

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université HassibaBenbouali de Chlef

FacultéGénieCivil et d'Architecture

Département GénieCivil



THÈSE

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT

Filière : GénieCivil

Spécialité : Géotechnique et structures

Par

LwizaMEKNACI

Thème :

Effet du gradient thermique et des paramètres de fabrication sur le comportement des mélanges sable-bitume

Soutenuelle 29/09/2022 devant le jury composé de :

Ahmed ARAB	Professeur	UHB Chlef	Président
Abdelkader BOUGARA	Professeur	UHB Chlef	Examineur
Nasr-eddine BOUHAMOU	Professeur	CU EL-Bayadh	Examineur
Ahmed DJAFAR HENNI	Professeur	UHB Chlef	Rapporteur
Nouredine DELLA	Professeur	UHB Chlef	Co-Rapporteur

Remerciements

Avant tout, je remercie Allah de m'avoir permis de vivre pour mener à bien cette thèse.

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de thèse Monsieur Ahmed DJAFAR HENNI, Professeur à Université Hassiba Benbouali de Chlef, qui m'a encadré et m'orienter tout au long de cette thèse et qui m'a fait partager ses idées pertinentes à l'effet d'aboutir à l'achèvement de cette modeste thèse. Qu'il me soit aussi remercié pour sa disponibilité permanente et pour les nombreux encouragements qu'il m'a prodigués. En outre, je remercie aussi mon Co-encadreur M. Noureddine DELLA professeur à l'université de Chlef pour ses différentes orientations au sujet de mon travail de recherche.

Je remercie M. ARAB Ahmed professeur à l'université de Chlef d'avoir accepté la présidence du jury ainsi que M. Nasr-eddine BOUHAMOU, professeur au centre universitaire d'El-Bayadh et Abdelkader BOUGARA, professeur à l'université de Chlef d'avoir accepté de juger et d'examiner ce travail de thèse.

Je tiens aussi à remercier M. GRAZIANI Andrea, professeur à l'université polytechnique de Marche (Italie), qui m'a bien accueilli dans son laboratoire de recherche au cours de mon séjour durant la période de novembre 2019 jusqu'au mois de février 2021, tout en m'apportant assistance et encouragement.

Dans cette perspective, je tiens aussi à remercier M. Miomir Miljković, professeur à l'université de Niš (Serbie), et Mme Chiara Mignini, doctorante à l'université Politecnica delle Marche (Italie). Leurs aides et leurs implications dévouées m'ont été très enrichissantes à chaque étape du processus,

Mes vifs remerciements s'adressent aux tous les membres du laboratoire des routes et des transports de la Faculté de Génie Civil et environnement et Architecture de l'université de Marche (Italie), pour leurs contributions dans la réalisation du programme expérimental de ma thèse.

Et surtout, je dois beaucoup à toute ma famille pour leur soutien indéfectible, leur conviction inébranlable que je peux accomplir tant de choses. Malheureusement, je ne peux pas remercier tout le monde par leur nom car cela prendrait une vie entière, mais je veux juste que vous sachiez tous que vous comptez énormément. Sans vos prières et vos bénédictions, sans votre amour et votre aide sincères, je n'aurais jamais terminé cette thèse.

Dédicace

Je dédie cette thèse à :

Au nom d'Allah, mon Créateur et mon Maître,

Je serais très reconnaissant si quelqu'un pouvait m'aider à rédiger la dédicace de ma thèse, que je voudrais dédier à ma mère et à mon père pour leur affection et leurs sacrifices assurés à l'effet d'incruster les valeurs inculqués à mon insu.

A mon époux et ma belle-mère, qui m'encouragent toujours avec passion et un soutien sans fin...

A mes fidèles frères, mes belles-sœurs et mes neveux qui m'ont toujours aidé et cru que je pouvais le faire...

À mon superviseur, le professeur Ahmed DJAFAR HENNI...qui n'a rien épargné pour ma réussite...

A tous mes camarades de l'Université HassibaBenbouali de Chlef, et de l'université polytechnique de Marche d'Italie.

Table des matières

RESUME.....	I
ABSTRACT.....	II
RESUME EN ARABE.....	II
LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES.....	IV
LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE.....	IV
Introduction générale.....	1

CHAPITRE 1

Revue bibliographique

1.1 Genèse des liants hydrocarbonés	6
1.2 Caractéristiques Physico-chimiques des liants hydrocarbonés	6
1.3 Utilisation des différents liants hydrocarbonés dans les domaines routiers	9
1.5 Propriétés générales des liants hydrocarbonés	15
1.6 Le bitume.....	16
1.6.1 Composition chimique des bitumes et structure des bitumes.....	16
1.6.2 Le comportement des bitumes fonction de la température.....	17
1.6.3 La fabrication des bitumes.....	18
1.7 Les émulsions de bitume	22
1.7.1 Brève historique des émulsions de bitume	22
1.7.2 Composition des émulsions de bitume	23
1.7.3 Fabrication des émulsions de bitumes	25
1.7.4 Essais sur les émulsions de bitume.....	26
1.8 Conclusion.....	27

CHAPITRE 2

Revue bibliographique (Caractéristique rhéologique des enrobés bitumineux)

2.1 Le enrobés bitumineux	30
2.2 Les types d'enrobés bitumineux.....	30
2.2.1 Les enrobé à froids	32

2.3 Propriétés mécanique des enrobés bitumineux	39
2.3.1 Essai de traction indirect (Nat) (norme NF EN 12697-26 (AFNOR))	39
2.3.2 Essai de traction direct (norme NF EN 12697-26 (AFNOR))	40
2.3.3 Essai de module complexe en flexion 2 points.....	40
2.3.4 Comportement au triaxial	42
2.4 Méthode de formulation.....	43
2.5 Le compactage	46
2.6 Le Durcissement des enrobé à émulsion de bitume.....	50
2.6.1 Les propriétés volumétriques des mélanges bitumineux à froid à l'émulsion de bitume.....	57
2.7 Pratiques de l'enrobé à froid	56
2.7.1 En Europe	56
2.7.2 En Afrique du Sud	57
2.7.3 En Algérie.....	58
2.8 Propriétés viscoélastiques des matériaux bitumineux à froids.....	59
2.8.1 Définition d'un corps viscoélastique	59
2.8.2 Définition d'un corps viscoélastique linéaire	59
2.9 La rigidité	62
2.10 Détermination du module dans le domaine fréquentiel – Module complexe ($E^*(\omega)$).....	63
2.10.1 Définition du module complexe	63
2.10.2 Les différents types d'essais du module complexe.....	66
2.10.3 Présentation des résultats des essais de module complexe.....	68
2.11 Modélisation rhéologique	72
2.12 Conclusion	74

CHAPITRE 3

Caractérisation en laboratoire des mortiers bitumineux à froids

3.1 Méthodologie	76
3.2 Présentation des matériaux utilisés	77
3.2.1 Les matériaux granulaires.....	78
3.2.1.1 Caractérisation du sable et des fines de provenance d'Italie.....	80

3.2.2 Description d'émulsion de bitume utilisé.....	83
3.2.3 Ciment.....	85
3.2.4 Eau.....	86
3.3 Composition des mortiers bitumineux.....	86
3.4 Confection des mortiers bitumineux à froids	90
3.4.1 Préparation du matériau de malaxage.....	91
3.4.2 Compactage des éprouvettes	93
3.4.3 Le durcissement des éprouvettes	96
3.5 Procédure des différents essais réalisés.....	97
3.5.2 Essais de propriétés physiques	97
3.5.4 Essais de résistance à la traction indirecte.....	98
3.6 Modélisation du Processus compactage et du durcissement	102
3.7 Essais de module complexe	103
3.7.1 Détermination du module complexe (E^*).....	103
3.8 Programme expérimental de l'essai de module complexe.....	108
3.9 Conclusion.....	110

CHAPITRE 4

Influence de l'émulsion de bitume sur le comportement du durcissement des mortiers à émulsion de bitume à froid

4.1 Présentation des résultats	115
4.1.1 Propriétés physiques et volumétriques	115
4.1.2 Perte d'eau par évaporation.....	119
4.2 Propriétés mécaniques	121
4.2.1 Résistance à la traction indirecte	121
4.3 Conclusion.....	126

CHAPITRE 5

Influence du module complexe sur le comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froid

5.1 Résultats des essais de module complexe (E^*) pour les mortiers bitumineux à froid	129
--	-----

5.1.1 Courbes isothermes.....	129
5.1.2 Courbe dans l'espace de Black.....	132
5.1.3 Courbe dans le plan de Cole-Cole.....	133
5.1.4 Les courbes maîtresses.....	134
5.2 Modélisation rhéologique du comportement VEL des mortiers bitumineux à froids à l'aide du modèle 2S2P1D-HY.....	136
5.2.1 Construction de modèles.....	136
5.3 L'essais de linéarité.....	141
5.4 Conclusion.....	148
6. Conclusions générales et perspectives.....	150
7. Références bibliographiques.....	154

Liste des tableaux

CHAPITRE 1

Tableau 1.1-Spécification des principaux bitumes obtenus par distillation directe .(Guide de renforcement ,1992).....	12
Tableau 1.2- Spécifications des bitumes fluidifiés ou Cut-Back.(Guide de renforcement,1992)).....	13
Tableau 1.3- Spécification des émulsions anioniques. (Guide de renforcement ,1992).....	13
Tableau 1.4- Spécification des Emulsions cationiques. (Guide de renforcement ,1992).....	14
Tableau 1.5 - Valeurs de pKa pour quelques couples d'amines (Cours de chimie organique, minérale et structurale, HMDB).....	25
Tableau 1.6- Quelques essais typiques pour les émulsions de bitume, Ojum, C. K. (2015).....	27

CHAPITRE 2

Tableau 2. 1-composition granulométrique des sables concassés et broyés (Pincon.M.A, 1967).....	36
Tableau 2. 2- Étapes de la méthode d'émulsion complète (Serfass, J.P. et al, 2011).....	43
Tableau 2. 3 - Différentes méthodes de compactage (émulsion de bitume, mousse de bitume) mentionnés dans la littérature.. (Godenzoni, 2017).....	49
Tableau 2. 4 - Équivalence en chantier des méthodes de cure en laboratoire des éprouvettes Marshall,.....	51
Tableau 2. 5 - Techniques d'utilisation des enrobés à froid appliqués en Europe.	56
Tableau 2. 7- Récapitulatifs des principaux essais "homogènes" de module complexe existants sur enrobés bitumineux (Di Benedetto et al. 2001).....	56

CHAPITRE 3

Tableau 3. 1- Analyse granulométrique du sable utilisé.	79
Tableau 3. 2 - Propriétés générales des émulsions de bitume et des liants résiduels (tels que déclaré par le fabricant).	84
Tableau 3. 3 - Composition des cibles volumétriques et gravimétriques des mortiers.....	90
Tableau 3. 4 - Géométrie des éprouvettes.....	109

Tableau 3. 5- Tests de module complexe et de non-linéarité réalisés sur les échantillons de mortier..	112
Tableau 3. 6 - Résumé du programme d'essais réalisés.....	113

CHAPITRE 4

Tableau 4. 1- Les paramètres de compactage des quatre mortiers testés (avec les valeurs moyennes et les écarts types calculés pour 12 spécimens de chaque mortier).....	117
Tableau 4. 2- Paramètres de la perte d'eau estimés par les équations 3.13 et 3.29.....	120
Tableau 4. 3- Paramètres du modèle de Michaelis-Menten (équation 3.7) pour l'ITS.....	124

CHAPITRE 5

Tableau 5. 1 - Paramètres des modèles 2S2P1D et Williams-Landel-Ferry ($T_{réf} = 25^{\circ}\text{C}$).....	138
Tableau 5. 2- les résultats des essais de Linéarité : (a)1Hz et (b) 10Hz pour Mortier1_S1.....	142

Liste des figures

CHAPITRE 1

Figure 1. 1- Différentes composantes de couches de chaussée.....	10
Figure 1. 2 - deux couches en matériaux traités liées : a) par un liant d'accrochage b) par un liant d'imprégnation	10
Figure 1. 3- Mise en service : a) couche d'accrochage b) couche de liaison.....	10
Figure 1. 4 - Variation de la viscosité de l'émulsion en fonction de la teneur en liant, (Corté J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004).....	16
Figure 1.5 - a) Macrostructure des asphaltènes : Addala, F. (1989), b) Schématisation de la structure colloïdale du bitume, PUCCT, T. (2000).....	17
Figure 1.6 - Classes de comportement des bitumes en fonction de ε et T° (Olard 2000 ; Olard et al.2003).....	18
Figure 1.7 - Principe de fabrication des bitumes	19
Figure 1.8- Séparation des différents constituants du bitume, Corté, J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004).....	20
Figure 1.9- Structures chimiques du bitume : type « sol » et type « gel » (Corté, J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004)).....	21
Figure 1.10 - Fonctionnement d'un émulsifiant Tirée de Accolas & Robrier (2010).....	24
Figure 1. 11- Représentation aqueuse d'une émulsion de bitume, SFERB. (2006).....	26

CHAPITRE 2

Figure 2. 1 - Température de fabrication des enrobés en fonction de l'énergie de fabrication.....	31
Figure 2. 2 - Réalisation d'une couche de surface par un enrobé coulé à froid (source IBEF*Canada.....	33
Figure 2. 3 - Variation de l'indice de vieillissement en fonction de la viscosité du bitume.....	35
Figure 2. 4 - Couches de bitume adsorbées : a) Activité de surface basse b) Activité de surface élevée c) couches de bitume partiellement influencées (Buttlar et al. 1999).....	38
Figure 2.5 - Schéma de l'essai de compression diamétrale	39
Figure 2. 6 - Dispositif de mesure de l'augmentation de hauteur de l'échantillon (norme NF EN 1269726).....	40
Figure 2. 7 - Isothermes du module complexe d'un enrobé (.Norme Afnor, 2012).....	41

