Dans Black, permet d'ajuster l'allure de la courbe pour les basses températures
- τ : Dans Black ou Cole-Cole, permet de translater les résultats dans la plage de fréquences

Cette méthode de calibration est, à la manière de la construction des courbes maitresses, sujette à critiques car elle est subjective et basée sur l'appréciation visuelle de l'opérateur. De plus, elle est réalisée manuellement, ce qui peut être fastidieux dans le cadre d'une étude composée de nombreux bitumes et/ou mastics. Ainsi, une méthode de calibration basée sur le solveur d'Excel a été utilisée afin de déterminer les constantes du modèle 2S2P1D. Cette méthode est expliquée en détail sur le cas du bitume PG 64H-28 puis appliquée directement sur l'ensemble des mastics.

5.2.1 Méthode de calibration du modèle appliquée au PG 64H-28

La méthode de calibration manuelle expliquée précédemment repose en réalité sur le calibrage visuel du modèle 2S2P1D sur les quatre graphiques qui représentent la courbe de la norme du module, la courbe de déphasage, la courbe de Black et la courbe Cole-Cole. Compte tenu du fait qu'il faille calibrer 42 modèles 2S2P1D en tout, il a été décidé de mettre en place une méthode permettant de déterminer automatiquement les paramètres de chaque modèle. Pour ce faire, le solveur d'Excel a été utilisé afin de calibrer les 7 paramètres du modèle en utilisant la méthode des moindres carrés. Bien que relativement simple et rapide à mettre en place, cette méthode ne permet de calibrer le modèle que sur un seul graphique à la fois. La méthode pour calibrer automatiquement le modèle est identique à celle pratiquée manuelle. Par exemple, la calibration du modèle 2S2P1D selon le graphique de la norme vise à minimiser l'écart entre les points expérimentaux et le modèle en prenant en compte l'échelle logarithmique. Ainsi, pour savoir selon quel graphique (norme, phase, Black ou Cole-Cole) il valait mieux calibrer le modèle, le modèle a été calibré selon chacun des quatre graphiques indépendamment puis affiché sur les trois autres graphiques restants. L'étude des quatre calibrations doit mener au choix de la meilleure méthode pour calibrer le modèle 2S2P1D.

Une fois les quatre processus de calibration réalisés, on constate que les courbes des modèles 2S2P1D calibrés selon les quatre graphiques ne sont pas identiques (Figures 5.5 à 5.8). En effet, les calibrations selon le graphique de norme du module complexe de cisaillement, de déphasage et de Black sont très similaires tandis que la calibration selon Cole-Cole est très différente. La calibration du modèle 2S2P1D selon les résultats de l'essai de cisaillement dynamique du bitume PG 64H-28 présentés dans le plan Cole-Cole entraîne des écarts importants entre le

modèle et les mesures dans les trois autres graphiques. Cela s'explique par le fait que le plan Cole-Cole n'est pas logarithmique ni semi-logarithmique contrairement aux autres graphiques. Il n'est donc pas approprié pour calibrer le modèle dans les faibles fréquences avec une méthode des moindres carrés. Ce constat indique qu'en première approche, la calibration du modèle selon le graphique Cole-Cole n'est pas la plus pertinente. En revanche, si la représentation des résultats est affichée dans un graphique Cole-Cole en échelles logarithmiques, la calibration qui en résulterait serait différente.

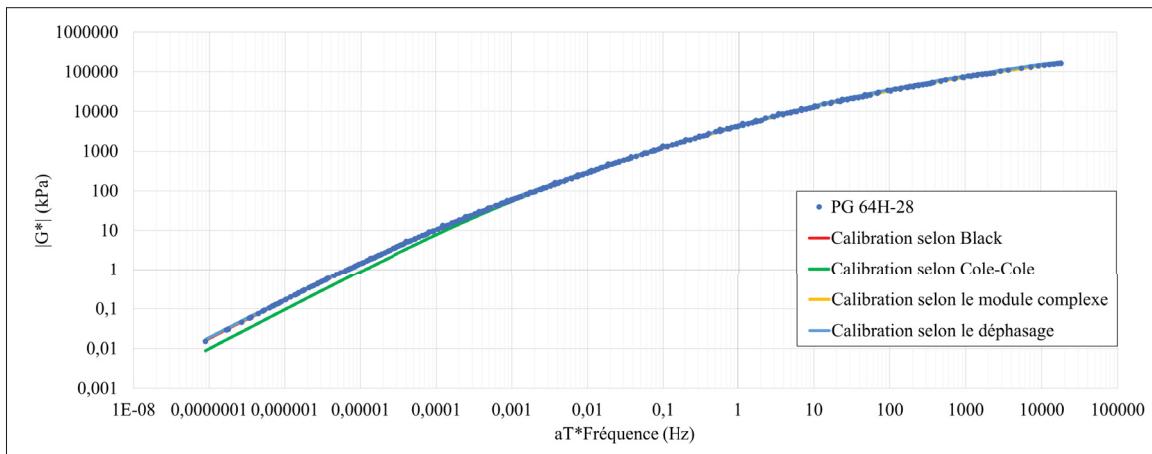


FIGURE 5.5 Modèles 2S2P1D des courbes maitresses de la norme de G^* du PG 64H-28 selon les quatre calibrations

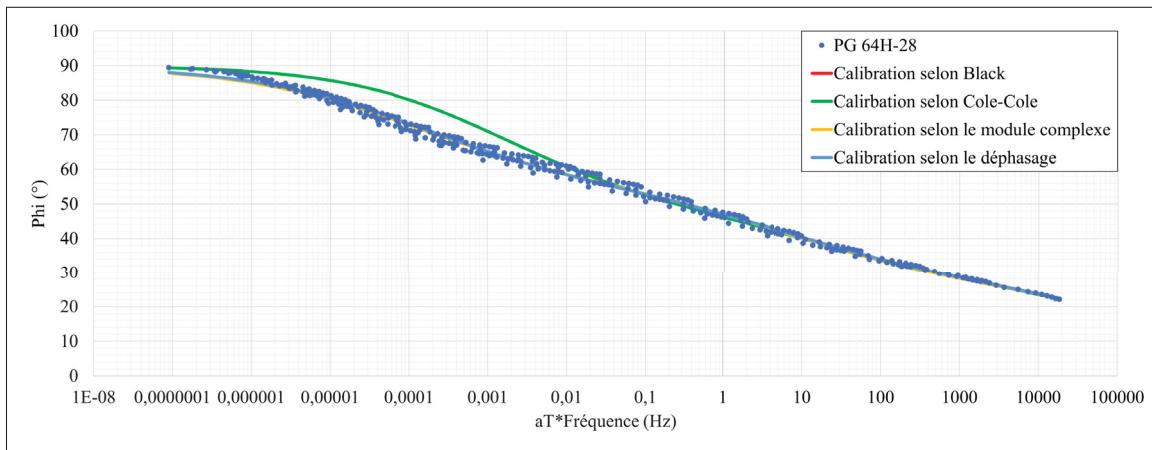


FIGURE 5.6 Modèles 2S2P1D des courbes maitresses de la phase de G^* du PG 64H-28 selon les quatre calibrations

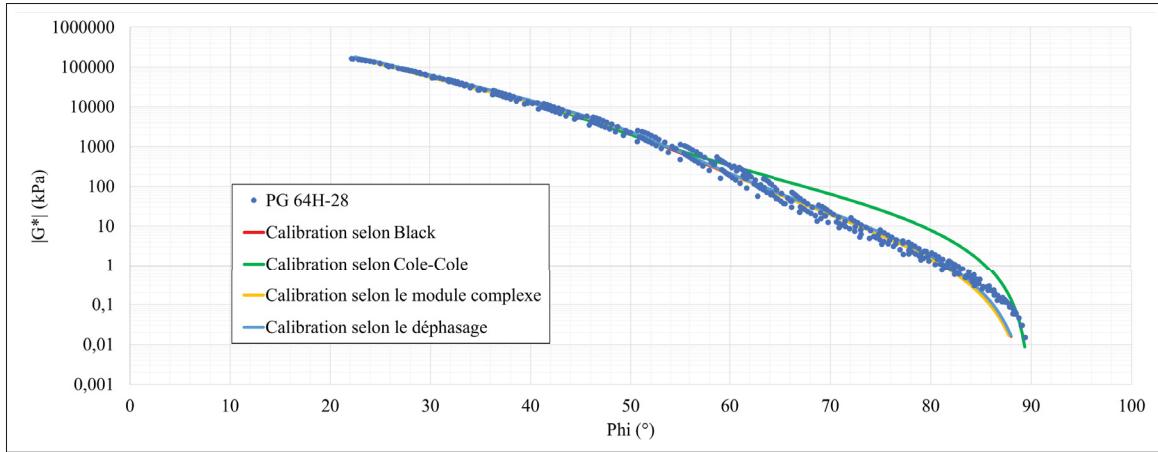


FIGURE 5.7 Modèles 2S2P1D des courbes de Black du PG 64H-28 selon les quatre calibrations

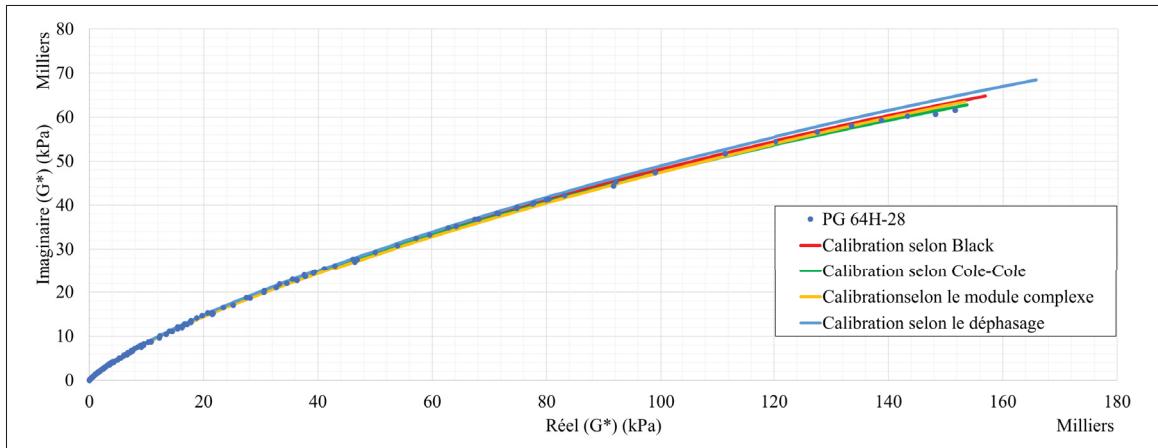


FIGURE 5.8 Modèles 2S2P1D des courbes Cole-Cole du PG 64H-28 selon les quatre calibrations

On constate que les valeurs coefficients des quatre calibrations des modèles 2S2P1D sont très similaires voire identiques parfois, ce qui explique pourquoi visuellement les écarts entre les courbes sont assez minimes (Tableau 5.5). Ainsi, l'observation visuelle des différentes méthodes de calibration ne permet pas à elle seule de valider l'une de ces méthodes en tant que méthode à appliquer sur l'ensemble des mastics. Il faut donc utiliser d'autres critères permettant de juger la qualité de la calibration indépendamment de l'appréciation visuelle afin de choisir la meilleure méthode de calibration parmi les quatre présentées.