Figure 2.8 - Comparaison des courbes originales obtenues en flexion deux points par Huet-Sayegh avec le résultat obtenue en propageant une onde de compression à une température de référence de 15°C, Gaudefroy et al. (2013).....	42
Figure 2. 9 - Résultats d'un test à l'essai triaxial du comportement résilient d'une grave émulsion à l'état frais, (Hornych, et al (2009)).....	43
Figure 2. 10 - Comparaison des valeurs de module de rigidité obtenues en laboratoires avec les valeurs de module obtenues sur chantier à différentes échéances (Béghin, A. et al, 2012).....	45
Figure 2. 11 - Evolution du module par compression diamétrale pour différents enrobé à froid, Čížková,Z., et al (2014).....	45
Figure 2. 12 - Cinétiques d'évolution temporelle des caractéristiques des liants extraits des éprouvettes de laboratoire et des prélèvements in situ (Béghin, A. et al, 2012).....	46
Figure 2. 13 - Procédure de compactage : a) Presse à cisaillement giratoire ; b) schéma de principe.....	48
Figure 2.14 - Influence du niveau de compactage sur la rigidité. (Thanaya, I. N. A, 2007).....	49
Figure 2. 15 - Analyse volumétrique du mélange bitumineux a froid produit avec une émulsion de bitume, d'après (Grilli et al., (2012), Miomir et al.2021).....	54
Figure 2. 16 - Expérience d'effacement (à gauche) et réponse du matériau en contrainte (Olard, 2003).....	58
Figure 2. 17 - Domaines typiques du comportement des mélanges (ϵ) déformation (N) nombre de chargements (Di Benedetto et De La Roche, 1998 ; Di Benedetto et al. 2001).....	60
Figure 2. 18 - Retard de phase de la déformation en fonction de la contrainte (Simone, L 2016).	62
Figure 2.19- Représentation du module E^* dans le plan complexe	64
Figure 2.20- les courbes Isothermes du module complexe (De la Roche ; 1996).....	68
Figure 2. 21 - courbe de module complexe dans le plan de Cole et Cole (De la Roche, 1996).....	68
Figure 2. 22 - La courbe de module complexe dans l'espace de Black	69
Figure 2. 23 - Courbes maitresses du module complexe de l'enrobé bitumineux ; Droite : Norme et Gauche : Angle de phase (Q.T. Nguyen,2011)	70
Figure 2. 24 - Courbe d'évolution du coefficient de translation aT en fonction de la température.	71
Figure 2.25- Schéma du modèle de Huet-Sayegh (1965).....	72
Figure 2.26- Représentation du modèle S2P1D.....	73

CHAPITRE 3

Figure 3. 1- Le diagramme de l'étude.....	77
Figure 3. 2- Distribution granulométrique des particules de sable 0.063/2mm.....	79
Figure 3. 3- le sable référence.....	80
Figure 3. 4 les fines références.....	80
Figure 3. 5 - le sable d'Italie.....	80
Figure 3. 6- les fines d'Italie.....	80
Figure 3. 7 - Sable provenance d'Italie.....	81
Figure 3. 8- a) poids m0 ; b) poids m1 ; c) immersion de l'échantillon ; d) pycnomètre dans un bain thermostatique.	82
Figure 3. 9 - L'émulsion de bitume class C60BP10 utilisés en laboratoire.....	84
Figure 3. 10- Organisation multi-échelle de la structure volumétrique des éprouvettes de mortier.....	89
Figure 3. 11 - Diagramme des constituants des mortiers	90
Figure 3. 12 - Illustration de la procédure de préparation des éprouvettes de mortier.....	92
Figure 3. 13 - Préparation du mélange de granulats : a) pesée des quantités requises de sable et de charge, b) ajout de l'eau d'absorption du sable, c) scellement du mélange de granulats dans un sac en plastique.....	92
Figure 3. 14 - Ajout des liants : a) pré-mélange des agrégats en condition SSD avec le malaxeur ; b) pesée de l'émulsion, l) mélange de la seconde moitié de l'émulsion ; c) mélange des agrégats avec l'émulsion.....	93
Figure 3. 15 - Le compacteur giratoire à cisaillement utilisés en laboratoire.....	94
Figure 3. 16 - L'opération de compactage des échantillons de l'essai traction indirecte ; a) versement du mélange de mortier dans le moule, b) extrusion de l'éprouvette, c) pesée de l'éprouvette immédiatement après le compactage.....	95
Figure 3. 17 - La chambre climatique à 25°C utilisés en laboratoire.....	97
Figure 3. 18 - Equipment d'essai statique de traction indirecte.....	99
Figure 3. 19 - Distribution des contraintes dans l'éprouvette de traction indirecte d'après (Hadley, 1970).....	100
Figure 3. 20- Essai de traction statique indirecte : a) mise en place de l'éprouvette, b) fin de l'essai, c) éprouvette à la fin de l'essai.....	104
Figure 3. 21- Exemple d'un courbe charge-horizontale déplacement horizontal.	104
Figure 3. 22 - L'opération de compactage des éprouvettes d'essai module complexe ; a) extrusion de l'éprouvette, b) pesée de l'éprouvette immédiatement après le compactage.....	107
Figure 3. 23 - Carottage de l'échantillon	108
Figure 3. 24 - Mise à niveau des faces de l'éprouvette.....	108
Figure 3. 25 - Aspect des éprouvettes pour les quatre compositions de mortier.....	108

Figure 3. 26 - Instrumentation de l'AMPT PRO.....	110
Figure 3. 27 - Montage d'éprouvettes dans la cellule climatique	111

CHAPITRE 4

Figure 4. 1- Distribution de la densité du rapport entre la perte de masse et la masse totale de l'éprouvette.....	116
Figure 4. 2 - a) l'écoulement de l'eau à la fin du compactage (mortier 1 et 2) ; b) pas d'écoulement d'eau visible à la fin du compactage (mortier 3 et 4).....	117
Figure 4. 3 - Enveloppes supérieure et inférieure des courbes de compactage des mortiers 2 et 4.....	118
Figure 4. 4 - Évolution de la teneur en eau résiduelle des éprouvettes au cours du temps.	120
Figure 4. 5 - Résistance à la traction indirecte, la charge en fonction du déplacement horizontal pour le mortier 1 et le mortier 4.....	123
Figure 4. 6 - Résistance à la traction indirecte, ITS en fonction du temps de durcissement pour les quatre mortiers.....	123
Figure 4. 7 - Autres propriétés mécaniques obtenues par essai de traction indirecte des mortiers 1 et 4 : a) déformation de rupture $\varepsilon_{\text{failure}}$ en fonction du temps et b) module de rigidité sécante E_{IT} en fonction du temps.....	124
Figure 4. 8 - Comparaison des mortiers en fonction de la relation entre l'évolution de la teneur en eau résiduelle et l'ITS.....	126

CHAPITRE 5

Figure 5. 1- Courbes isothermes du module de rigidité E_0 (a, c, e et g) et de l'angle de phase φ (b, d, f et h) en fonction de la fréquence et de la température pour les quatre mortiers bitumineux testées....	131
Figure 5. 2 - Présentation du module complexe dans l'espace de Black (pour les quatre mortiers)....	133
Figure 5. 3 - Présentation du module complexe dans le plan de Cole-Cole (pour les quatre mortiers).	134
Figure 5. 4 - Courbe maîtresse : a) module de rigidité E_0 ; b) angle de phase φ ($T_{\text{réf}}=25^\circ\text{C}$).....	135
Figure 5. 5 - Facteurs de décalage et modèle WLF.....	139
Figure 5. 6 - Données expérimentales et modèle des courbes maîtresses ($T_{\text{réf}}=25^\circ\text{C}$) : a) module de rigidité ; b) angle de phase.....	140
Figure 5. 7 - Données expérimentales et modèle des courbes maîtresses ($T_{\text{réf}}=25^\circ\text{C}$) : a) module de rigidité ; b) angle de phase.....	140
Figure 5. 8 - a) écart du module de rigidité normalisé ; b) écart de l'angle de phase.....	141
Figure 5. 9 - En fonction de l'amplitude de la déformation : a) E_0 ; b) E_1 ; c) φ ; d) E_2 pour une fréquence de 1 Hz ; e) E_0 ; f) E_1 ; g) φ ; h) E_2 pour 10 Hz, (Mortier 1_S1).....	145
Figure 5. 10 - Directions de non-linéarité sur l'espace Black, pour Mortier1_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$	146

Figure 5. 11 - Directions de non-linéarité sur le diagramme de Cole pour Mortier1_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$	146
Figure 5. 12- Directions de non-linéarité sur l'espace Black, pour Mortier4_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$	147
Figure 5. 13 - Directions de non-linéarité sur le diagramme de Cole pour Mortier4_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$	147

RESUME

Cette thèse s'inscrit dans le cadre des essais inter laboratoires RILEM* TC 280 –CBE effectués en Italie (Université polytechnique de Marche) par le biais d'une bourse de longue durée entrant dans le cadre du programme Nationale exceptionnel (P.N.E) .Cette bourse a été offerte par le Ministère de l'Enseignement Supérieur Algérien (MESRS). Elle vise principalement à caractériser le rôle des mortiers à émulsion de bitume en tant que systèmes modèles et à établir un lien entre les propriétés des émulsions de bitume et les performances mécaniques des mortiers confectionnés à froid à base d'émulsion de bitume utilisés dans les infrastructures routières.

Quatre types de mortiers à émulsion de bitume à froid (EBF) ont été testés dans le cadre de ce travail de recherche .La composante principale des mortiers étant les mastics. Les mastics sont préparés en prenant comme base des fines (ou filler) additionné avec un liant hydraulique (ciment) auquel on ajoute une émulsion de bitume du type cationique. On obtient un mortier en associant le mastic préparé avec un type de sable .Dans notre cas nous avons pris deux types de sables .Le premier quartzueux en provenance d'Allemagne et le second calcaire en provenance d'Italie. Pour les émulsions de bitume, trois types d'émulsion : A, B, C ont été choisi selon leur teneur en bitume et selon leur viscosité et le temps d'écoulement.

Des essais réalisés sur les mortiers à partir de la presse de résistance à la traction indirecte (ITS) après conservation des échantillons dans une chambre climatiques de cure pendant les périodes suivantes : (1 ,3 ,7 et 28 jours), sous une température ambiante de 25°C. Leurs compactages ont été réalisés à partir de la presse de cisaillement giratoire (PCG).

Les résultats obtenus à la traction indirecte ont montré que la résistance à la traction indirecte (ITS) testée à long terme à une température de 5°C variait entre 1.14 MPa et 1.52 MPa .Ils ont mis en exergue l'importance des propriétés intrinsèques des émulsions cationiques et de leur compatibilité avec les particules de sable utilisés. Les tests réalisés à cet effet ont montré aussi que l'augmentation de la résistance était directement liée à l'évaporation de l'eau, ce qui suggère que la rupture de l'émulsion s'est produite principalement par le mécanisme de formation de film.

Dans la dernière phase de nos essais, des essais sur le module complexe $|E^*|$ ont été effectués afin d'analyser la réponse de la déformation des matériaux à partir de la courbe maîtresse en utilisant le modèle rhéologique 2S2P1D-HY. Les mortiers ont un comportement dépendant de la température et de la fréquence et ils sont thermorhéologiquement simples .Le principe de superposition temps température est considéré comme valide .Les modules de rigidité étant tous supérieurs à 50MPa et sont rangés dans la fourchette [55 -7600MPa].

Mots clés : Emulsion de bitume, Cure, Traction Indirecte, Module Complexe, Sable, ciment, Mortier.

ABSTRACT

This thesis is part of the inter-laboratory tests RILEM * TC 280 -CBE carried out in Italy (Polytechnic of Marche University) through a long duration Scholarship (PNE) obtained from the Ministry of Higher Education of Algeria. It mainly aims to characterize the role of bitumen emulsion mortars as model systems and to establish a link between the properties of bitumen emulsions and the performance of cold-mixed bitumen emulsion mortars used in road infrastructures.

Four types of cold bitumen emulsion mortars (CBE) were tested in this research work. The main component of mortars being mastics. Mastics are prepared by taking as a base fines (or filler) added with a hydraulic binder (cement) to which is added a bitumen emulsion of the cationic type. A mortar is obtained by combining the prepared mastic with a type of sand. In our case, we took two types of sand. The first quartz sand from Germany and the second sand from Italy. For bitumen emulsions, three types of emulsion: A, B, C were chosen according to their bitumen content and according to their viscosity and flow time.

Tests carried out on the mortars from the indirect tensile strength press (ITS) after keeping the samples in a curing bath for the following periods: (1 , 3 , 7 , 28 days), under a ambient temperature of 25°C. Their compactions were carried out using the gyratory shear press (PCG).

The results obtained with indirect traction showed that the indirect tensile strength (ITS) tested in the long term at a temperature of 5°C varied between 1.14MPa and 1.52 MPa. They highlighted the importance of the intrinsic properties of cationic emulsions and their compatibility with the sand particles used. The tests carried out for this purpose also showed that the increase in strength was directly related to the evaporation of water, which suggests that the breakdown of the emulsion occurred mainly by the film formation mechanism. .

In the last phase of our tests, tests on the complex modulus $|E^*|$ were carried out in order to analyze the response of the deformation of materials from the master curve using the rheological model 2S2P1D-HY. Mortars have a behavior dependent on temperature and frequency and they are thermorheologically simple . Time-temperature superposition is considered valid. The stiffness module is all greater than 50MPa and is ranged within [55 - 7600MPa].

Keywords: : bitumen emulsion, Curing, Indirect traction strength (ITS) , complexe modulus , sand, cement, Mortar.

ملخص

هذه الأطروحة هي جزء من العمل المخبري المشتركين المختبرات من خلال مشروع الاتحاد الدولي للمختبرات والخبراء في مواد البناء، الأنظمة وهياكل البناء (RILEM* TC 280-CBE) التي أجريت في إيطاليا (جامعة البوليتكنيك في ما ركي) من خلال منحة دراسية طويلة المدى والمقدمة من طرف وزارة التعليم العالي والبحث العلمي بالجزائر في إطار البرنامج الاستثنائي الوطني في الخارج. ويتمثل هدفها الرئيسي في وصف دور ملاط مستحلب البيتومين بأنها نظم نموذجية وإقامة صلة بين خصائص المستحلب البيتومين وأداء الملائط الباردة استنادا إلى مستحلب بيتومين المستخدم في البنية التحتية للطرق.

تم اختبار أربعة أنواع من ملاط مستحلب البيتومين البارد كجزء من هذا العمل البحثي. المكون الرئيسي لملاط مستحلب البيتومين هو المصطكي. يتم تحضير المصطكي بأخذ غرامات أساسية من الركام مضاف إليها مادة رابطة هيدروليكية (أسمنت) يضاف إليها مستحلب البيتومين من النوع الكاتيوني. يتم الحصول على الملاط من خلال دمج المصطكي المحضر مع نوع من الرمل، وفي هذه الحالة أخذنا نوعين من الرمل، الأول رمل الكوارتز من ألمانيا والثاني رمل جير من إيطاليا. بالنسبة لمستحلبات البيتومين، تم اختيار ثلاثة أنواع من المستحلب: A، B، C وفقاً لمحتوى البيتومين ووفقاً لزوجتها ووقت التدفق.

تم إجراء الاختبارات على الملاط من اختبار مقاومة الشد غير المباشر (ITS) بعد تخزين العينات في غرفة المعالجة المناخية للفترات التالية: (1، 3، 7، 28 يوماً)، تحت درجة حرارة محيطية 25 درجة مئوية. تم إجراء عمليات ضغطهم باستخدام مكبس القص الدوراني (PCG).

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها باستخدام اختبار مقاومة الشد غير المباشر (ITS) التي تم اختبارها على المدى الطويل على درجة حرارة 5 درجات مئوية تراوحت بين 1.14 ميغا باسكال و1.52 ميغا باسكال، وسلطت الضوء على أهمية الخصائص الجوهرية للمستحلبات الكاتيوني وتوافقها مع جزيئات الرمل المستخدمة. أظهرت الاختبارات التي أجريت لهذا الغرض أيضاً أن الزيادة في القوة كانت مرتبطة بشكل مباشر بتبخر الماء، مما يشير إلى أن انهيار المستحلب حدث بشكل أساسي بواسطة آلية تكوين الفيلم.

في المرحلة الأخيرة من العمل المخبري المنجز، تم إجراء اختبارات على المعامل المركب | E * | لتحليل استجابة التشوه للمواد بالاعتماد على المنحنى الرئيسي باستخدام النموذج الانسيابي 2. S2PID-HY. الملاط لها سلوك يعتمد على درجة الحرارة والتردد وهي بسيطة من الناحية الحرارية، ويعتبر مبدأ تراكب الوقت ودرجة الحرارة صالحاً وحدات التصلب كلها فوق 50 ميغا باسكال وهي في النطاق [55-7600 ميغا باسكال].

الكلمات المفتاحية: مستحلب البيتومين، العلاج، الجر غير المباشر، المعامل المركب، الرمل، الأسمت، الملاط، .

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

<i>2S2P1D</i>	Combinaison de deux ressorts, deux patins et un amortisseur
<i>AASHTO</i>	American Association of State Highway and Transportation Officials
<i>ASTM</i>	American Society for Testing and Materials
<i>DW</i>	La perte d'humidité par évaporation
<i>E_{IT}</i>	Le module de rigidité sécant
<i>E₀(ω)</i>	Le module de rigidité
<i>E₁</i>	Le module de restitution
<i>E₂</i>	Le module de dissipation
<i> E*(ω) </i>	La norme du module complexe
<i>GB</i>	Grave bitume
<i>ITS</i>	Résistance à la traction indirecte
<i>m₀</i>	Masse du pycnomètre vide avec bouchon, en grammes
<i>m₁</i>	Masse du pycnomètre avec la portion de charge d'essai, en grammes
<i>m₂</i>	Masse du pycnomètre avec la partie test des fines
<i>PCG</i>	Presse à cisaillement giratoire
<i>PETT</i>	Principe d'Équivalence Temps Température
<i>P_f</i>	Densité des particules des fines à 25 °C, en mg/m ³
<i>p_l</i>	Densité du liquide (eau) à 25 °C, en Mg/m ³ par mètre cube
<i>RW</i>	l'eau résiduelle dans les spécimens
<i>VA</i>	le volume des vides inters granulaires
<i>VFB</i>	Vide occupé par le bitume
<i>VFL</i>	le volume de l'émulsion et de l'eau extérieure
<i>VMA</i>	Les vides dans l'agrégat minéral
<i>V_{air}</i>	Volume des vides d'air (cm ³)
<i>V_{ag}</i>	Volume de l'agrégat (cm ³)
<i>V_{bit}</i>	Volume du bitume (cm ³)
<i>V_m</i>	le pourcentage du volume total du mélange occupé par l'air et l'eau libre

a_{Tref}	facteurs de décalage en température
ε	la déformation
$\overline{\varepsilon_{hx}}$	La déformation horizontale
$\varepsilon_{rupture}$	La déformation de rupture horizontale
ρ_b	Densité apparente de l'échantillon enrobé (g/cm ³)
ρ_B	Densité du liant (g/cm ³)
ρ_m	Densité maximale (g/cm ³)
ρ_w	Densité de l'eau
$\sigma (t)$	la contrainte
ϕ_{BE}	Fraction d'émulsion de bitume
ϕ_{mastic}	fractions de mastic
$\phi_{mortier}$	Fraction de mortier
$\phi_{s,SSD}$	Fraction de sable
ϕ_v	la fraction volumique des vides d'air
ϕ_w	fraction volumique totale de l'eau inter- granulaire

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

%	Pourcentage
°	Degré
°C	Degré Celsius
d	Plus petite dimension d'un granulat
D	Plus grande dimension d'un granulat
α	Coefficient de régression du module complexe (sans dimension)
β	Coefficient de régression du module complexe (sans dimension)
δ	Coefficient de régression du module complexe (sans dimension)
η	Viscosité newtonienne d'un amortisseur
μm	Micromètre
C_1	Constante du module complexe
C_2	Constante du module complexe
Fr	Fréquence
Hz	Hertz
MPa	Méga pascal

1. Introduction générale

Les problèmes écologiques générés par les activités humaines, la réduction progressive des énergies fossiles et la dégradation de l'environnement ont motivé les pouvoirs publics des différentes nations à prendre conscience sur les conséquences engendrées par ces phénomènes, tout en réfléchissant sur l'opportunité de réduire les émissions de gaz à effet de serre et d'économiser l'énergie consommée. Dans ce contexte, Il est judicieux de rappeler aussi que le secteur de la construction routière demeure l'un des secteurs les plus stratégiques dans la consommation d'agrégats et de bitumes dans la réalisation des chaussées et les entretiens routiers . Donc une réduction de la consommation énergétique et la réduction de l'effet de la pollution demeure plus qu'indispensable en passant des enrobés à chaud aux enrobés à froid.

Les structures de chaussées routières sont soumises à des sollicitations très complexes imposées par la circulation routière et l'effet du climat a une influence importante sur le comportement des matériaux de chaussées .Les chaussées subissent sous l'effet des gradients thermiques des phénomènes pathologiques pouvant être observées sur la chaussée initialement par des microfissures qui peuvent se propager dans la chaussée dont leurs conséquences deviennent néfastes et dangereuses vis-à-vis du conducteur et du véhicule.

Les enjeux économiques sont importants et sont liés principalement soit par un dimensionnement de chaussée adéquat tendant vers de faibles épaisseurs et ainsi favoriser la mise au point de matériaux innovants et d'assurer pour une bonne mise en service de la route, une gestion pérenne de l'entretien routier ce qui demande un investissement conséquent à mettre en place.

Pour les enrobés bitumineux à chaud utilisés dans les revêtements routiers et composés de (liant, granulats, filler), la fabrication et la mise en œuvre de l'enrobé nécessite une température de chauffage variant entre 130 et 180°C selon le liant utilisé.

Plusieurs recherches ont été axées sur l'abaissement de la température de fabrication et de mise en œuvre des enrobés où au début des années 2000 afin de réduire la consommation d'énergie et de réduire les émissions de gaz à effet de serre a donné naissance à un nouveau produit d'enrobé intitulé « tiède » ou « semi-tiède » dont la température de fabrication et de

mise en œuvre descend de 25°C à 40°C de celle de l'enrobé à chaud , tout en gardant les spécifications initiales de températures du liant bitumineux.

Les enrobés à chaud qui sont majoritairement utilisés dans les structures de chaussées, sont dans la plupart des cas considérés comme gros consommateurs d'énergie et de granulats lors de leur processus de fabrication .Les granulats concassés utilisés dans la formulation des enrobés, sont les matériaux les plus appropriés dans la construction des routes et leurs entretiens. Cependant, les études économiques des projets routiers basées sur les paramètres qualité/prix sont associées sur les performances des agrégats grossiers répondant aux qualités requises par le cahier des charges et pouvant supporter un trafic de circulation intense, ce qui suggère à première vue un investissement financier très important dans le choix et l'utilisation des agrégats routiers ce qui tend vers une réduction de ces gisements dans un court et moyen terme.

L'enjeu principal dans notre étude est double :

- ✓ Utilisation d'un sable calcaire 0/2mm afin de se prémunir des granulats supérieurs à 3mm et donc éviter une forte demande en granulats.
- ✓ Utiliser un liant provenant d'une émulsion de bitume à froid pour la formation d'un mortier et donc diminuer les gaz à effet de serre.
- ✓ Utilisation d'un type de ciment de classe CMI 42.5 afin d'assurer une bonne maniabilité du mortier et augmenter son module de rigidité.

l'utilisation des mortiers coulés à froid composés de sable concassé + filler + Ciment + émulsion de bitume, utilisés comme alternative à celle des enrobés bitumineux à chaud dans la fabrication et la mise en œuvre des chaussées restent un enjeu majeur à long terme car ils sont associées à une réduction faible en consommation d'énergie et en émissions moindres en CO₂ , en comparaison avec les deux types d'enrobés utilisés à ce jour à savoir les enrobés à chauds (180°C) et tièdes (130°C) utilisés depuis une trentaine d'années .

Cependant la durabilité des chaussées associées à un mélange de matériaux enrobés avec des émulsions de bitume sont conditionnées par leurs performances acquises sur le terrain qui doivent être comparables à celles des chaussées réalisées avec des matériaux traditionnels.

Les émulsions de bitumes sont habituellement utilisées dans l'entretien et la construction routière et sont du type cationiques ou anionique. Le type de l'émulsion est caractérisé par le signe de la charge des particules de bitume que composent le mélange. Ce signe est conditionné essentiellement par l'émulsifiant employé dans la fabrication de l'émulsion. L'émulsion de bitume est une dispersion de bitume dans l'eau à laquelle est ajouté un agent tensioactif appelé émulsifiant ou émulsif ; elle est composée de deux phases : dispersée et dispersante. Les particules de l'émulsion de bitume dispersée ont un diamètre variant entre 1 et 10 microns ; le liquide qui le reçoit (insoluble dans le bitume), de densité presque égale à la densité de l'eau.

Les émulsions de bitume sont principalement identifiées en fonction de leur polarité et de leur comportement à la rupture (AASHTO M 208 ,2018 ; AASHTO M 316 ,2018 ; ASTM 2397 ,2007 ; ASRM D977 ,2019 ; EN 13808 ,2013). Les systèmes de classement ASTM et AASHTO incluent également des informations sur la viscosité de l'émulsion et la dureté du bitume. D'autre part, les spécifications de la norme européenne EN 12-597 exigent également des informations sur la teneur en bitume et l'utilisation du dosage. Les deux systèmes fournissent des codes spécifiques pour identifier l'utilisation de liants modifiés par polymère.

Ce travail de thèse a été réalisé en collaboration avec l'équipe inter laboratoire relevant de l'université polytechnique de Marches (Italie) dans le cadre du comité technique RILEM 280-CBE ayant comme objectif la caractérisation multi phase des matériaux à émulsion de bitume en vue de proposer un lien entre les propriétés de l'émulsion et les propriétés des mélanges de l'émulsion de bitume à froid (CBE) (cold bitume émulsion ou émulsion de bitume à froid).

Le cadre du travail a été basé sur l'évaluation de systèmes de modèles méso échelle comportant : le mastic (émulsion de bitume, ciment et filler) et le mortier (mastic et granulats fin). Les tests inter laboratoire nous ont permis d'étudier les relations interphases des différentes couches et le comportement physico-mécanique et macroscopique de l'émulsion de bitume correspondants aux matériaux composites.

Ce travail de thèse est composé de cinq chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une première partie d'étude bibliographique se basant sur les caractéristiques de base des liants hydrocarbonés (Normes), leurs genèses ainsi que leurs fabrications : pétrole brut, raffinage et leurs dérivés obtenus à différentes températures.