TABLEAU 5.5 Paramètres du modèle 2S2P1D selon les quatre méthodes de calibration

Méthode de calibration	Norme du module complexe	Déphasage	Black	Cole-Cole
k	0,30	0,28	0,30	0,29
h	0,62	0,58	0,62	0,63
G_∞ (MPa)	744	786	786	793
G₀ (kPa)	0	0	0	0
τ	7,85E-5	3,80E-5	7,82E-5	7,65E-5
β	512	529	513	515
δ	6,27	5,21	6,27	6,91

5.2.2 Étude des critères de qualité de la calibration

Il est possible de définir différents critères de qualité de la calibration afin d'aider dans le choix d'une méthode de calibration. Les indicateurs de qualité de calibration couramment utilisés sont les suivants (Yusoff et al., 2012) :

- Ratio d'erreur standard d'estimation et de déviation :

$$S_e = \sqrt{\frac{\sum(Y - \hat{Y})^2}{(n - q)}} \quad (5.6)$$

et

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum(Y - \bar{Y})^2}{(n - 1)}} \quad (5.7)$$

où Y est la mesure de |G*|, \hat{Y} est la valeur prédictive de |G*|, \bar{Y} est la moyenne des mesures de |G*|, n est la taille de l'échantillon et q le nombre de variables indépendantes dans le modèle. Une faible valeur du ratio S_e/S_y indique une bonne corrélation entre le modèle et les points expérimentaux.

- Coefficient de détermination R^2 :

$$R^2 = 1 - \frac{(n - q)}{(n - 1)} \left(\frac{S_e}{S_y} \right)^2 \quad (5.8)$$

avec les paramètres tels que définis précédemment. Un $R^2 = 1$ indique une calibration parfaite. Les critères de qualité de calibration pour R^2 et S_e/S_y sont donnés dans le tableau suivant :

TABLEAU 5.6 Critères de qualité de la calibration du modèle

Critères	R^2	S_e/S_y
Excellente	$\geq 0,90$	$\leq 0,35$
Bonne	0,70 - 0,89	0,36 - 0,55
Correct	0,40 - 0,69	0,56 - 0,75
Mauvaise	0,20 - 0,39	0,76 - 0,89
Médiocre	$\leq 0,19$	$\geq 0,90$

- Ratio de divergence :

$$r_i = \frac{|G^*|_p}{|G^*|_m} \quad (5.9)$$

où $|G^*|_p$ et $|G^*|_m$ sont respectivement les modules complexes prédicts et mesurés pour un couple (T,f). L'indice i se rapporte au point de mesure. Dans le cas d'une calibration parfaite, $r_i = 1$.

- Erreur normalisée moyenne :

$$ENM = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{|G^*|_m - |G^*|_p}{|G^*|_p} \right| \quad (5.10)$$

où N est le nombre total de points expérimentaux. Pour une calibration parfaite entre le modèle et les mesures, ENM = 0.

- Déviation géométrique moyenne :

$$DGM = \left(\prod_{i=1}^N \tilde{R}_i \right) \quad (5.11)$$

$$\tilde{R}_i = \begin{cases} |G^*|_p / |G^*|_m & \text{si } |G^*|_p \geq |G^*|_m \\ |G^*|_m / |G^*|_p & \text{si } |G^*|_p < |G^*|_m \end{cases} \quad (5.12)$$

où $DGM = 1$ indique une calibration parfaite.

L'ensemble de ces indicateurs de qualité de calibration ont été calculés selon les quatre calibrations effectuées précédemment. Les tableaux 5.7 et 5.8 présentent les valeurs de ces indicateurs déterminés sur les graphiques de la norme du module complexe et du déphasage.

TABLEAU 5.7 Indicateurs de calibration du modèle
2S2P1D sur la norme de G^* selon les quatre
méthodes de calibration

NORME	S_e/S_y	R^2	DGM	EMN (%)
Black	0,02851	0,999	5346	2,41
Cole-Cole	0,01763	0,999	5,20E+29	23,74
Norme	0,01795	0,999	1390	2,02
Déphasage	0,08621	0,992	6,98E+07	4,87

TABLEAU 5.8 Indicateurs de calibration du modèle
2S2P1D sur la phase de G^* selon les quatre
méthodes de calibration

DÉPHASAGE	S_e/S_y	R^2	DGM	EMN (%)
Black	0,10604	0,989	13274	2,64
Cole-Cole	0,24367	0,942	6,41E+07	4,83
Norme	0,10595	0,989	14674	2,68
Déphasage	0,10605	0,989	13281	2,64

Ces résultats viennent confirmer les premières observations réalisées directement sur les figures 5.5 à 5.8. La calibration du modèle 2S2P1D selon le graphique Cole-Cole donne de mauvais indicateurs de qualité de calibration et ce, à la fois sur le graphique de la norme du module complexe de cisaillement et que sur le graphique du déphasage. D'autre part, on remarque logiquement que la calibration selon la norme du module donne les meilleurs indicateurs de calibration sur le graphique de la norme du module, et réciproquement pour la calibration selon le déphasage. Néanmoins, on remarque que la calibration selon le déphasage est moins précise pour la prédition de la norme que la calibration selon Black. De la même façon, la calibration selon la norme est légèrement moins précise pour la prédition du déphasage que la la calibration selon Black.

Ainsi, d'après tous ces résultats, il ressort que la meilleure méthode pour calibrer le modèle 2S2P1D sur les résultats du PG 64H-28 à l'essai de cisaillement dynamique est de se baser sur le graphique de Black. Avec cette calibration, l'écart normalisé moyen entre le modèle et les résultats expérimentaux est alors de 2,41% pour la prédition du module complexe et de 2,64% pour la prédition du déphasage (Figure 5.9). La calibration du modèle selon le graphique de Black est d'autant plus encouragée que, à la manière de la construction des courbes maitresses, la courbe de Black correspond directement aux mesures brutes obtenues par le DSR (norme du module complexe et déphasage).

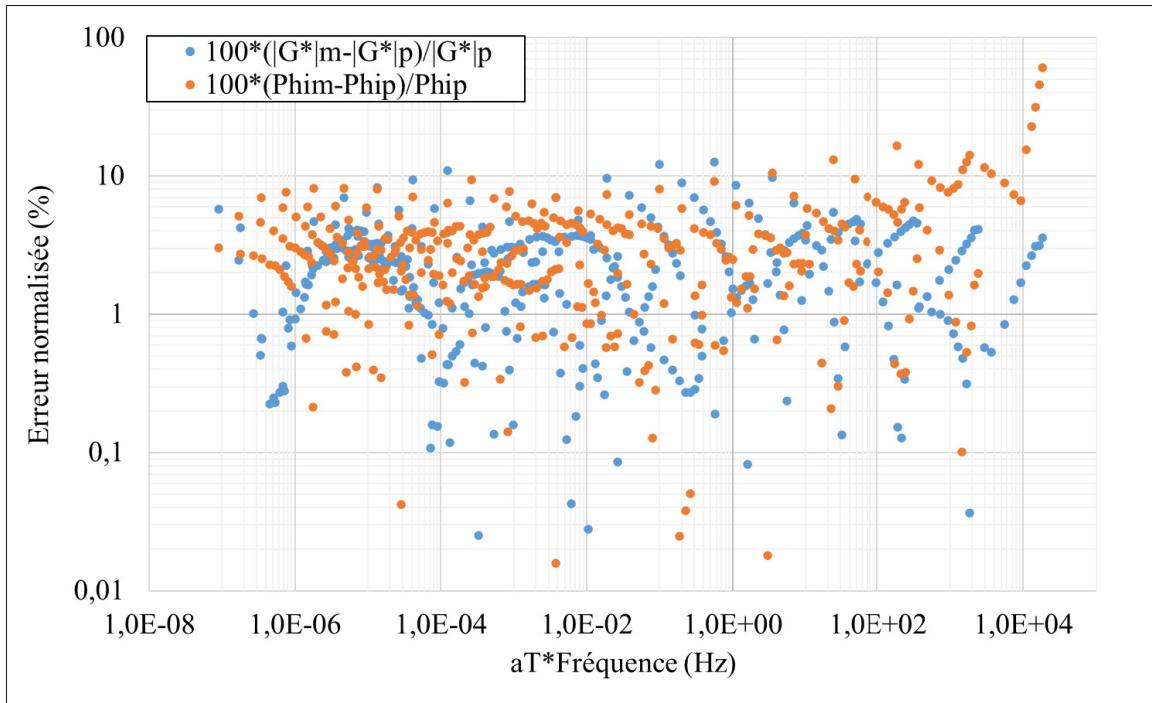


FIGURE 5.9 Écart normalisé entre le modèle 2S2P1D et les points expérimentaux du PG 58-58 selon la calibration Black

5.2.3 Application de la méthode de calibration à l'ensemble des mastics

Les figures 5.10 à 5.17 présentent les modèles 2S2P1D propres à chacun des mastics, appliqués sur les courbes maitresses de la norme du module complexe et sur les courbes de Black. Les modèles sont définis sur une plage de fréquence plus large, de 1E-9 Hz à 1E+5 Hz afin de pouvoir observer plus facilement leurs asymptotes en hautes et basses fréquences. Aussi, pour limiter le nombre de figures, les mastics sont regroupés selon leur teneur massique en fines.