Le deuxième chapitre présente une deuxième partie de l'étude bibliographique consacrée au comportement des enrobés bitumineux préparés à chaud et à froid, la grave émulsion et les différents essais mécaniques utilisés dans le cadre de notre étude : le compactage par presse à cisaillement giratoire (*PCG*), les essais de traction indirect (*ITS*) et l'appareillage AMPT-Pro utilisée pour la détermination du module complexe E^* .

Le chapitre trois permet de définir les grands axes de notre expérimentation menée au sein du laboratoire Inter Labo RILEM* TC 280 –CBE (Université polytechnique delle Marche , Italie) à savoir : la méthodologie d'étude , la matériaux utilisés (sable calcaire et quartzeux) , les caractéristiques des émulsions de bitumes utilisés (A, B et C) et les essais effectués sur les quatre type de mortier avec l'appareil de traction indirect et les essais d'obtention sur le module complexe (E^*) .

Le chapitre quatre est destiné aux interprétations des essais effectués sur les mortiers 1, 2,3 et 4, en l'occurrence l'étude de Influence de l'émulsion de bitume sur le comportement du durcissement des mortiers à émulsion de bitume à froid.

Le chapitre cinq est consacré principalement sur une interprétation des différents résultats obtenus sur les mortiers 1,2 ,3 et 4 caractérisant la variation des de la rigidité E_0 selon les courbes isothermes en fonction des fréquences, l'étude de la courbe maitresse du module complexe et les modules complexes dans le plan de Cole-Cole. Une modélisation des enrobés bitumineux pour les quatre mortiers analysés ont été modélisés à partir des modèles 2S2P1D-HY et WLF (William –Landel-Ferry).

On termine par une conclusion relatant les différents résultats obtenues lors de nos essais et comparés avec la littérature.

CHAPITRE 1

Revue bibliographique

Ce chapitre présente une ébauche de travaux antérieurs se basant sur les propriétés rhéologiques des liants hydrocarbonés, leur genèse, les spécifications des liants hydrocarbonés.

1.1 Genèse des liants hydrocarbonés

Le terme liant signifie “colle” ou “ binder” en anglais et l’adjectif «hydrocarboné » indique un produit renfermant des atomes de carbone et d’hydrogène .Implicitement un liant hydrocarboné est un liant organique. Les liants hydrocarbonés diffèrent des liants hydrauliques par leurs caractéristiques principales se présentant soit comme des liquides visqueux soit par des solides demi-mous.

Les liants hydrocarbonés sont des matériaux connus depuis la plus haute antiquité ou à l’époque ce matériau était utilisé en quantité très limitée et était restreint qu’à des travaux d’étanchéité de bâtiments de qualité et de réservoir d’eau destiné à la consommation humaine.

Un ouvrage daté de juin 1886 de Léon Malo, mentionné par l’ingénieur Bernard Lombardi (Ex Président de la commission de normalisation des liants hydrocarbonés en France), apporta la preuve que l’asphalte et les bitumes naturels jouaient un rôle très important dans le domaine des travaux publics.

Les asphaltes naturels, termes très employés aux Etats Unis, sont des pétroles naturels extra-lourds de consistance très visqueuses à solides ou généralement des mélanges noirâtre de calcaire, de silice et de bitume .Cependant leurs techniques d’utilisations dans les revêtements routiers et entretiens routiers viennent concurrencer l’emploi des liants à base de chaux et de ciment ces trente dernières années.

La genèse des liants hydrocarbonés tire ses dépendances à partir des dates suivantes :

- ✓ De 1900 à 1930 : extraction du goudron de houille ;
- ✓ De 1930 à 1950 : utilisation de l’émulsion de bitume ;
- ✓ Jusqu’en 1970 : utilisation des bitumes purs ;
- ✓ Les années 1970 : utilisation des bitumes dérivés des polymères ;
- ✓ Les années 1980 : utilisation des liants modifiés et leurs additifs ;
- ✓ Les années 1990 : utilisation des bitumes spéciaux.

1.2 Caractéristiques Physico-chimiques des liants hydrocarbonés

Les enrobés routiers destinés à être utilisés en structures de chaussées routières (chaussées souples ou semi-rigides) possèdent des caractéristiques mécaniques de résistance très élevées dont on cite comme exemple le modules de rigidité de la grave bitume de l’ordre 6000 MPa (

Trafic de la classe T2 dans la classification GTR 1992), alors que les enrobés à modules élevés (EME) utilisés principalement pour les forts trafic routiers (Autoroutes) sont de l'ordre de 14000 MPa. La couche de surface appelée couche de roulement réalisée par un enrobé bitumineux semi-dense de granulométrie (0/10 mm ou 0/14mm), permet de protéger et d'assurer une imperméabilisation de la chaussée.

Les liants hydrocarbonés permettent aussi d'assurer la rigidité de l'ensemble du matériau composite granulats + liants, qui nécessitent la connaissance de leurs caractéristiques physico-chimiques et doivent être conformes aux normes prescrites et aux cahiers des prescriptions communes (CPC) et ce en vue de les utiliser à bon escient dans les infrastructures routières et de l'entretien routier.

Les liants hydrocarbonés ou "produits noirs" sont d'une manière générale des matériaux adhésifs (liants), visqueux, et contenant soit du bitume, du goudron, ou les deux. Lorsqu'ils sont associés à des granulats on les définit comme "matériaux enrobés".

Les pétroles bruts qui sont des mélanges complexes d'un grand nombre de substances, varient aussi bien en apparence qu'en consistance suivant le pays ou même de l'endroit d'extraction.

Ils sont classés en trois catégories :

- ✓ Paraffiniques : contenant des paraffines et peu de bitume.
- ✓ Asphaltiques : à dominance naphthénique et contenant peu ou pas de paraffine mais du bitume en grande proportion.
- ✓ Mixtes : paraffiniques et naphthénique.

Les bitumes sont généralement obtenus par distillation du pétrole brut et sont couramment utilisés sous trois formes différentes :

- ✓ Tels quels.
- ✓ Sous forme de bitumes fluidifiés par addition de solvants volatils.
- ✓ Sous forme d'émulsions aqueuses.

D'après la norme européenne EN 12-597, la classification des liants hydrocarbonés regroupe les liants ou mélange de liant et granulats contenant du bitume ou des liants à base de goudron

.Les liants bitumineux issus du pétrole sont quant à eux différenciés selon leur structure :

- ✓ Bitume pur.
- ✓ Bitume fluidifié ou Cut-back : c'est un bitume additionné avec un diluant, contient des solvants organiques qui sont considérés comme néfastes et dangereux pour les travailleurs.
- ✓ Bitume fluxé : c'est un bitume additionné à une huile de fluxage.
- ✓ Bitume modifié : c'est un bitume dont les propriétés rhéologiques ont été modifiées pendant la fabrication par l'emploi d'un ou plusieurs agents chimiques.
- ✓ Emulsion de bitume : est un liant polyvalent utilisé à basse température sans dégagement gazeux , constitué par une phase liquide continue (phase dispersante) et , au moins , une deuxième phase liquide dispersée dans la première sous forme de fines gouttelettes .La stabilité du système (eau-bitume) est obtenue par intermédiaire d'un agent tensio-**actif** (émulsifiant) .

Et selon leur usage, on peut utiliser :

- ✓ *Un bitume routier* : bitume utilisé pour l'enrobage des granulats destinés à la construction et l'entretien des routes et des structures assimilées ;
- ✓ *Un bitume industriel* : par opposition au précédent, ces bitumes peuvent à d'autres usages que la construction et l'entretien des routes et des structures assimilées.

Le bitume utilisé dans les infrastructures routières en Algérie est dominé par deux entreprises publiques qui sont issues de la restructuration de la SONATRACH, Kettab (2007) à savoir :

- ✓ *NAFTEC* : chargé de l'importation du pétrole brut réduit et son raffinage pour la fabrication du bitume pur.
- ✓ *NAFTAL* : chargé de stockage, de la transformation et de la commercialisation des bitumes.

Ramond et al.2000 ont mentionné que l'industrie routière en Algérie utilise deux catégories de bitume 40/50 et le 80/100 :

- ✓ La première est fabriquée en Algérie
- ✓ La deuxième est soit fabriquée en Algérie soit importée d'Espagne.

Cependant les analyse qui ont été faites au laboratoire ont montré que le bitume 40/50 présentent des problèmes liés aux fluctuations des caractéristiques des liants à l'arrivée sur chantier qui peuvent se répercuter directement sur la formulation et leur conditions de

fabrication et de mise en place de l'enrobé (Laradi ,1995) .Les conséquences pouvant être observées sur le site lors de ces fluctuations sont :

- ✓ Déformations permanentes ;
- ✓ Fissurations par fatigue thermique ;
- ✓ Fissuration à basse température.

1.3 Utilisation des différents liants hydrocarbonés dans les domaines routiers

Les différents liants utilisés dans les infrastructures routières sont différenciés suivant la mise en place des couches de chaussées (Couches d'accrochage –liaison–imprégnation) afin d'assurer la durabilité de la chaussée routière.

La figure 1.1 illustre les différentes composantes d'une chaussée et les types de liants assurant la liaison de couches.

Dans la figure 1.2.(a) nous visualisons l'utilisation de la couche d'accrochage par émulsion de bitume qui peut intervenir entre deux couches de matériaux traités pouvant assurer une liaison d'interface entre la couche de base et la couche de roulement .Cette liaison donne aux deux couches une liaison parfaite et diminue les contraintes à l'interface , ce qui permet une longévité de la structure de la chaussée . L'émulsion utilisée est en général à rupture rapide à très rapide ou à rupture contrôlée.

La figure 1.2 b montre l'emploi de l'émulsion de bitume sous forme d'imprégnation .Elle est utilisée entre deux couches (l'une traitée et l'autre non traitée).C'est un bitume fluidifié type 0/1 mm. Son utilisation dans le domaine de l'entretien routier est motivée pour des raisons de souplesse d'emploi, d'économie, d'énergie et de protection de l'environnement. .

La figure 1.3 permet de visualiser l'emploi des émulsions de bitume sur chantier utilisée comme couche d'accrochage figure 1.3 a ou comme couche de liaison figure 1.3.b.

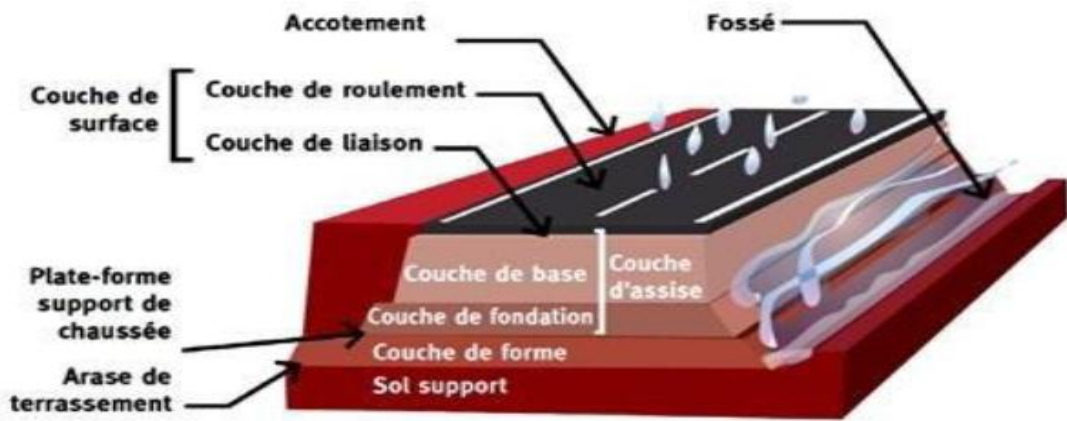


Figure 1. 1-Différentes composantes de couches de chaussée.

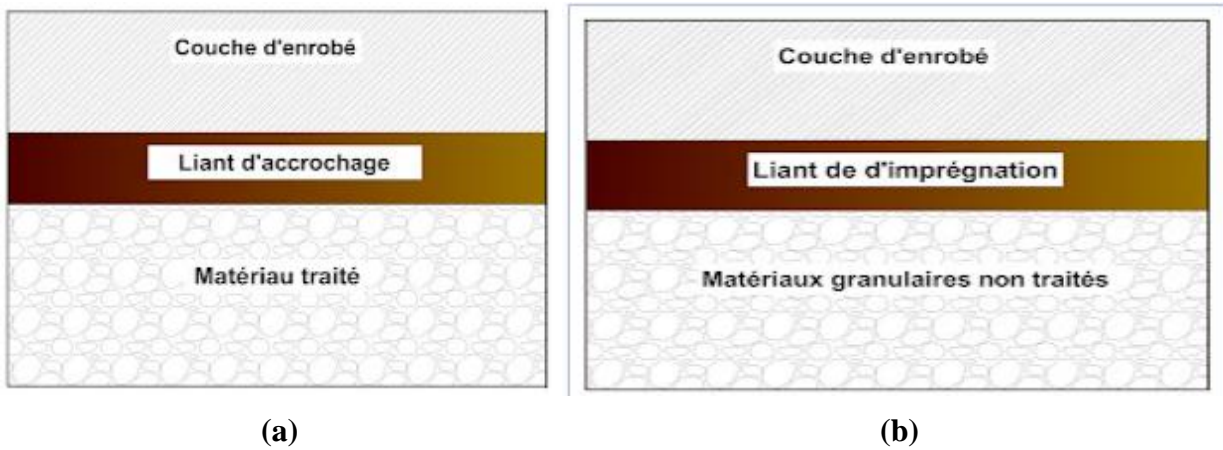


Figure 1. 2- deux couches en matériaux traités liées : a) par un liant d'accrochage b) par un liant d'imprégnation.