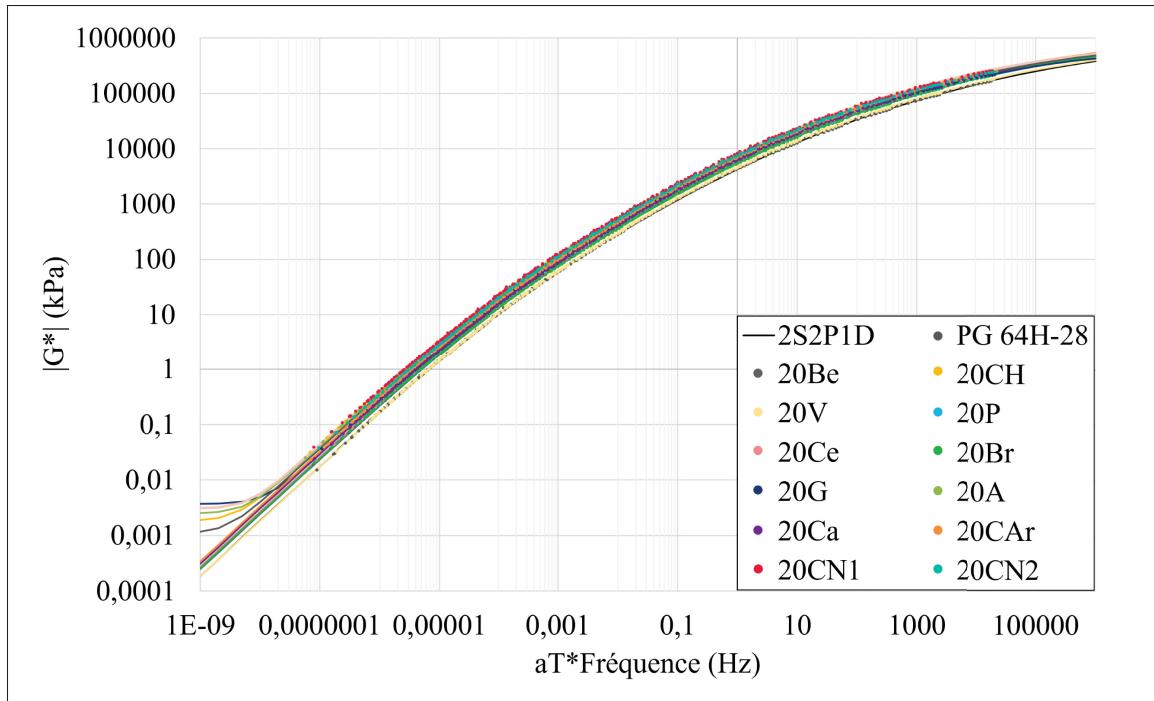


FIGURE 5.10 CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 20% de fines

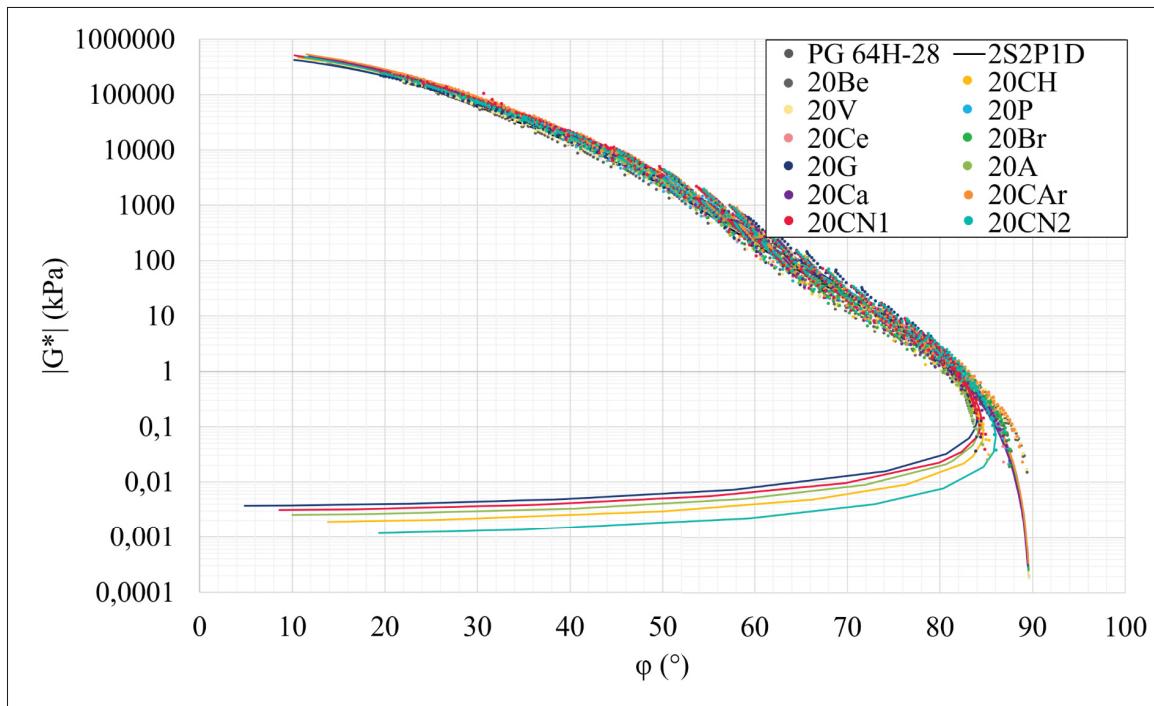


FIGURE 5.11 Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 20% de fines

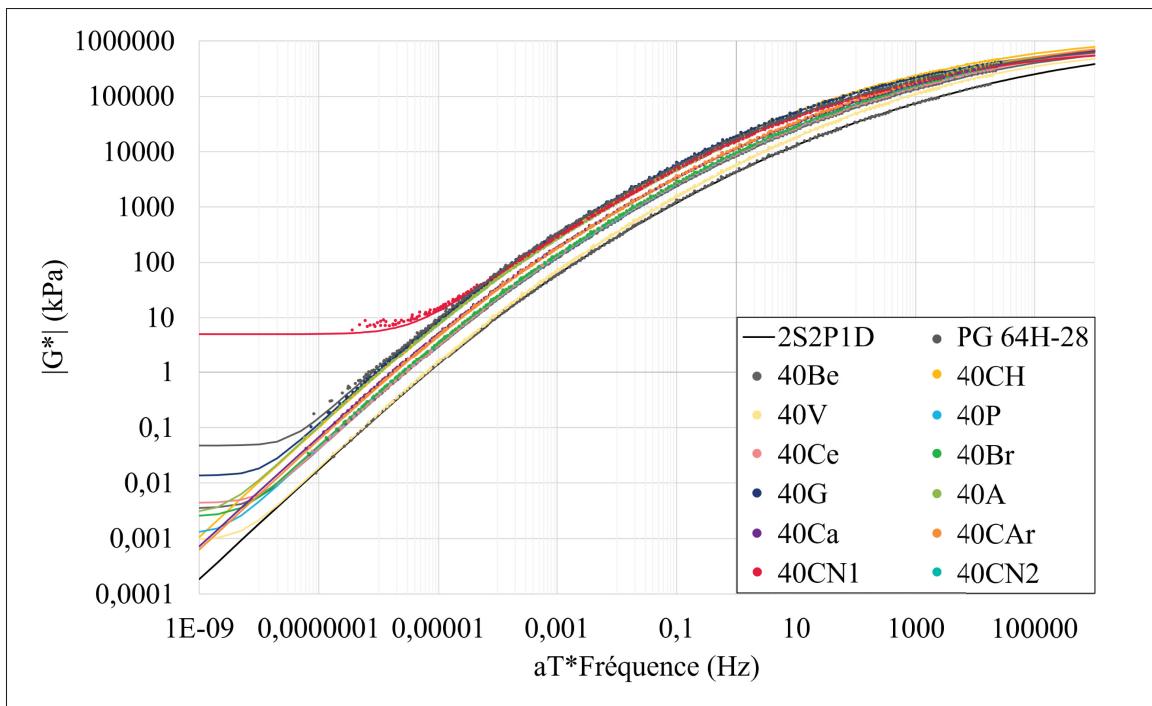


FIGURE 5.12 CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 40% de fines

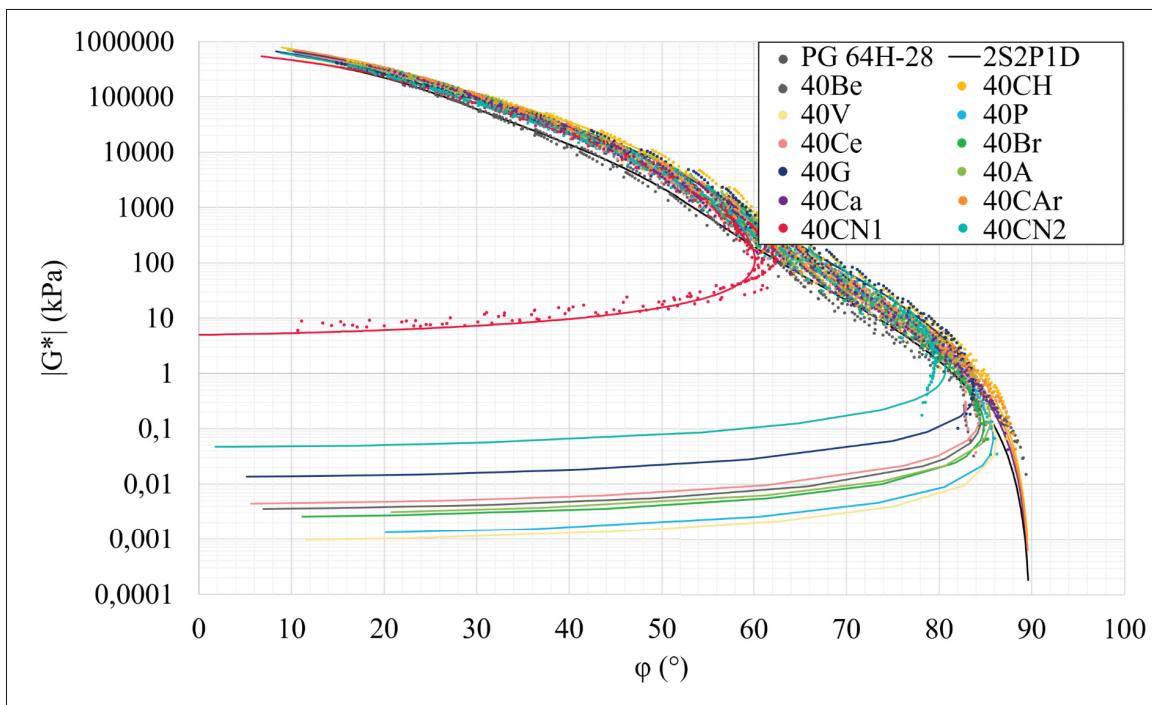


FIGURE 5.13 Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 40% de fines

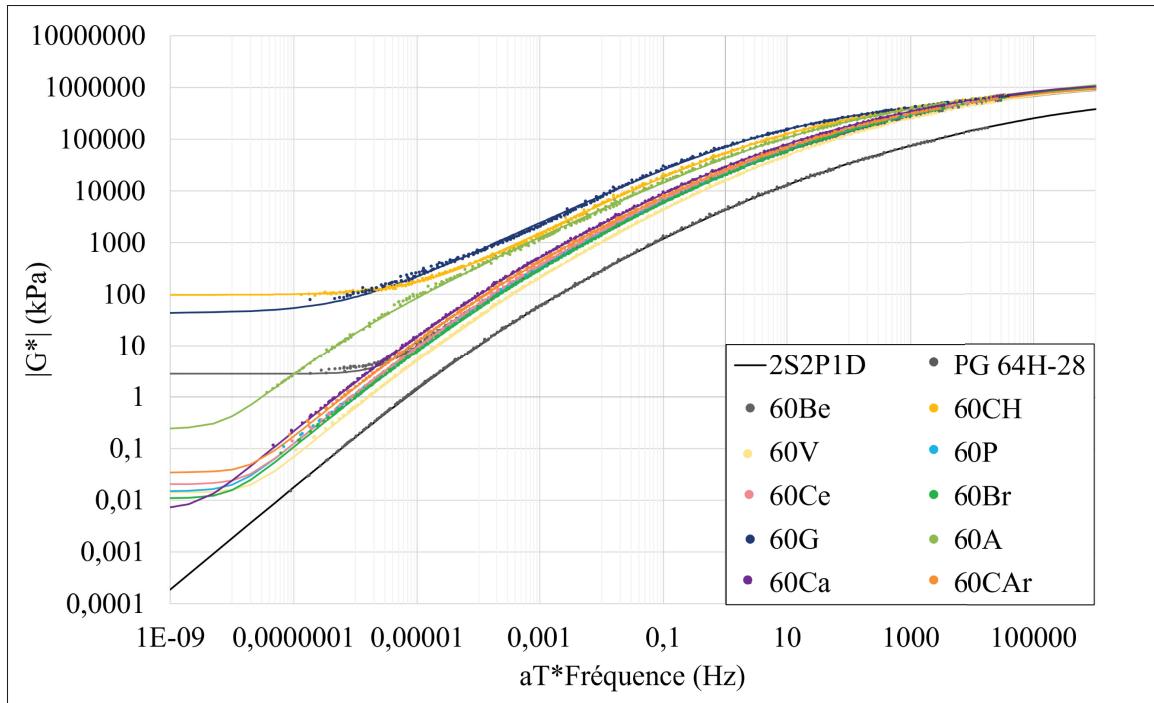


FIGURE 5.14 CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 60% de fines

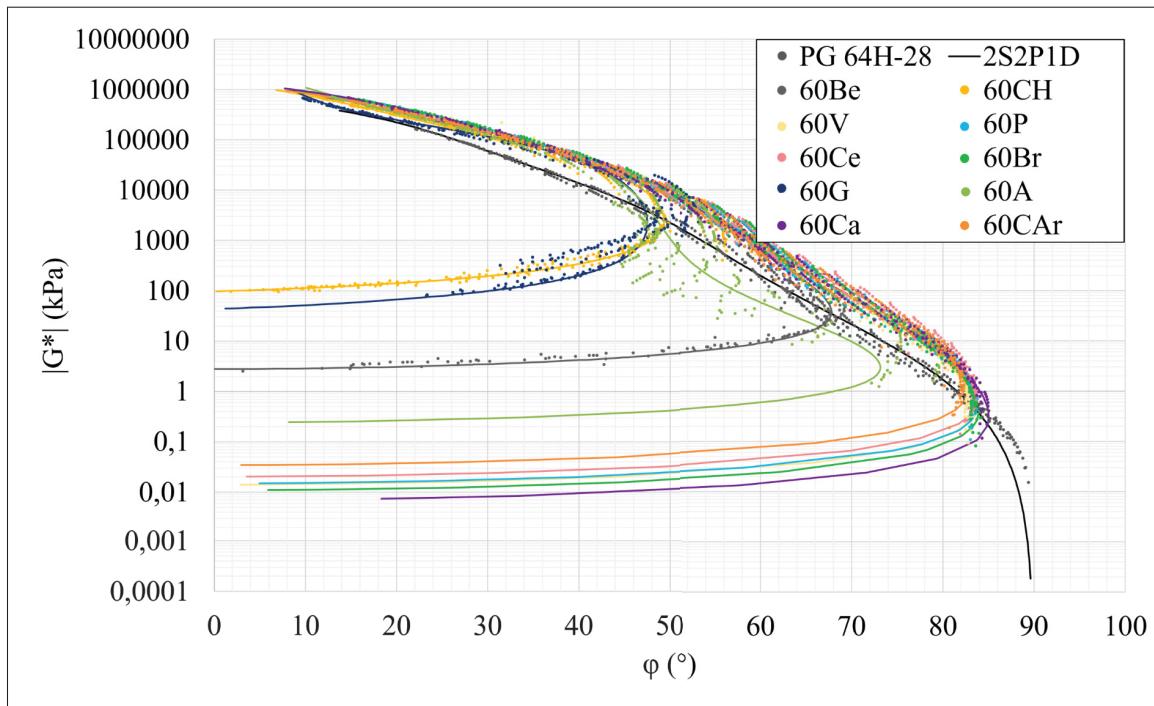


FIGURE 5.15 Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 60% de fines

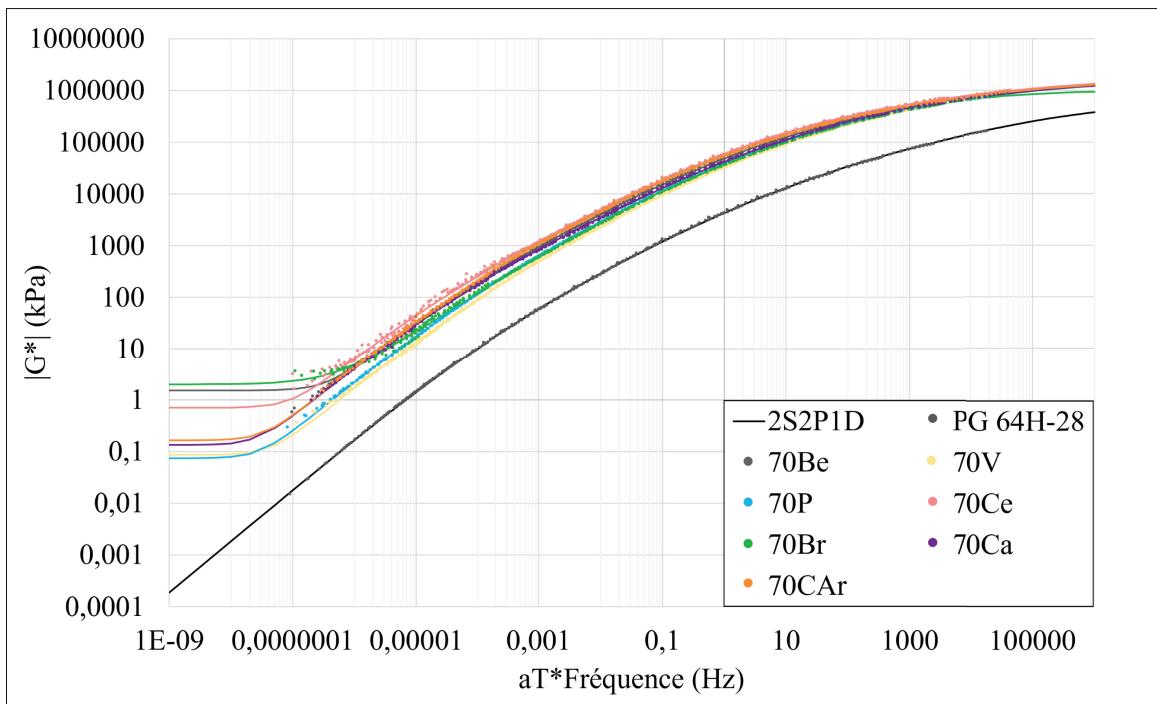


FIGURE 5.16 CM des modèles 2S2P1D des mastics avec 70% de fines

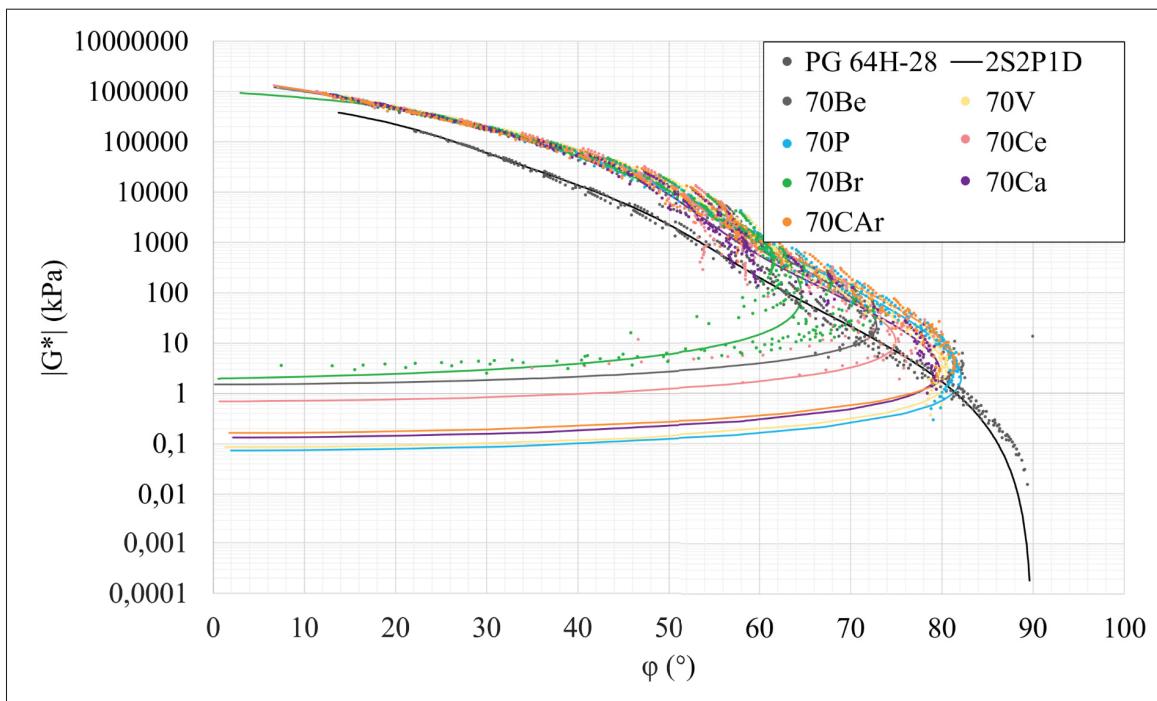


FIGURE 5.17 Courbes de Black des modèles 2S2P1D des mastics avec 70% de fines

Premièrement, l'observation de ces 42 modèles montre que la modélisation du comportement rhéologique des mastics par des modèles 2S2P1D est pertinente car il est clair que les modèles sont globalement très fidèles aux points expérimentaux. Un point particulier concernant la qualité de la calibration de l'ensemble des modèles est développé dans la prochaine section.