Figure 1. 3- Mise en service : a) couche d'accrochage b) couche de liaison.

1.4 Principaux essais de laboratoire pour le contrôle des liants hydrocarbonés

Dans le cas du bitume chaud , sa consistance fluide permet d'adhérer à différents types de matériaux .Après refroidissement à la température ambiante, il devient presque solide mais flexible .Aux très basses températures , il devient dure et fragile ,ce qui limite son emploi. Les caractéristiques de spécifications des bitumes sont représentées dans le tableau 1.1.

Pour les Cut-back qui sont des mélanges asphaltiques de dureté normale (de pénétration comprise entre 80/100mm et 100/100 mm) , soit avec des fractions légères de distillation du pétrole tel le kérosène , soit avec des huiles légères , ou plus souvent moyenne , provenant de la distillation des houilles .Ils sont caractérisés par leur rapidité de prise , de couleur noir et par leur pouvoir collant très élevé .Les caractéristiques principales des Cut-back sont reportées dans le tableau 1.2.

Pour le cas des émulsions de bitume utilisées dans ce chapitre , une attention particulière est accordée dans la suite de notre travail de recherche tout en mentionnant l'enjeu principal de l'utilisation des émulsions de bitume à froid ayant pour objectif l'obtention des performances requises compatibles avec ceux employés à chaud et ainsi de parvenir à étudier le lien entre les propriétés de l'émulsion et celle des mélanges (sable ; ciment ; émulsion).

Les caractéristiques principales des émulsions du types anioniques et cationiques sont représentées dans les tableaux 1.3 et 1.4 ;

Les émulsions de bitumes sont caractérisées par leurs caractéristiques physiques suivantes :

- ✓ Détermination de la teneur en eau ;
- ✓ Détermination de la pseudo-viscosité ;
- ✓ Détermination de l'indice de rupture d'une émulsion cationique ;
- ✓ Détermination du signe de la charge des particules de l'émulsion ;
- ✓ Stabilité au stockage par décantation ;
- ✓ Adhésivité d'une émulsion cationique ;
- ✓ Homogénéité par tamisage.

Tableau 1. 1-Spécification des principaux bitumes obtenus par distillation directe.(Guide de renforcement ,1992).

Essais	Normes	Unité	Bitumes		
			80/100	60/70	40/50
Bille et Anneau	NFT 66-008	°C	41 à 51	43 à 56	47 à 60
Pénétrabilité à 25°C, 100gr, 5sec	NFT 66-004	1/10mm	80 à 100	60 à 70	40 à 50
Densité relative à 25°C (méthode au Pycnomètres)	NFT 66-007	gr/ml	1.00 à 1.07	1.00 à 1.10	1.00 à 1.10
Pénétrabilité restante par rapport à la pénétrabilité initiale après de masse au chauffage.	-	%	> 70	> 70	> 70
Point d'éclair (Appareil Cleveland)	NFM07-019	°C	> 230	> 230	> 250
Ductilité à 25°C	NFT 66-006	cm	>100	> 80	> 80
Solubilité dans C2Cl4	NFT 66-012	%	> 99,5	> 99,5	< 99,5
Teneur en paraffine (Méthode LCPC)	NFT 66-115	%	< 4.5	< 4.5	< 4.5
Perte de masse au chauffage (163°C pendant 5h).	NFT66-011	%	< 2	< 1	< 1

Tableau 1. 2- Spécifications des bitumes fluidifiés ou Cut-Back (Guide de renforcement ,1992).

Caractéristiques	Classes				
	0/1	10/15	150/250	400/600	800/1400
Pseudo-viscosité au viscosimètre : <ul style="list-style-type: none"> ▪ D'origine 4mm à25°C (s) ▪ D'origine 10mm à 25°C (s) ▪ D'origine 10mm à 25°C (s) 	< 30 " "	10 à 15	15à 250	' 400 à 600 '	80 à 200
Densité relative à 25°C au Pycnomètres	0.9 à 1.0	0.9 à 1.02	0.92 à 1.04	0.92 à 1.04	0.92 à 1.04
Distillation fractionnée (en % du Volume Initial) <ul style="list-style-type: none"> ▪ 190°C ▪ 225°C ▪ 315°C ▪ 360°C 	< 9 10à27 30 à45 < 47	- < 11 16 à 28 < 32	- < 3 6à15 < 20	- < 2 5 à 12 < 15	- < 2 3à 11 < 13

Tableau 1. 3- Spécification des émulsions anioniques (Guide de renforcement ,1992).

Caractéristiques	Rapide			Lente			Sur stabilisée	
	CLASSES			CLASSES			CLASSES	
Teneur en eau(%)	EAR50	EAR55	EAR60	EAL55	EAL60	EAL65	EAS55	EAR60
Pseudo-viscositéà25°C (mm²/s)	≤ 51	≤ 46	≤ 41	≤ 36	≤ 46	≤ 41	≤ 51	≥ 41
Homogénéité - Particules > 0.6mm (%) - Particules comprises entre 0.63mmet 0.16mm(%)								
Indice de rupture								
Stabilité au ciment								

Tableau 1. 4- Spécification des Emulsions cationiques (Guide de renforcement ,1992).

Caractéristiques	Rapide			Semi- rapide			Lente			Sur stabilisée	
	Classes			Classes			Classes			Classes	
	ECR 60	ECR 65	ECR 69	ECM 60	ECM 65	ECM 69	ECL 55	ECL 65	ECR 60	ECS 55	ECS 60
Teneur en eau(%)	≤ 41	≤ 36	≤ 32	≤ 41	≤ 16	≤ 32	≤ 46	≤ 41	≤ 36	≤ 41	≤ 41
Pseudo-viscosité à 25°C (mm²/s)	15 à 115	> 45	> 115	15 à 230	>45	>115	<115	15 à 115	45	<115	>15 à 230
Homogénéité :											
-Particules >0.63mm(%)	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
-Particules comprises entre 0.63mm et 0.16mm(%)	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25	< 0.25
Stabilité au stockage											
-Emulsion à stockage lente(%)	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5
-Emulsion stockable(%)	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5
Adhésivité	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90
-Emulsion à stockage lente (%)	≥75	≥75	≥75	≥75	≥75	≥75
-1°Partie de l'essai											
2°Partie de l'essai				≥75	≥75	≥75	≥75	≥75	≥75
Emulsion stockable											
Indice de rupture	<100	<100	<100	80 à 140	80 à 140	80 à 140	>120	>120	>120		
Stabilité au ciment										≤ 2	≤ 2
Charge des particules	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

1.5 Propriétés générales des liants hydrocarbonés

Ces produits sont en général trop visqueux à l'état naturel pour un usage direct. Cette viscosité doit être réduite ou liquéfiée par divers procédés (chauffage, dissolution dans des solvants volatils, émulsions dans l'eau), pour pouvoir les utiliser dans le lieu prévu (Peltier, R., & Rumpler, A. H. 1959). Les principales caractéristiques physiques des liants hydrocarbonés sont décrites ci-dessous :

- ✓ *Cohésivité* : il est la propriété de la déformation sans déchirure ou fissuration interne en donnant des pellicules imperméables et en plastique.
- ✓ *Adhésivité* : elle est la propriété du collage à des agrégats minéraux ;
- ✓ *Viscosité* : il est défini comme la résistance à l'intérieur d'une masse liquide à une déformation telle que la vitesse de mouvement de différents points est variable :

Soit :

- ✓ *Susceptibilité* : La sensibilité se définit notamment par le changement de viscosité avec la température.
- ✓ *Vieillessement* : pour l'agent liant, la perte de certaines qualités avec le temps et notamment la perte de cohésion ;
- ✓ *Ductilité* : C'est la caractéristique du liant qui lui permet de se prolonger dans un fil très fin, mais sans se briser.

Corté et Di Benedetto (2004) ont procédé à des tests de viscosité sur des échantillons d'émulsion de bitume. Dans la figure 1.4, ils ont reporté la variation de la viscosité en fonction de la teneur en liant. Ils ont constaté que la courbe suit une fonction parabolique où les échantillons à faible température présentent une dispersion des gouttelettes puis s'agglomèrent dans une première étape puis subissent une coalescence quand la température augmente ($T > 58^{\circ}\text{C}$), ensuite les gouttelettes se transforment en fines gouttelettes lorsque la température atteint une valeur de 70°C .

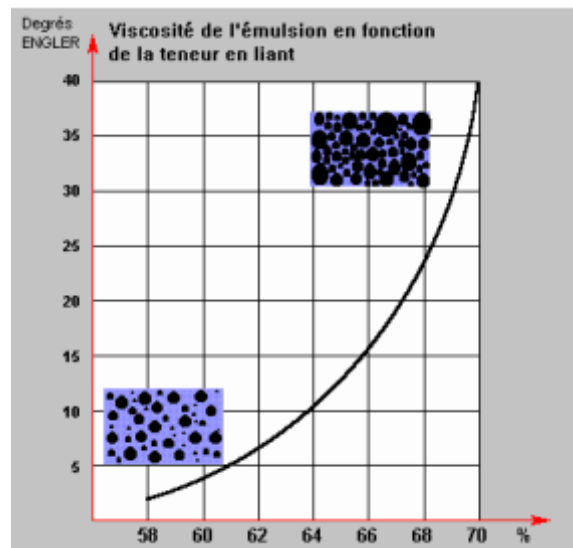


Figure 1. 4- Variation de la viscosité de l'émulsion en fonction de la teneur en liant, (Corté J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004).

1.6 Le bitume

Le bitume est un matériau visqueux, noir ou brun, solide ou semi-solide à température ambiante, obtenu à partir de la distillation du pétrole, composé de structures hydrocarbonées complexes : les asphaltènes et les maltènes (résines et huiles).

1.6.1 Composition chimique des bitumes et structure des bitumes

D'une manière générale, le bitume est composé de 80 à 85 % de carbone et de 10 à 15 % d'hydrogène. Il se compose de deux parties :

- ✓ Les asphaltènes: Composé principalement d'hydrogène et de carbone, il se présente sous la forme d'un "solide" brun à noir cassant. Typiquement, le bitume contient 10 à 20 % en poids d'asphaltènes.
- ✓ Les maltènes : Ils sont principalement composés d'huiles saturées, d'huiles aromatiques et de résines.

Dans la figure 1.5 nous schématisons une vue microstructurale d'un système colloïdal d'asphaltène (figure. 1.5 a) et une structure colloïdale du bitume (figure 1.5b).

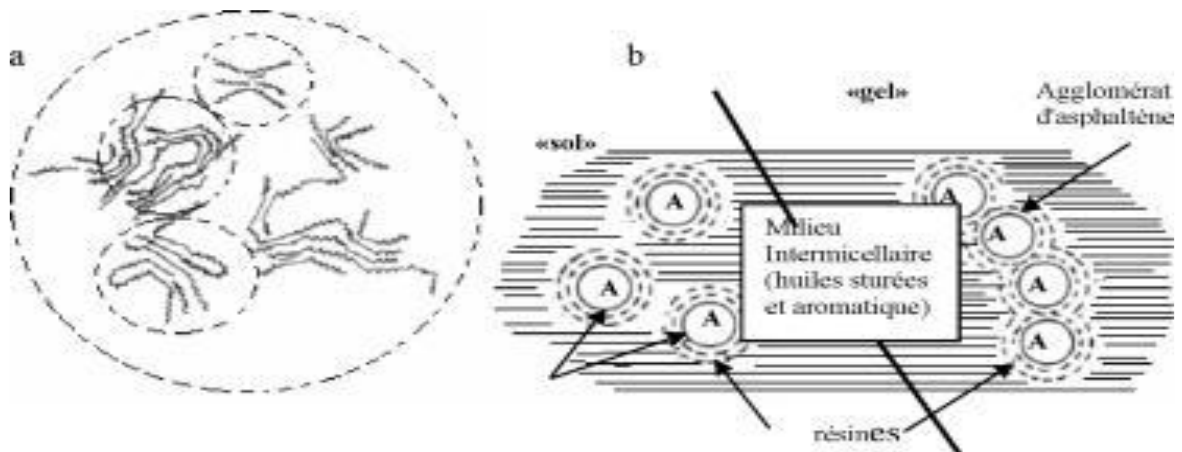


Figure 1. 5 - a) Macrostructure des asphaltènes : Addala, F. (1989), b) Schématisation de la structure colloïdale du bitume (,PUCCT, T. 2000).

1.6.2 Le comportement des bitumes fonction de la température

La figure 1.6 présente une classification des comportements des bitumes suivant la variation de leur température, cette classification se divise en plusieurs niveaux en passant du domaine fragile (élastique), le domaine ductile au domaine indiquant la rupture pour une température atteignant 180°C. Les différents domaines sont caractérisés comme suit, (Olard ; 2003) :

- ✓ Les domaines fragiles et ductiles où la résistance à la traction σ_p peut être mesurée ;
- ✓ La rupture fragile, qui peut être caractérisée par la ténacité Kc ou l'énergie de rupture ;
- ✓ Le comportement élastique linéaire caractérisé par les modules E et G ;
- ✓ Le domaine viscoélastique linéaire caractérisée par les modules complexes E^* et G^* ;
- ✓ Le comportement purement visqueux (Newtonien) caractérisée par la viscosité η ;
- ✓ Pour des déformations de l'ordre de quelques pour cent, le comportement est fortement non linéaire.