Par ailleurs, il est étonnant d'observer pour de nombreux modèles la prédiction d'un retour élastique à haute température et ce, même avec 20% de teneur en fines. En effet, comme précisé précédemment, la présence d'un retour élastique à haute température ($G_0 > 0$) est liée à la présence d'un squelette granulaire. Or, ce squelette granulaire apparaît avec la diminution de la distance entre les particules fines, et donc avec l'augmentation de la teneur en fines. Il est donc surprenant d'observer un tel phénomène avec de faibles teneurs en fines, de l'ordre de 9% volumique. Lors de la calibration des 7 paramètres du modèle, il peut être fait le choix de fixer $G_0 = 0$ afin de guider le solveur dans son calcul. Ici, les différentes paramètres du modèle n'ont pas été contraints lors de leur calibration afin de vérifier G_0 tendait bien vers 0 kPa pour les mastics à faible teneur en fines ou non. Pour vérifier s'il est vrai que les coefficients G_0 de certains mastics à faible teneur en fines sont supérieurs à 0 kPa, il faudrait étudier ces mastics à des températures supérieures à 82°C et ainsi vérifier si la prédiction est avérée. En réalité, il est plus probable que ce soit un biais lié à l'optimisation numérique ce qui indique qu'il faut tout de même garder un regard attentif quant aux résultats que l'on peut obtenir avec une calibration automatisée des modèles 2S2P1D.

5.2.4 Étude de la qualité de calibration des modèles 2S2P1D

Pour s'assurer de la bonne calibration des modèles rhéologiques 2S2P1D, les indicateurs de calibrations définis précédemment à la section 5.2.2 ont été calculés pour chacun des mastics pour les courbes maîtresses de module complexe et d'angle de phase. Parmi ces 4 indicateurs (S_e/S_y , R^2 , DGM et ENM), seul l'écart normalisé moyen a été retenu pour étudier la calibration des modèles. En effet, les deux premiers, S_e/S_y et R^2 , ne présentent pas assez de variation pour apprécier correctement les différences entre certains modèles très bien calibrés et d'autres moins bien calibrés. Ces deux indicateurs ne sont donc pas recommandés dans cette étude afin d'assurer la qualité des calibrations des modèles 2S2P1D.

Aussi, l'utilisation de la déviation moyenne géométrique n'est pas pertinente dans le cas d'échantillons n'ayant pas le même nombre de points de mesures. En effet, si un échantillon, composé de 100 points expérimentaux, est différent en tout point de 1% par rapport au modèle 2S2P1D, alors $DGM = 1,01^{100} = 2,70$. En revanche, si un autre échantillon présente également un écart en tout point de 1% avec le modèle mais qu'il est composé de 360 points expérimentaux, alors $DGM = 1,01^{360} = 35,95$. Étant donné que les mastics n'ont pas tous le même nombre de points de mesure car certains points erronés ont été retirés manuellement de l'étude, alors l'utilisation de la déviation géométrique n'est pas préconisée.

Finalement, on utilise la moyenne des écarts normalisés qui permet de bien rendre compte de la bonne ou mauvaise calibration des modèles 2S2P1D. Ainsi, il ressort que la calibration des modèles 2S2P1D est très précise car la grande majorité des modèles présentent un écart normalisé moyen de 2,5% (5% avec l'écart-type), pour les modules de rigidité des mastics (Figure 5.18). On note également que la calibration du déphasage est légèrement moins bonne, avec un écart normalisé moyen de 5% (10% avec l'écart-type). Cela s'explique par la présence d'un bruit expérimental et d'une mesure de la phase moins précise de la part du DSR. Aussi, on remarque que la calibration des modèles 2S2P1D tend à décroître, autant pour le module de rigidité que pour le déphasage, avec l'augmentation de la teneur en fines. Par ailleurs, il apparaît que des pics atteignent 10 à 15% d'écarts normalisés moyens pour les mastics présentant un retour élastique franc, comme les mastics 60CH, 60Be, 70Br et 40CN1. Il s'agit là encore d'un biais lié à l'optimisation numérique automatisée. L'ordinateur n'est pas capable de pondérer l'importance de certains points par rapport aux autres donc c'est une minimisation globale qui peut engendrer des erreurs plus importantes localement. C'est un phénomène qu'il est plus facile à maîtriser lors d'une calibration manuelle. Enfin, on remarque que la modélisation 2S2P1D est robuste car même pour des mastics présentant un comportement très particulier à haute température comme les mastics 60A et 70Ce, les modèles sont tout de même relativement bien calibrés.

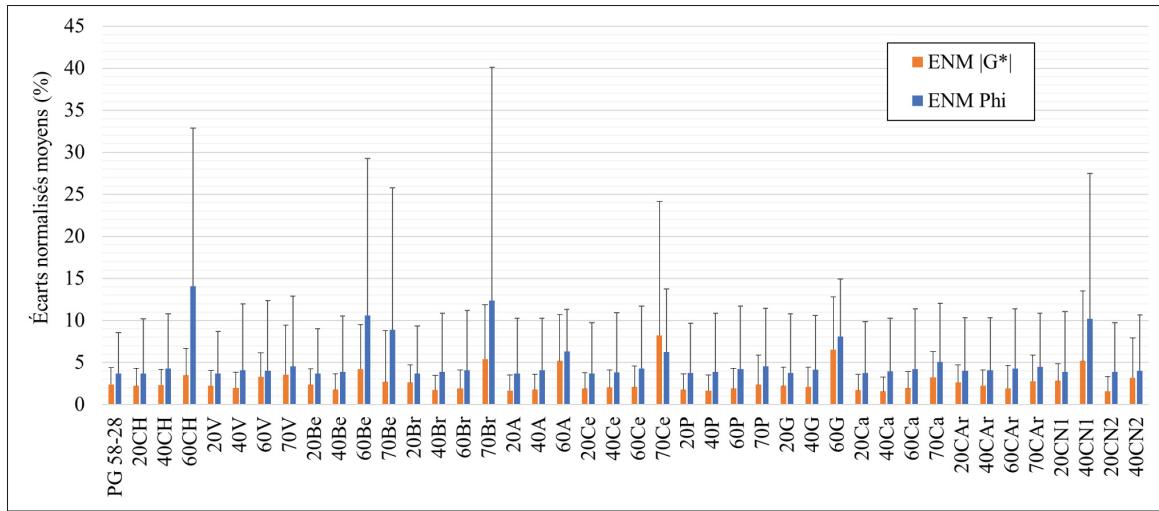


FIGURE 5.18 Évolution de l'écart normalisé moyen entre le modèle 2S2P1D et les résultats expérimentaux pour chacun des mastics

5.2.5 Variation des coefficients du modèle 2S2P1D

Il est intéressant d'étudier la variation des sept coefficients du modèle 2S2P1D car d'après la littérature, l'augmentation de la teneur en fines est supposée provoquer uniquement une translation verticale des courbes maîtresses des mastics par rapport à celle du bitume. Cela se traduit par le fait que les coefficients h , k , β et δ sont constants car dépendants uniquement du bitume et que les coefficients G_0 , G_∞ et τ sont les seuls qui sont variants. En effet, les quatre premiers sont uniquement liés à l'allure de la courbe tandis que les trois autres représentent respectivement les asymptotes à basses et hautes fréquences ainsi que le temps caractéristique. L'ensemble des sept paramètres des modèles 2S2P1D de chaque mastic est donné dans l'Annexe IV (Tableau-A IV-1 et IV-2).

Les figures 5.19 et 5.20 présentent ainsi l'évolution des quatre premiers paramètres supposés invariant pour chaque mastic. D'après ces graphiques, on constate que les coefficients h , k et δ ont une variation relativement faible puisque leurs coefficients de variation sont respectivement de 12,8%, 4,9% et 15,8%. Le cas du paramètre β est plus délicat car comme le montre la figure 5.20, la calibration du modèle 2S2P1D sur les résultats des mastics 60CH, 70Br, 60A et 60G donne des coefficients β atteignant des valeurs extrêmes, jusqu'à 10^9 . En prenant

en compte ces points, le coefficient de variation mesuré pour β atteint 487,1%. Cependant, en retirant ces quatre points de l'étude, le coefficient de variation tombe alors à 24,1%. En comparaison, les paramètres G_0 , G_∞ et τ que l'on sait variants, présentent un coefficient de variation respectif de 444,5%, 39,7% et 230,7%.

Ainsi, la constance des paramètres k , h , β et δ est globalement vérifiée, en particulier pour les mastics à faible teneur en fines, et la grande variabilité des coefficients G_0 , G_∞ et τ est elle également vérifiée. Néanmoins, il est conseillé de déterminer pour chaque bitume et chaque mastic l'ensemble des sept paramètres du modèle 2S2P1D afin d'obtenir la meilleure calibration. C'est un travail rapidement réalisé à partir de la calibration selon le graphique de Black et un solveur qui permet de s'assurer de la précision des 7 coefficients du modèle 2S2P1D.

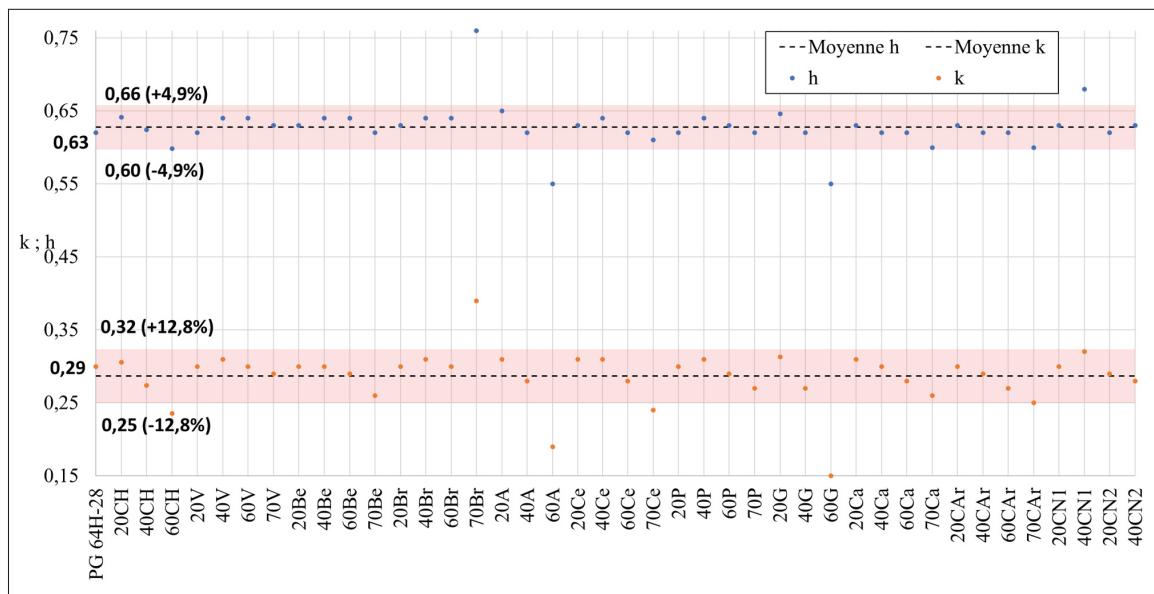


FIGURE 5.19 Variation des paramètres h et k des modèles 2S2P1D des mastics

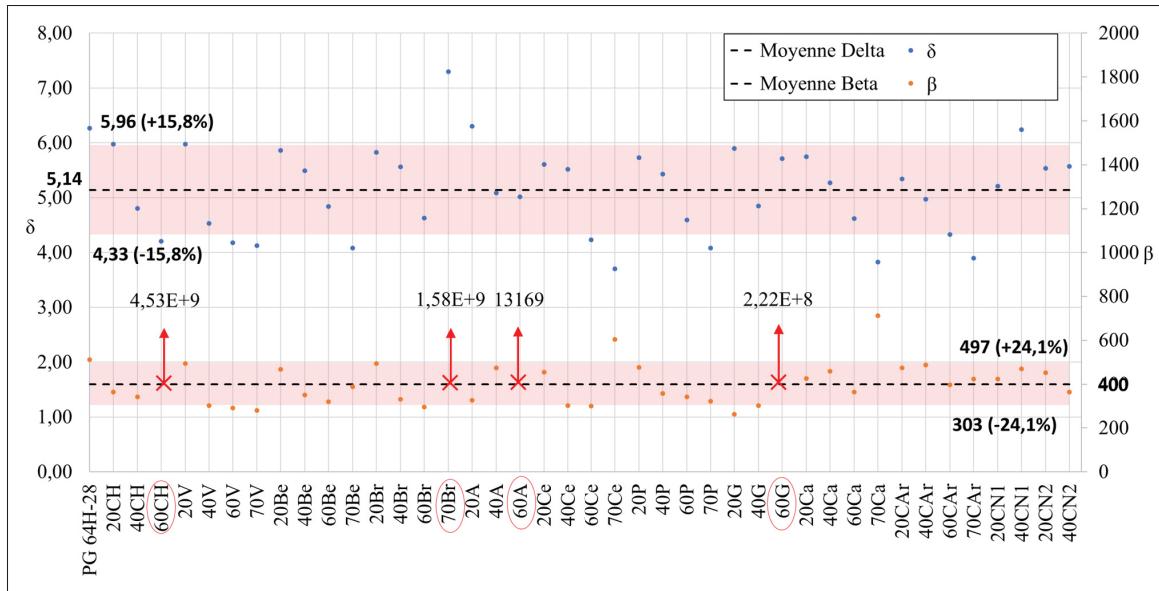


FIGURE 5.20 Variation des paramètres beta et delta des modèles 2S2P1D des mastics

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

L'objectif principal de cette étude était d'évaluer l'influence de l'ajout de fines issues de débris de CRD sur le comportement rhéologique des mastics. La campagne expérimentale conséquente réalisée au cours de ces recherches a été divisée en deux parties distinctes : la première visait à caractériser 12 fines de CRD différentes à travers les essais suivants : densité, teneur en eau, granulométrie laser, indice des vides intergranulaires et valeur au bleu de méthylène. La deuxième partie s'attachait à évaluer les performances thermomécaniques des 41 mastics bitumineux confectionnés à partir de ces 12 fines avec quatre teneurs massiques (20, 40, 60 et 70%) selon des essais de pénétration à l'aiguille et des essais de modules complexes réalisés grâce au DSR. Les résultats issus de l'ensemble de ces essais mènent aux conclusions suivantes :

- La granulométrie des fines de CRD incorporées dans le bitume est le paramètre le plus influant en ce qui concerne l'augmentation de la rigidité du mastic. Par ailleurs, l'effet rigidifiant des fines est d'autant plus marqué que la teneur en fines dans le mastic est importante. Cet effet est également plus prononcé à haute température/basse fréquence.
- Le verre présente une sous-performance par rapport aux autres matériaux testés du fait de sa faible qualité d'interface fine-bitume. A granulométrie égale, les matériaux comme la brique, la céramique et la porcelaine présentent un pouvoir rigidifiant similaire. Le gypse étudié ici a un granulométrie très semblable à celle de la chaux hydratée. Les mastics composés de gypse ont un comportement rhéologique très similaire à ceux composés de chaux hydratée, qui est un filler reconnu pour son fort pouvoir rigidifiant.
- Les combinés naturels 1 et 2 présentent un très fort pouvoir rigidifiant. Bien que la composition exacte de ces deux combinés naturels soit inconnue, la présence de fibres dans les fines CRD peut expliquer en grande partie le grand pouvoir rigidifiant de ce matériau.
- Au delà d'une certaine teneur en fines, qui dépend des propriétés des fines, il n'est pas possible de confectionner un mastic homogène. En effet, si les particules sont trop petites et

donc leur surface spécifique trop importante, il est possible qu'à forte teneur en fine, il n'y ait pas assez de bitume pour enrober complètement l'ensemble des particules.

- L'utilisation des relations de Kramers-Kronig est pertinente et encouragée pour permettre la construction des courbes maitresses. De plus, les courbes maitresses obtenues alors que le PETT n'était que partiellement validé sont très satisfaisantes, signe de la robustesse de la méthode. Grâce à celle-ci, les biais subjectifs qui pourraient arriver avec une construction des courbes maitresses réalisée manuellement sont évités. De plus, il est possible d'automatiser la construction des courbes maitresses à l'aide d'un programme informatique.
- Les coefficients de translation aT obtenus à partir des courbes maitresses des mastics montrent peu de variation, ce qui indique que les coefficients aT sont indépendants de la formulation du mastic (nature des fines et leur teneur).
- A partir d'une certaine teneur volumique en fines propre à chaque matériau, les mastics présentent un retour élastique à haute température, ce qui indique la présence d'un squelette granulaire.
- Le comportement rhéologique des mastics à forte teneur en fines combinées de différents matériaux ne peut être prédit comme étant une combinaison linéaire entre les teneurs volumiques et les comportements rhéologiques des mastics composés de chacune des fines individuelles.
- Le modèle du type $|C_R^*|^2 = (1+bX^2)^2$ avec X, la teneur volumique en fines et b, une constante propre à chaque fine, est validé pour prédire l'augmentation de la rigidité d'un mastic en fonction de sa teneur en fines.
- Bien qu'il soit difficile de relier directement les propriétés des fines à l'augmentation de la rigidité des mastics, la forte corrélation entre l'indice des vides de Rigden et la constante b indique que l'indice de Rigden est certainement l'essai à privilégier afin d'obtenir rapidement une estimation du pouvoir rigidifiant d'un matériau fin inconnu.

- La modélisation 2S2P1D prédit avec une grande précision le comportement des mastics et ce, sur l'ensemble des plages de variations de températures et de fréquences. La prédition de retours élastiques à haute température pour des mastics à faible teneur en fines demande vérification à l'aide d'essais complémentaires.
- Les coefficients k, h, beta et delta du modèle 2S2P1D sont relativement constants, ce qui indique qu'ils sont indépendants de la formulation et sont propres au bitume utilisé pour la confection des mastics. Néanmoins, la méthode de calibration selon la courbe de Black étant très rapide et facile, il est conseillé de ne pas s'affranchir de cette étape afin d'obtenir un modèle 2S2S1D bien calibré sur l'ensemble de la plage de variation de la fréquence.
- Du point de vue pratique, le rapport massique filler-bitume dans un enrobé varie généralement entre 0,6 et 1,2 (Asphalt Institute, 1995) et est souvent proche de 1 (Lamothe, 2004). Ces valeurs équivalent teneurs massiques en fines dans le mastic comprises entre 37,5% et 55%, ce qui correspond aux différentes teneurs présentées dans ce mémoire. Ainsi, si l'on souhaite remplacer partiellement ou totalement un filler conventionnel (généralement du calcaire) par un filler de CRD, l'étude des graphiques présentant l'évolution du coefficient de renforcement permet de déterminer la teneur massique en filler de CRD afin de conserver un renforcement similaire.

Suite aux résultats obtenus lors de cette recherche, il est recommandé de :

- Déterminer la composition minérale et organique précise des combinés naturels 1 et 2 afin d'affiner la compréhension des résultats. Il sera alors possible de déterminer si le fort pouvoir rigidifiant des combinés naturels 1 et 2 est uniquement dû à la présence des fibres ou si un matériau le composant a une influence particulière.
- Réaliser des essais sur des enrobés composés de fines issues du combiné naturel et de gypse afin d'étudier leur influence à l'échelle de l'enrobé. En effet, cette recherche est basée sur des essais de comportement des mastics et non de performance des enrobés. D'une part, la forte hétérogénéité de la composition du combiné naturel ainsi que la présence de fibres sont deux

points intéressants à étudier à l'échelle de l'enrobé. D'autre part, le fort taux d'absorption en eau du gypse est un paramètre important à étudier afin de s'assurer qu'il n'entraîne pas des effets indésirables dans l'enrobé, comme une teneur en bitume plus importante.