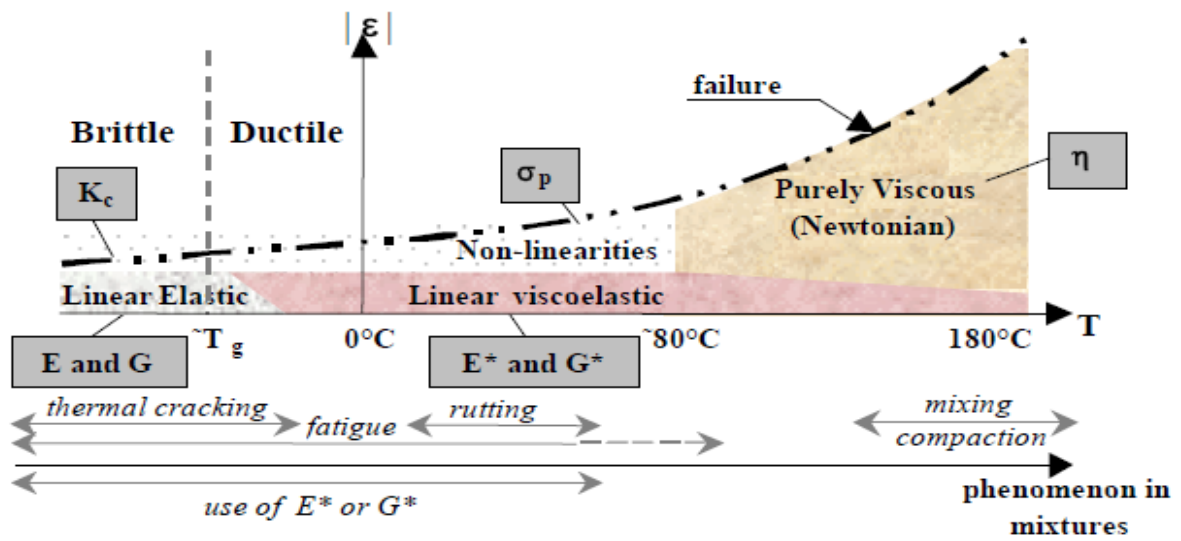


Figure 1. 6 - Classes de comportement des bitumes en fonction de ϵ et T° (Olard et al.2003).

1.6.3 La fabrication des bitumes

La figure 1.7 présente les différents processus du principe de fabrication du bitume. La fabrication des bitumes passe par une distillation des pétroles bruts lourds afin de produire du bitume. La première étape de ce processus consiste en une distillation atmosphérique qui permet de séparer les fractions légères du pétrole (essence, kérozène, gaz) des fractions lourdes. Ces dernières sont ensuite distillées sous vide pour produire fuels, huiles et bitumes.

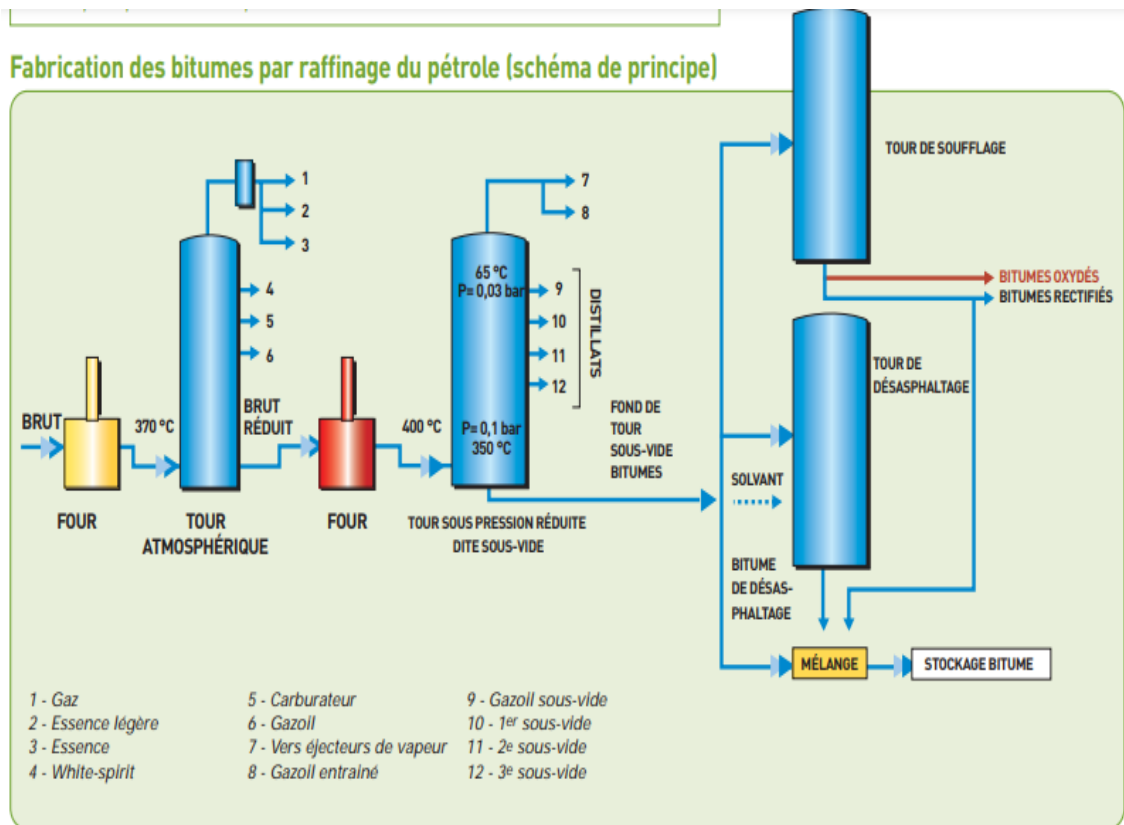


Figure 1. 7- Principe de fabrication des bitumes

Le bitume récupéré ne pourra pas être utilisé directement dans les revêtements routiers compte tenu de son caractère trop mou à la sortie de l'unité de raffinage. Pour le rendre plus dur, on doit procéder à un soufflage. Ce procédé résulte d'une déshydrogénation partielle et une polymérisation du bitume avec l'oxygène de l'air.

Ce procédé de soufflage permettant de rendre le bitume plus dur résulte généralement par le passage d'air sous haute température (240°C et 260°C) provoquant une déshydrogénation partielle. L'oxygène existant dans l'air soufflé forme des ponts d'oxygène avec des chaînes hydrocarbonées.

On doit noter que la réaction chimique résultant de ce procédé de soufflage est fortement exothermique en maintenant la température existante dans la tour de soufflage inférieure à 300 °C Dans le cas contraire, on pourra observer un phénomène de "craquage". Dans la phase finale qui permet de récupérer un bitume dur, on doit procéder par un contrôle de passage de l'air en fonction du temps.

La figure 1.8 présente la séparation chimique des constituants de bitume sous forme d'asphaltènes et de maltènes

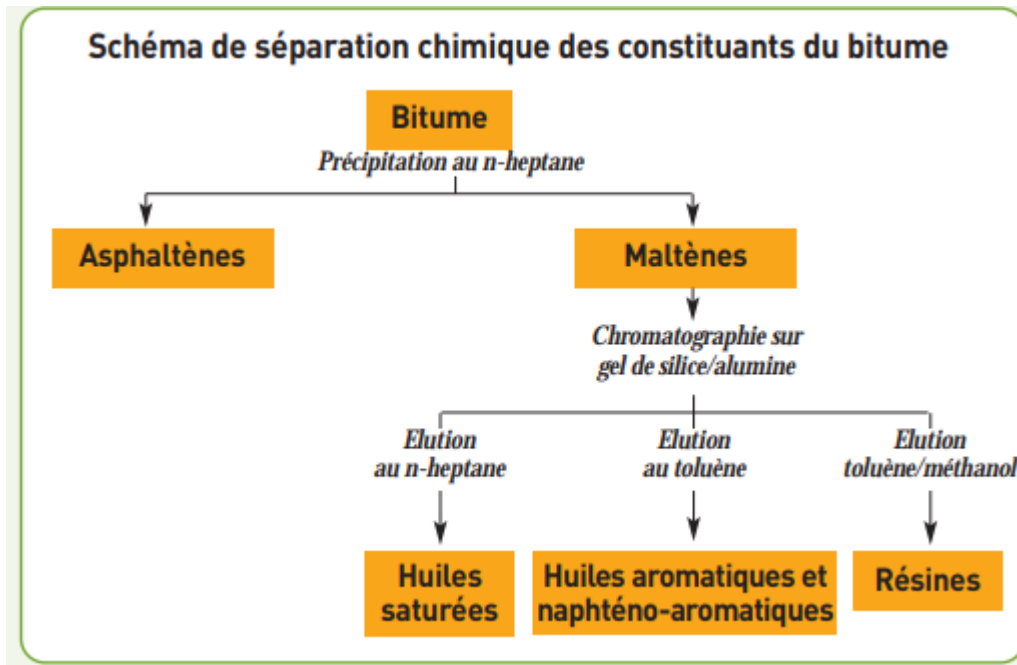


Figure 1. 8-Séparation des différents constituants du bitume, Corté, J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004).

Les bitumes peuvent être classés sous deux formes : les bitumes naphthéniques qui possèdent un fort taux d'asphaltènes et les bitumes paraffiniques dont le taux en asphaltènes demeure très faible.

Chimiquement, il est difficile de connaître la composition d'un bitume. Compte tenu des concepts tirés de la littérature, on peut évoquer que le bitume dérive d'un système colloïdal comprenant des micelles entourées grâce à une phase huileuse. Plus tard, dans les années quarante, une nouvelle forme de colloïde a été mise au point dénommée résine jouant le rôle de 'peptisant' c'est-à-dire qui permet de solubiliser les asphaltènes dans le milieu apolaire. Une nouvelle structure d'asphaltène composée par un empilement de feuillets et résultant d'interactions de groupements poly aromatiques (ou interactions n-n), a été bien confirmée au moyen de la technique de diffusion de neutrons (El Beze . L, 2008).

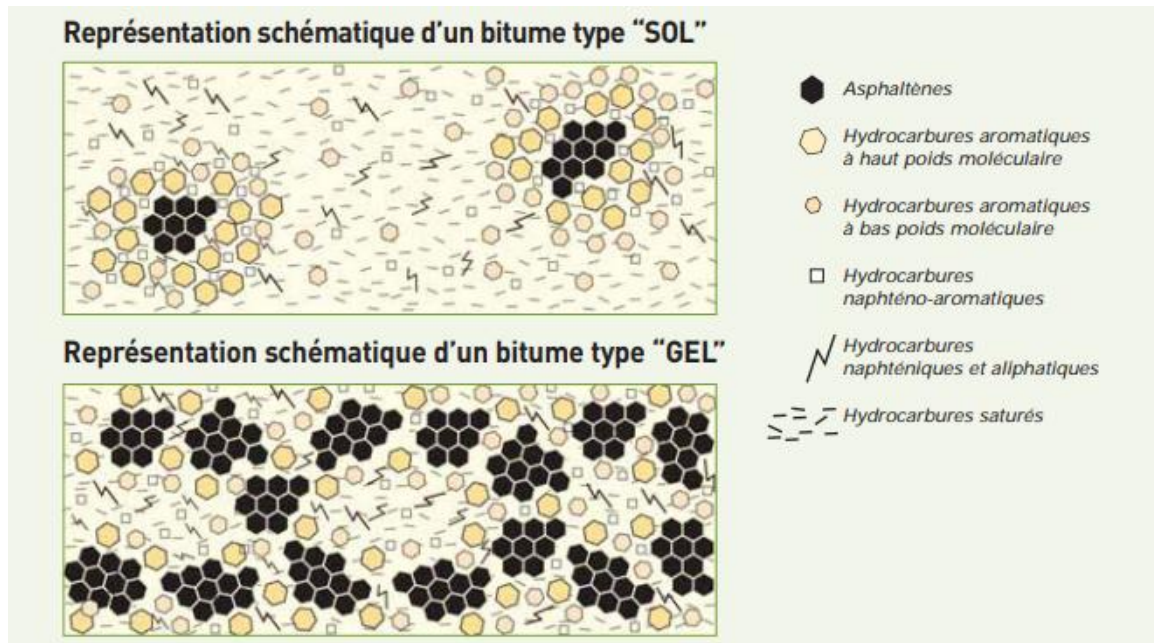


Figure 1. 9- Structures chimiques du bitume : type « sol » et type « gel » (Corté, J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004)).

1.6.4 Modification du bitume

Pour modifier les propriétés du bitume à différentes températures, il faut ajouter des additifs (Gibson, 2005). Les additifs sont ajoutés à du bitume chaud et mélangés ensemble pendant une période déterminée par le fabricant (Perraton&Olard, 2013).

a) Polymères / latex

Pour obtenir les propriétés exigées pour un intervalle de température représentatif, on utilise des polymères naturels ou synthétiques (SBS, SBR et SB), et sont utilisés pour améliorer la rigidité et l'élasticité du bitume à des températures élevées et basses respectivement (Euro bitume, 2015).

b) Fluxant

Le fluxant peut être à base de plantes (p. ex., huile de soja) ou biologique (p. ex., diesel, kérosène). Son rôle principal est de réduire la température de mélange et de compactage (Zealand, 2005).

1.7 Les émulsions de bitume

Par définition, une émulsion est un système hétérogène avec deux phases liquides ou plus, composé d'une phase dispersante et d'au moins une autre phase dispersée sous forme de fines gouttelettes (supérieure à 0.1 micromètre) (Becher, P, 1965).

Les émulsions de bitume peuvent être divisées en quatre classes, dont les deux premières sont les plus utilisées :

- ✓ les émulsions cationiques ;
- ✓ les émulsions anioniques ;
- ✓ les émulsions non ioniques ;
- ✓ les émulsions stabilisées à l'argile.