- Privilégier l'essai d'indice des vides de Rigden afin d'obtenir rapidement pour un matériau donné, une estimation précise de son pouvoir rigidifiant.
- Privilégier la construction des courbes maîtresses des mastics à partir des relations de Kramers-Kronig. Un programme informatique plus flexible doit être élaboré afin de démocratiser cette pratique au sein du LCMB.
- Apporter une attention particulière dans le cas d'un calibration automatisée des modèles 2S2P1D. Il est parfois possible et même avantageux d'utiliser une méthode automatisée afin de déterminer les paramètres des modèles 2S2P1D en utilisant une calibration selon le graphique de Black par exemple. Cependant, une calibration manuelle peut amener à une calibration similaire voire meilleure dans le cas d'un retour élastique.
- Vérifier sur des résultats de module complexe que cette méthode de calibration des modèles 2S2P1D selon la courbe de Black est également précise et fiable dans le cas des enrobés.
- Étudier finement les trois points de vigilance décrits dans ce travail, à savoir l'écart de recollement entre deux géométries, le respect de la consigne de distorsion ainsi que le rapport des contraintes normales sur les contraintes de cisaillement. Il est nécessaire de s'assurer de la fiabilité des résultats du DSR afin d'adapter en conséquence les méthodes de travail.
- Étudier la faisabilité à l'échelle industrielle de l'ajout des fines de CRD dans les enrobés. La méthode d'ajout des fillers de CRD dans le processus de malaxage de l'enrobé est a priori similaire à celle des fillers conventionnels. En revanche, il est nécessaire de trouver des moyens de tamiser les résidus de criblage fin ou d'en réduire la taille afin de maximiser leur revalorisation dans les enrobés.

ANNEXE I
RÉSULTATS SUR PROPRIÉTÉS DES FINES DE CRD

TABLEAU-A I-1 Conversion entre teneur massique et teneur volumique
 pour chaque fine de CRD

Matériaux	20% massique	40% massique	60% massique	70% massique
CH	9,30	21,48	38,10	48,91
V	9,18	21,24	37,76	48,56
Be	9,01	20,89	37,27	48,03
Br	8,73	20,33	36,48	47,18
A	8,90	20,67	36,96	47,70
Ce	8,56	19,97	35,96	46,63
P	9,23	21,34	37,91	48,71
G	9,57	22,01	38,84	49,69
Ca	8,48	19,81	35,73	46,37
CAr	8,94	20,76	37,08	47,83
CN1	9,33	21,53	38,17	48,99
CN2	9,33	21,53	38,18	48,99

ANNEXE II
FICHE TECHNIQUE DU BITUME PG 64H-28

	BITUME PG - ATTESTATION DE CONFORMITÉ (AASHTO M 332)		
INFORMATIONS GÉNÉRALES		RECOMMANDATIONS - TEMPÉRATURE D'UTILISATION	
Distributeur et lieu d'entreposage et d'expédition Bitumar Inc. 3000 Broadway, Montréal, QC, H1B 5B4		Entreposage	Minimale 132 Maximale 175
Fabricant et lieu de fabrication Bitumar Inc. 3000 Broadway, Montréal, QC, H1B 5B4		Malaxage	156 170
Classe de bitume PG 64H-28	Nom commercial PG 64H-28		
N° de lot 1964H28-01	Date de fabrication 31/01/2019		
ESSAIS DE CARACTÉRISATION			
Date des essais de caractérisation 01/02/2019		Date des essais de contrôle 01/02/2019	
Point d'éclair, °C, ASTM D92 298		G*/Sinδ, (origine) à 64 °C (kPa) 1.76	
Masse volumique (g/cm³), à 25°C, AASHTO T228 1.025		Rigidité à -18°C, Sc (60) (MPa) 95.7	
Masse volumique (g/cm³), à 15°C, AASHTO T228 1.031		Pente de mc (60) 0.470	
Viscosité Brookfield (Pa·s), à 135°C, AASHTO T 316 0.862		JNR3.2 à 64 °C, (kPa-1) 0.90	
Viscosité Brookfield (Pa·s), à 165°C, AASHTO T 316 0.243		JNRDIFF (%) 63.8	
Stabilité au stockage (°C), LC 25-003 0.4		R3.2 (%) 38.3823	
ESSAIS DE CONTRÔLE			
TBA moyenne (°C) 52.0		NOTES	
Teneur en cendres (%) 0.23		Ce produit doit être entreposé dans un réservoir vide ou contenant le même grade fourni par Bitumar Inc. Si ce n'est pas le cas, il est de votre responsabilité de prendre les mesures nécessaires pour confirmer la caractérisation du produit.	
G*/Sinδ, bitume d'origine à 64°C (kPa) 1.76			
Température élevée de caractérisation Tb(°C) 69.6			
Module de rigidité à -18°C, So (60) (MPa) 95.7			
Pente à -18°C, mo (60) 0.470			
Enrobé résiduel (%) (LC25-009) N.A.			
Bitume vieilli au RTFO			
Variation de masse au RTFOT (%) -0.439			
JNR3.2 à 64°C, (kPa-1) 0.90			
JNRDIFF (%) 63.8			
R3.2 (%) 38.3823			
Bitume vieilli au RTFO et PAV			
Module de rigidité à -18°C, s (60), mPa 220.3			
Pente à -18°C, m(60) 0.323			
Température basse de caractérisation Tb(°C) -30.2			
REMARQUES			
Signé par: Paula Marc		Date 01/02/2019	

FIGURE-A II-1 Attestation de conformité du bitume PG 64H-28

ANNEXE III

SCRIPT PYTHON PERMETTANT LA DÉTERMINATION DES COEFFICIENTS DE TRANSLATION GRÂCE AUX RELATIONS DE KRAMERS-KRONIG

FIGURE-A III-1 Script Python utilisé pour la construction des courbes maîtresses

ANNEXE IV
COEFFICIENTS DES MODÈLES 2S2P1D DES MASTICS

TABLEAU-A IV-1 Coefficients des modèles 2S2P1D des mastics (Partie 1)

Mastic	k	h	G_∞ (MPa)	G₀ (kPa)	τ	β	δ
PG 64H-28	0,30	0,62	744	0	7,85E-5	512	6,27
20CH	0,31	0,64	742	0	2,74E-4	364	5,98
40CH	0,27	0,62	1186	0	4,23E-4	341	4,80
60CH	0,24	0,60	1407	97,14	1,81E-3	4,53E+9	4,21
20V	0,30	0,62	764	0	7,86E-5	493	5,98
40V	0,31	0,64	715	0	1,45E-4	302	4,53
60V	0,30	0,64	1249	0,01	3,15E-5	291	4,18
70V	0,29	0,63	1629	0,09	7,02E-4	280	4,13
20Be	0,30	0,63	831	0	1,03E-4	468	5,86
40Be	0,30	0,64	862	0	2,30E-4	351	5,49
60Be	0,29	0,64	1247	2,78	5,63E-4	319	4,84
70Be	0,26	0,62	1663	1,52	1,22E-3	389	4,08
20Br	0,30	0,63	830	0	1,01E-4	493	5,83
40Br	0,31	0,64	997	0	2,45E-4	332	5,56
60Br	0,30	0,64	1408	0,01	4,39E-4	295	4,63
70Br	0,39	0,76	1015	1,97	1,08E-2	1,58E+9	7,30
20A	0,31	0,65	750	0	2,91E-4	326	6,30
40A	0,28	0,62	1087	0	3,47E-4	475	5,09
60A	0,19	0,55	2554	0,24	1,71E-4	13169	5,02

TABLEAU-A IV-2 Coefficients des modèles 2S2P1D des mastics (Partie 2)

Mastic	k	h	G_∞ (MPa)	G₀ (kPa)	τ	β	δ
20Ce	0,31	0,63	808	0	1,19E-4	455	5,61
40Ce	0,31	0,63	909	0	2,55E-4	303	5,52
60Ce	0,28	0,62	1344	0,02	5,04E-4	301	4,23
70Ce	0,24	0,61	1873	0,70	1,16E-3	603	3,70
20P	0,30	0,62	779	0	1,15E-4	476	5,73
40P	0,31	0,64	954	0	2,13E-4	358	5,43
60P	0,29	0,63	1437	0,01	4,28E-4	341	4,59
70P	0,27	0,62	1687	0,07	7,50E-4	321	4,08
20G	0,31	0,65	644	0	3,03E-4	263	5,90
40G	0,27	0,62	983	0,01	6,64E-4	303	4,85
60G	0,15	0,55	2511	43,33	5,36E-4	2,22E+8	5,71
20Ca	0,31	0,63	821	0	1,43E-4	426	5,75
40Ca	0,30	0,62	1041	0	2,43E-4	458	5,27
60Ca	0,28	0,62	1469	0,01	6,99E-4	363	4,62
70Ca	0,26	0,60	1765	0,13	6,51E-4	711	3,83
20CAr	0,30	0,63	884	0	1,31E-4	474	5,34
40CAr	0,29	0,62	1138	0	1,84E-4	487	4,97
60CAr	0,27	0,62	1369	0,03	5,27E-4	396	4,33
70CAr	0,25	0,60	1824	0,16	1,03E-3	424	3,90
20CN1	0,30	0,63	793	0	2,25E-4	423	5,21
40CN1	0,32	0,68	693	5,04	1,98E-3	470	6,24
20CN2	0,29	0,62	818	0	1,70E-4	451	5,54
40CN2	0,28	0,63	937	0,05	7,06E-4	364	5,57

LISTE DE RÉFÉRENCES

- Airey, G. D., B. Rahimzadeh & A. C. Collop. (2003). Viscoelastic linearity limits for bituminous materials. *Materials and Structures*, 36, 643-647.
- Alpius, K. & R. Mangontan. (2021). The Effect of the use of Gypsum Waste as a Filler Substitution on Stone Matrix Asphalt Coarse. *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 1088(1), 11 p.
- Androjić, I., & G. Kaluder. (2017). Influence of recycled filler on asphalt mix properties. *Gradevinar*, 69(3), 207-214.
- Arabani, M., S. A. Tahami & M. Taghipoor. (2017). Laboratory investigation of hot mix asphalt containing waste materials. *Road Materials and Pavement Design*, 18(3), 713-729.
- Asphalt Institute. (1995). Mix design methods for asphalt concrete and other hot-mix types. Manual series no.2 (MS-2), sixième édition, 141 p.
- Barnes, H. A. (2000). *A Handbook of Elementary Rheology*. Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics. Aberystwyth, University of Wales. 210 p.
- Bastidas-Martínez, J. G., H. A. Rondón-Quintana & M. M. de Farias. (2020). Behavior of asphalt mastics containing different materials as filler. *Canadian Journal of Civil Engineering*, 48(11), 347-355.
- Berraha, Y. (2017). *Caractérisation expérimentale des propriétés thermiques de granulats de verre postconsommation et analyse par simulation numérique du comportement thermique d'une structure de chaussée avec couche de verre post-consommation*. Mémoire de maîtrise en génie de la construction, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, 236 p.
- Bethary, R.T., D. E. Intari & S. Asyiah, (2022). Performance of polymer modified asphalt mixture using gypsum filler. *Proceedings of the Second International Conference of Construction, Infrastructure, and Materials. Lecture Notes in Civil Engineering*, 216, Springer, 399-409.
- Bitume Québec. (2008). *Guide des bonnes pratiques : La mise en oeuvre des enrobés*. ISBN 978-2-923714-01-1. 114 p.
- Booij, H. C. & G. P. J. M. Thoone. (1982). Generalization of Kramers-Kronig transforms and some approximations of relations between viscoelastic quantities. *Rheologica Acta*, 21(1), 15-24.
- Boussabnia, M. (2018). *Étude de la rhéologie des mastics bitumineux incorporant des fillers de verre post-consommation*. Mémoire de maîtrise en génie de la construction, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, 242 p.

- Buttlar, W. G., D. Bozkurt, G. G. Al-Khateeb & A. S. Waldhoff. (1999). Understanding Asphalt Mastic Behavior Through Micromechanics. *Transportation Research Record : Journal of the Transportation Research Board*, 1681(1), 157-169.
- Chailleux, E., G. Ramond , C. Such & C. de La Roche. (2006). A mathematical-based master-curve construction method applied to complex modulus of bituminous materials. *Road Materials and Pavement Design*, 7(1), 75-92.
- Chamard & CTTEI. (2017). *Évaluation des alternatives de valorisation des résidus de criblage fin issus des centres de tri des débris de construction, de rénovation et de démolition*. Rapport final. 184 p.
- Chamard & CTTEI. (2019). *Guide des meilleures pratiques : bois de CRD en centre de tri*. ISBN 978-2-9818524-0-3. 31 p.
- Chandra, S. & R. Choudhary. (2013). Performance characteristics of bituminous concrete with industrial wastes as filler. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 25(11), 1666-1673.
- Chen, M.-Z., J.-T. Lin, S.-P. Wu & C.-H. Liu. (2010). Utilization of recycled brick powder as alternative filler in asphalt mixture. *Construction and Building Materials*, 25(10), 1532-1536.
- Choudhary, J., B. Kumar & A. Gupta. (2020). Effect of filler on the bitumen-aggregate adhesion in asphalt mix. *International Journal of Pavement Engineering*, 21(12), 1482-1490.
- 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.
- Deloitte et al. (2018). *Étude sur le gypse résiduel au Québec : Analyse de la filière de recyclage*. 50 p.
- DGLC. (2019). Nouvelle classification des bitumes : incidences sur les choix des composants des enrobés. *Bulletin d'information électronique*, 24(2), 5 p.
- Dufresne, R. (2015). L'essai « MSCR » et son impact sur la classification des bitumes. *Présentation : Congrès Bitume Québec*. Bitumar. 21 p.
- El Mansouri, S. (2016). *Mise au point d'un rhéomètre à cisaillement annulaire pour l'étude de la rhéologie d'un mastic bitumineux avec verre incorporé*. Mémoire de maîtrise en génie de

- la construction, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, 239 p.
- Faheem, A., H. Bahia & S.-H. Yang. (2010). Evaluation of Rigden fractional voids test method and the relation to mastic viscosity. *Asphalt Paving Technology : Association of Asphalt Paving Technologists-Proceedings of the Technical Sessions*, 79, 23 p.
- Guo, M. & Yiqui Tan. (2019). Interaction between asphalt and mineral fillers and its correlation to mastics' viscoelasticity. *International Journal of Pavement Engineering*, 22, 1-10.
- Hamidi, A. & A. Motamed. (219). The effect of filler type and content on rutting resistance of asphaltic materials. *International Journal of Pavement Research and Technology*, 12, 249-258.
- Hitachi. (2022). Scanning Electron Microscopes SU3800/SU3900. Spécification techniques de l'appareil. Repéré à <https://www.hitachi-hightech.com/global/science/products/microscopes/electron-microscope/sem/su3800.html>
- Huang, B., Q. Dong & E. G. Burdette. (2009). Laboratory evaluation of incorporating waste ceramic materials into Portland cement and asphaltic concrete. *Construction and Building Materials*, 23(12), 3451-3456.
- Huet, C. (1963). *Étude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbonés*. Thèse de doctorat, Faculté des Sciences de l'Université de Paris, Paris, 69 p.
- ISO 13320. (2020). Analyse granulométrique — Méthodes par diffraction laser
- ISO 17892-4. (2016). Reconnaissance et essais géotechniques — Essais de laboratoire sur les sols — Partie 4 : Détermination de la distribution granulométrique des particules
- Kandhal, P., Lynn, C., Parker, F. (1998). Characterization tests for mineral fillers related to performance of asphalt paving mixtures. *Transportation Research Record : Journal of the Transportation Research Board*, 1638, 101-110.
- Konrad, J-M & F. A. V. Gabezas. (2008). Caractérisation des particules fines d'un matériau granulaire de fondation par l'essai au bleu de méthylène. Rapport GCT-2008-01. Université Laval. 99 p.
- Küpfer, C. & C. Fivet. (2021). *Déconstruction Sélective - Construction Réversible : recueil pour diminuer les déchets et favoriser le réemploi dans la construction*. DOI : 10.5281/zenodo.4314325. 160 p.

- Lamothe, S. (2004). *Enrobé grenu : Influence du dosage en filler et de l'ajout d'un sable roulé sur le couple ouvrabilité-ornièrage*. Mémoire de maîtrise en génie de la construction, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, 184 p.
- Lesueur, D. (2002). Rhéologie des bitumes : Principes et modification. *Rhéologie*, 2, 1-30.
- Lesueur, D. (2009). The colloidal structure of bitumen : Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. *Advances in Colloid and Interface Science*, 145(1), 42-82.
- Liu, H. & R. Luo. (2017). Development of master curve models complying with linear viscoelastic theory for complex moduli of asphalt mixtures with improved accuracy. *Construction and Building Materials*, 152, 259-268.
- Miró, R., A. H. Martinez, F. E. Pérez-Jiménez, R. Botella & A. Alvarez. (2017). Effect of filler nature and content on the bituminous mastic behaviour under cyclic loads. *Construction and Building Materials*, 132, 33-42.
- Muniandy, R., E.E. Aburkaba, H.B. Hamid & B.T.Y. Robiah. (2009). An initial investigation of the use of local industrial wastes and by-products as mineral fillers in stone mastic asphalt pavements. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 4(3), 54-63.
- Olard, F. (2003). *Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux à basses températures. Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon, 221 p.
- Paradis, M. (2016). Le recyclage des matériaux de chaussées et autres techniques vertes pour les usages municipaux. *Présentation au Congrès Infra 2016*. 22 novembre 2016. 28 p.
- Perraton, D. (2012). *MGC 805 - Science des Matériaux*. Programme de Maîtrise en génie de la construction, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, pagination multiple.
- Ramirez Cardona, D. (2022). *CTN 114 - Éléments de matériaux de construction*. Programme de Maîtrise en génie de la construction, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, pagination multiple.
- RECYC-QUÉBEC. (2017). *Bilan 2015 de la gestion des matières résiduelles au Québec*. ISBN 978-2-550-77846-2. 39 p.
- RECYC-QUÉBEC. (2018). *Résidus de construction, de rénovation et de démolition (CRD)*. Fiche informative. 12 p.

- Rigden, P. J. (1947) The use of fillers in bituminous road surfacings : A study of filler-binder systems in relation to filler characteristics. *Journal of Chemical Technology Biotechnology*, 66(9), 299-309.
- Robati, M., A. Carter & D. Perraton. (2015). New Conceptual Model for Filler Stiffening Effect on Asphalt Mastic of Microsurfacing. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 27(11), 11 p.
- Rochlani, M., G. C. Falla, S. Caro, S. Leischner, D. Wang & F. Wellmer. (2019). Influence of filler properties on the rheological, cryogenic, fatigue and rutting performance of mastics. *Construction and Buildings Materials*, 227, 12 p.
- Salençon, J. (2009). Viscoélasticité pour le calcul des structures. Les Éditions de l'École Polytechnique, Palaiseau et Presses des Ponts et Chaussées, Paris, 2009. 158 p.
- Sangiorgi, C., P. Tataranni, F. Mazzotta, A. Simone, V. Vignali & C. Lantieri. (2017). Alternative fillers for the production of bituminous mixtures : a screening investigation on waste powders. *Coatings*, 7(6), p. 76.
- Sayegh, G. (1965). *Variation des modules de quelques bitumes purs et enrobés bitumineux*. Thèse de doctorat, Faculté des Sciences de l'Université de Paris, Paris.
- Shamsaei, M., R. Khafajeh, H. G. Tehrani & I. Aghayan. (2020). Experimental evaluation of ceramic waste as filler in hot mix asphalt. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 22, 535–543.
- Smith, K. C. A. & C. W. Oatley. (1955). The scanning electron microscope and its fields of application. *British Journal of Applied Physics*, 6(11), 391-399.
- Soenen, H. & Teugels, W. (1999). Rheological Investigation on Binder-Filler Interactions. *Eurobitume Workshop 99 – Performance Related Properties for Bituminous Binders*, 102.
- Taylor, R. (2007). *Surface interactions between bitumen and mineral fillers and their effects on the rheology of the bitumen-filler mastics*. PhD Thesis, University of Nottingham, Nottingham, 238 p.
- Woszuk, A., M. Wróbel, L. Bandura & W. Franus. (2020). Brick Debris Dust as an Ecological Filler and Its Effect on the Durability of Asphalt Mix. *Materials*, 13(21), 5023.
- Yusoff, N. I. Md., D. Mounier , M.-S. Ginoux, M. R. Hainin, G. D. Airey & H. Di Benedetto. (2012). Modelling the rheological properties of bituminous binders using the 2S2P1D

Model. *Construction and Building Materials*, 38, 395-406.

Zhang, X., B. Zhang, H. Chen & D. Kuang. (2018). Feasibility Evaluation of Preparing Asphalt Mixture with Low-Grade Aggregate, Rubber Asphalt and Desulphurization Gypsum Residues. *Materials*, 11(8), 20 p.