Les termes cationique et anionique proviennent des charges électriques des globules de bitume, selon l'une des lois fondamentales de l'électricité, selon laquelle les charges semblables se repoussent et les charges différentes s'attirent. Si un potentiel électrique est appliqué entre deux électrodes immergées dans une émulsion contenant des particules de bitume chargées négativement, celles-ci migrent vers l'anode. Dans ce cas, l'émulsion est qualifiée d'anionique. Inversement, dans un système contenant des particules de bitume chargées positivement, celles-ci se déplacent vers la cathode et l'émulsion est décrite comme cationique (Miljković, M. 2015).

1.7.1 Brève historique des émulsions de bitume

Les premières émulsions ont été développées au XXe siècle, et leur application pour la construction de routes a commencé vers 1920. Selon Le Coroller (1999), il était principalement utilisé dans les applications d'étanchéité par pulvérisation et pour réduire la poussière due à l'augmentation constante du trafic sur les autoroutes. En raison de l'utilisation accrue des enrobés chaud pour faire face à l'augmentation des charges et des volumes de trafic, son utilisation a commencé à diminuer à la fin de la Seconde Guerre mondiale. Cette situation n'a toutefois pas duré longtemps, car des facteurs tels que la crise énergétique du début des années 1970 ont entraîné un changement d'orientation, le bitume chaud étant remplacé par des émulsions de bitume, qui nécessitent moins d'énergie, génèrent moins de

polluants et émettent peu ou pas de gaz à effet de serre, ce qui les rend inoffensives pour l'environnement et durables.

1.7.2 Composition des émulsions de bitume

Les émulsions de bitume sont des systèmes à deux phases constitués de deux liquides non miscibles. Les principaux composants sont de liant soit bitume pur ou modifié, l'eau et les agents émulsifiants et d'acide pour protoner l'émulsifiant en solution.

a) Le bitume

Voir la définition dans les paragraphes précédents 1.6.

b) L'eau

L'eau est l'élément principal de l'émulsion et l'élément principal de la phase aqueuse. Il est habituellement récolté dans le réseau public d'eau, mais doit contenir le moins possible d'impuretés organiques et minérales (SFERB, 1988). D'autre part, il convient de vérifier le contenu des ions. En fait, à de fortes concentrations, elles peuvent aider à coaliser les gouttelettes de bitume. De plus, il est probable que les ions magnésium et calcium réagissent avec certains émulsifiants pour former des composés qui n'ont plus de propriétés surfactants (Baumgardner, G.L, 2006).

c) Les agents chimiques : l'émulsifiant et l'acide

L'émulsifiant se compose d'un apolique radical (queue) lui donnant des propriétés hydrophobes ou lipophiles et, l'autre partie (tête), se compose d'un groupe polaire lui donnant des propriétés hydrophiles (Ziyani, 2016). Les agents chimiques augmentent la stabilité de stockage des émulsions en réduisant la tension à la surface des gouttelettes de bitume (SFERB, 1988).

Les émulsifiants pour émulsions de bitume sont exclusivement cationiques en Algérie, mais dans d'autres pays, des émulsifiants anioniques et même non ioniques sont utilisés. Ce choix d'émulsifiant est lié à la charge de surface des granulats.

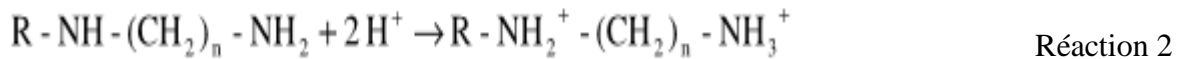
La figure 1.10 représente les émulsifiants collés à la surface d'une goutte de bitume. Les émulsionnants utilisés dans l'industrie routière sont les amines grasses (diamine, polyamine),

l'ammonium quaternaire, l'amido-amine ou l'imidazoline.

Pour une émulsifiante amine, la réaction chimique dans un milieu acide est la suivante :



Pour la diamine, on décrit ci-dessous la réaction chimique qui se produit :



L'acide utilisé est très généralement de l'acide chlorhydrique, parfois de l'acide phosphorique, en raison des modifications du pH inférieur et de la corrosivité de l'acide chlorhydrique (James, A.D, 2008).

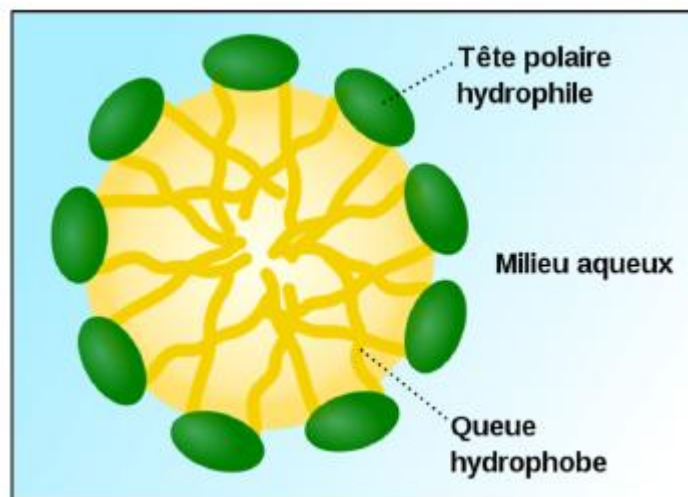


Figure 1. 10 - Fonctionnement d'un émulsifiant Tirée de Accolas & Robrier (2010)

Dans les émulsions de bitume, l'existence de l'interface bitume/eau est dit saturée lorsqu'un certain seuil de concentration en émulsifiant est observé .Au-delà de ce seuil, l'émulsifiant s'autoaggrège en micelles arrivant à une phase appelée concentration micellaire critique (Larpent.C, 1995).

Cette phase de concentration qui est une caractéristique essentielle et dépend de la nature chimique du tensioactif utilisés dans les conditions expérimentales (température, pH (Larpent C.1995).

La deuxième caractéristique de l'émulsifiant cationique pour les émulsions de bitume est sa basicité. Cette basicité devient de plus en plus forte lorsqu'on est en présence d'émulsifiants aminés.

Le Tableau 1.5 donne des valeurs de pK_a de quelques couples d'amines.

Tableau 1.5 - Valeurs de pK_a pour quelques couples d'amines (Cours de chimie organique, minérale et structurale, HMDB).

Couples d'amines	pK_a (25 °C)
NH_4^+/NH_3	9,24
$CH_3-NH_3^+/CH_3-NH_2$	10,64
$(CH_3)_2-NH_2^+/(CH_3)_2-NH$	11,50
$(CH_3)_3-NH^+/(CH_3)_3-N$	9,90
$NH_3^+-(CH_2)_3-NH_3^+/NH_2-(CH_2)_3-NH_2$	10,47

On peut citer une troisième caractéristique liée aux émulsifiants tensioactifs cationiques qui est la solubilité. Dans le domaine routier, les émulsifiants cationiques utilisées pour application des enduits superficiels sont très solubles dans l'eau. Cette solubilité dépend du rapport de leur groupement hydrophile –lipophile caractérisé par le terme HLB. Plus la HLB est élevée, plus le tensioactif est hydrophile ainsi que de la température $T^{\circ}C$. La HLB des émulsifiants pour une émulsion H/E se situe entre 8 et 18 (Larpen.C, 1995).

Pour les tensioactifs ioniques, il existe un seuil de température, appelé point de Kraft au-delà duquel la solubilité augmente fortement..

1.7.3 Fabrication des émulsions de bitumes

La technologie de fabrication des émulsions de bitumes fait appel à un matériel plus ou moins sophistiqué et précis. Une unité de fabrication est composée :

- ✓ D'un stock de matière première,
- ✓ D'un ensemble pour la fabrication de la phase aqueuse,
- ✓ D'un ensemble pour l'émulsification du bitume,
- ✓ D'un stock de matières premières et de distillation.

La fabrication peut se faire en mode continue ou discontinue. Selon la méthode discontinue classique, la fabrication se fait en deux étapes :

- ✓ La première consiste à préparer de manière séparée la phase aqueuse et la phase liant. La seconde consiste en l'émulsification de la phase liant dans la phase aqueuse.
- ✓ *Phase aqueuse* : l'émulsifiant et l'acide sont introduits dans des bacs de préparation après dosage précis de chaque constituant.
- ✓ *Phase liant* : le plus souvent le liant est utilisé avec une addition d'un autre bitume fluxé et l'ensemble mélangé constitue la phase liant. On peut aussi utiliser le bitume pur en y introduisant un fluxant pur. Les deux méthodes sont utilisées et chaque fabricant maîtrise son procédé.
- ✓ *Emulsification* : pour procéder à l'émulsification on porte les deux phases à des températures distinctes de manière à avoir une bonne émulsification et obtenir un produit fini avec une température au-dessous de 100°C. L'émulsification se fait ensuite à travers un turbo malaxeur dont la vitesse de rotation et l'espace intérieur sont très importants pour la qualité finale de l'émulsion.

La figure 1.11 représente une vue microscopique d'une émulsion qui fait apparaître sa forme aqueuse de la dispersion des huiles dans l'eau.

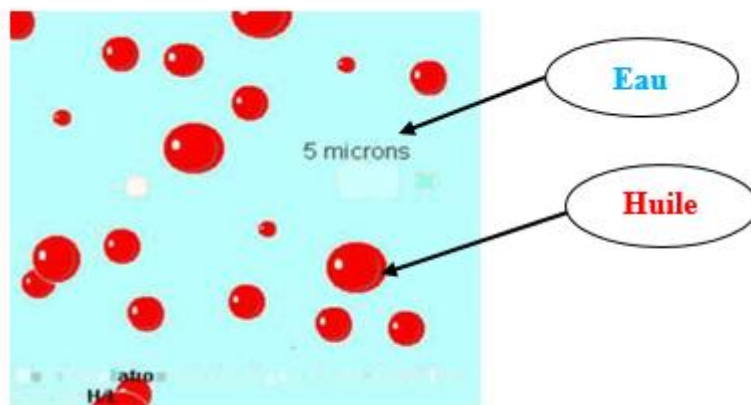


Figure 1. 11-Représentation aqueuse d'une émulsion de bitume, (SFERB, 2006).

1.7.4 Essais sur les émulsions de bitume

Le tableau 1.6 présente quelques essais types effectués sur les émulsions de bitume à savoir :

- Des essais de charges de particules ;
- Des essais du temps de prise ;
- Des essais de teneur en eau ;
- L'action de la résistance à l'eau.

Tableau 1. 6- Quelques essais typiques pour les émulsions de bitume, Ojum, C. K. (2015).

Essais	Description
Essai de charge des particules	Cet essai vise à déterminer la charge des gouttelettes l'émulsion de bitume. Des électrodes chargées positivement et négativement sont laissées dans un échantillon d'émulsion pendant une demi-heure. Si le bitume se dépose sur l'électrode négative, l'émulsion est cationique. Si le bitume se dépose sur l'électrode positive, l'émulsion est anionique.
Essais du temps de prise	Cet essai indique le temps nécessaire pour qu'un échantillon d'émulsion de bitume se rompe dans des conditions contrôlées lorsqu'il est mélangé à un agrégat standard.
Essai de teneur en eau.	Cet essai détermine le pourcentage de masse d'eau dans l'émulsion. Viscosité : Cet essai mesure la vitesse d'écoulement de l'émulsion de bitume à 25°C. L'émulsion est chauffée à 25°C et versée dans une coupe d'écoulement standard. Le temps mis par 200mL d'émulsion pour passer à travers un orifice standard au fond du récipient est mesuré.
Revêtement et résistance à l'eau.	L'essai mesure la capacité de l'émulsion de bitume à résister à l'action d'être mélangée et enrobée de granulats aussi complètement que possible sans être emportée par l'eau qui peut tomber sur elle une fois le mélange terminé.

1.8 Conclusion

Nous avons représenté dans ce chapitre les différents concepts bibliographiques des liants hydrocarbonés (bitume , cut back, émulsion de bitume , mastic et mortier) pouvant intervenir dans le cadre de ce travail de recherche .

Les caractéristiques physico chimiques des liants hydrocarbonés (bitumes , cut back et émulsion de bitume) , leur origines et leur fabrication ainsi que les caractéristiques intrinsèques des sables de carrière de concassage en vue d'étudier de façon plus approfondie les phénomènes inhérents à la stabilité des mortiers composés de sable –émulsion de bitume – ciment –filler .

CHAPITRE 2

Revue bibliographique - Caractéristique rhéologiques des enrobés bitumineux

Ce deuxième chapitre est consacré à un recueil bibliographique sur les caractéristiques rhéologiques et mécaniques des enrobés bitumineux à chaud et à froid (composition volumétriques, normes d'utilisation) et leur mise en œuvre sur chantier.

2.1 Le enrobes bitumineux

Les enrobés bitumineux utilisés dans les structures de chaussées routières sont des matériaux composites complexes dont les composants principaux sont des composants minéraux (granulats, sables, fines...). Les caractéristiques et les propriétés mécaniques des mélanges varient selon la composition volumétrique du mélange et dépendent de la taille du grain maximal, de la teneur en liant et de la teneur en vide du mélange. Le liant hydrocarboné utilisé est soit un bitume ou des émulsions de bitume dérivant par distillation du pétrole brut où les détails de leur fabrication sont mentionnés dans le chapitre 1 de ce présent travail.

Le liant bitumineux assure la cohésion entre les grains minéraux en les mouillant et les enrobant d'un film continu ou discontinu selon la destination du mélange et les propriétés visés.

La teneur en liant associé aux composant minéraux, représente en moyenne 5% de la composition massique (soit environ 13% volumique) et dont le squelette granulaire représente environ 95% (ou 87% volumique).

Le squelette granulaire, constitué par l'ensemble des grains de contact, assure la distribution des contraintes dans le mélange et la transmission des charges inférieures de la chaussée .Les caractéristiques géométriques des granulats telles que : forme, angularité et état de surface influencent directement la résistance des contacts aux déplacements et aux rotations relatifs des grains ont un rôle déterminant dans les mélanges.

Le filler absorbe une part du liant introduit et forme le mastic qui est plus rigide et moins thermiquement et cinétiquement susceptible que le liant pur.

2.2 Les types d'enrobés bitumineux

L'enrobé bitumineux se compose de sables, de granulats, des fines et d'un liant hydrocarboné soit le bitume ou l'émulsion de bitume. On peut distinguer dans ce cas plusieurs types d'enrobés bitumineux qui peuvent varier suivant leurs températures et leurs destinations.

Nous présentons dans la Figure 2.1. Différents types d'enrobés bitumineux pouvant être utilisés dans la construction routière ainsi que les entretiens routiers. Ils sont classés en

fonction de leur température de fabrication et de leur destination dont ils peuvent être divisés en quatre familles (Y. Brosseaux, 2008):

- ✓ les enrobés à froid ($0 \leq T < 20^{\circ}\text{C}$) ;
- ✓ les enrobés semi-tièdes ($60^{\circ}\text{C} \leq T < 100^{\circ}\text{C}$) ;
- ✓ les enrobés tièdes ($110^{\circ}\text{C} \leq T < 140^{\circ}\text{C}$) ;
- ✓ les enrobés à chaud ($150^{\circ}\text{C} \leq T < 180^{\circ}\text{C}$).

La différence entre ces différentes classes provient du type de liant utilisé (émulsion, mousse, anhydre) et de la température des granulats utilisés pour l'étape de fabrication.

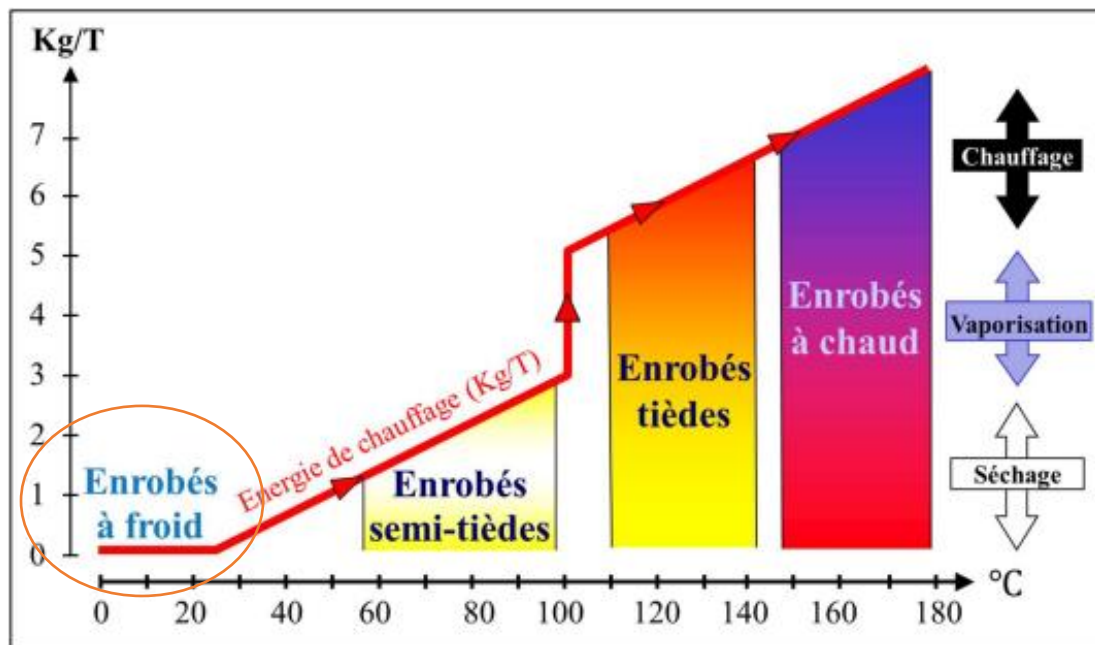


Figure 2. 1 - Température de fabrication des enrobés en fonction de l'énergie de fabrication. (Y. Brosseaux, 2008)

Les enrobés à chaud sont consommatrices de beaucoup d'énergies associés à des températures trop élevées de l'ordre de 180°C durant leur fabrication au niveau des centrales à enrobés. Il faut noter dans ce contexte que la communauté routière a été sensibilisé à l'effet de promouvoir d'autres techniques permettant de protéger l'environnement afin d'orienter leurs recherches sur la mise en œuvre des enrobés à froid et semi-tiède où la température de fabrication ne dépassant guère les 20°C (froid) et 80°C (semi-tiède). La Figure 2.1 montre clairement les différentes étapes de passages des enrobés soumis à des températures

variables : pour les enrobés à froid la température fluctue entre ($0 < T^{\circ} < 20^{\circ}\text{C}$), pour les enrobés à chaud la température devient strictement supérieure à 160°C . Les enrobés à froid ont l'avantage d'être beaucoup moins consommatrices en énergie durant leur fabrication. Ces techniques ont tendance à plus de protection à l'environnement tout en précisant l'utilisation de cette technique qui aboutit à une réduction sensible de l'émission de gaz à effet de serre (GES) lors de leur fabrication (Marion Lambert, 2018).

2.2.1 Les enrobés à froids

Les enrobés coulés à froid sont généralement des enrobés utilisés en couches de surface, destinés à imperméabiliser les supports et à apporter une très bonne adhérence. Ils se caractérisent principalement par :

- ✓ l'utilisation exclusive des roches massives identiques à ceux utilisés pour enrobés à chaud pour couche de surface ;
- ✓ une granularité supérieure ou égale à 6mm ;
- ✓ une teneur en fines variant généralement entre 6 à 10% ;
- ✓ un module de richesse inférieur ou égal à 4 ;
- ✓ l'utilisation fréquente d'une émulsion d'un liant modifié par ajout de polymère. Cet ajout peut être réalisée soit dans le bitume de base soit sous forme de Latex au cours de la fabrication de l'émulsion ;
- ✓ La formulation de l'émulsion et le choix des granulats, de façon à obtenir un temps court de rupture et de réouverture du trafic.

La figure 2.2 montre une vue générale d'une couche de surface finis, réalisée par un enrobé coulé à froid et prête à recevoir un trafic de circulation modéré (classe du Trafic $T2 < 200\text{PL/j}$).



Figure 2. 2-Réalisation d'une couche de surface par un enrobé coulé à froid (source IBEF*Canada). (* International bitumenemulsionfederation).

2.2.2.1 Les types de mélanges bitumineux à froid

Les différents types d'enrobés coulés à froid les plus utilisés en techniques routières sont : La grave émulsion, les mélanges bitumineux moussés et les mélanges d'émulsions bitumineuses à froid. Nous nous intéressons dans ce travail que de la grave émulsion qui est la plus utilisée dans les pays Européens. En Algérie on utilise les émulsions de bitume servant d'imprégnations de couche de surface dans la technique de l'entretien routier (enduit superficiel, mono ou bicouches).

a)- Les graves émulsions

La grave émulsion (GE) est un enrobé fabriqué à température ambiante à partir d'émulsion et granulats froids et humides. Ce procédé d'enrobage nécessite peu d'énergie pour être fabriqué et produit peu d'émission de gaz à effet de serre (GES) (Goyer, S.et al, 2012), (Valentin, J. et al, 2012). Il est une alternative adaptée aux enrobés à chaud pour les chaussées à trafic faible et moyen (S. Maccarrone, et al, 1994).

a.1- Composition de la grave émulsion

Les graves émulsions sont composées de matériaux granulaires dont les classes sont comprises entre 0/10 mm et 0/20 mm, d'émulsion et d'eau. Ils sont fabriqués dans des centrales fixes ou mobiles puis stockés. Ils sont actuellement principalement utilisés dans les entretiens de chaussée (pour les enduits superficiels). L'émulsion utilisée est formulée en fonction de la réactivité des granulats utilisés (Lambert, M, 2018).

Nous notons qu'un phénomène appelé "mûrissement" peut être observé après la rupture de l'émulsion. Ce mode de mûrissement est conditionné par le comportement évolutif de l'émulsion de bitume :

- ✓ Au très jeune âge, il est non cohésif et a un comportement d'un mélange non lié (Wendling, et al, 2012).
- ✓ Avec le temps, le matériau mûri par départ d'eau et évolution du liant. Sa cohésion augmente et son comportement devient de plus en plus visqueux.

En conséquence on enregistre une évolution des performances mécaniques avec le mûrissement et la cinétique de mûrissement demeure variable (Triquigneaux J. P., et al, 2004).

En effet, le bitume vieillit en présence d'oxygène dans l'air (Redelius, et al, 2016) (Figure 2.3). Ceci résulte expérimentalement par une augmentation significative de la consistance du liant qui entraîne une augmentation de la TBA (Température bille-anneau) et une diminution de la pénétration à l'aiguille (Béghin, A et al (2012) (Triquigneaux, J. P., et al, 2012).

La figure 2.3 présente l'évolution de l'indice de vieillissement en fonction de la viscosité du bitume (récupéré ou d'origine). Ceci montre que le bitume mis en service présente un vieillissement après huit années de service. Par contre, le vieillissement au cours de la fabrication en centrale est représenté par un indice de vieillissement inférieur à 4. Au-delà de la valeur 4, ce vieillissement est due essentiellement au stockage, le transport et son application sur chantier.

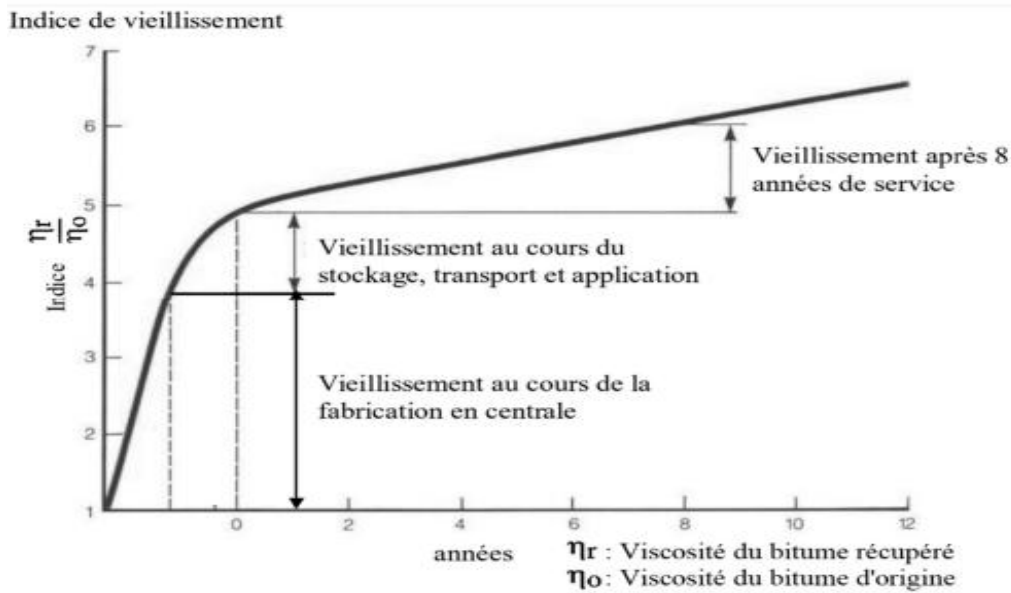


Figure 2. 3-Variation de l'indice de vieillissement en fonction de la viscosité du bitume.

b)- Les mortiers bitumineux

Les mortiers bitumineux sont composés essentiellement d'un système multi phases :

1. Le mastic composant la partie principale du mortier ;
2. Le sable sec.

Un mastic bitumineux (ou mastic à émulsion de bitume) est composé : d'un ciment ,du bitume (ou émulsion de bitume) et du filler (ou fines) .Ainsi l'agglomération de la suspension bitumineuse (ou à émulsion de bitume) sur les différentes particules forme un mastic .Les propriétés rhéologiques des mastics se rapprochent fortement aux enrobés bitumineux en tenant compte d'un module limite à haute température plutôt qu'un écoulement Newtonien (Ramond et al. 2000).

Dans le cas qui nous intéresse on s'est contenté à des mastics constitués d'émulsion de bitume + filler + ciment .On développera dans ce qui suit les détails concernant les propriétés de chaque constituant.

b.1)- Les sables

Les sables sont les fractions des granulats dont les grains ont des dimensions comprises entre 80 microns et 5mm .Pour les sables artificiels de concassage, (Pincon ,1967) classifie les sables de concassage en deux groupes et ce d'après leur composition granulométrique : le sable de concassage et le sable broyé. Ces types de sables entrent dans la confection des mortiers à bitumes ou à émulsion de bitume. Le tableau 2.1 visualise l'étendue de ces sables issue de carrière de concassage.

Tableau 2. 1-composition granulométrique des sables concassés et broyés (Pincon.M.A, 1967)

	Fin De 0.074 mm à 0.177mm	Moyen De 0.177 mm à 0.42mm	Gros De 0.42 mm à 2mm
Sable concassé	10	20	70
Sable broyé	15	25	60

La tendance actuelle pour l'utilisation des sables en technique routière ne se limite pas aux chaussées à trafic faible, ou aux niveaux inférieurs dans le corps de chaussée. Elle vise en effet, à satisfaire les exigences moderne du trafic dense et parfois pour des couches situées à des niveaux plus élevés (couche de base ou de fondation).Ces types de sables nécessitent des caractéristiques de plus en plus élevées .Les caractéristiques principales à prendre en compte sont : La granularité ; la propreté ; l'angularité ; la dureté ; la forme et l'aspect de surface.

b.2)- Les fines (< à 80 microns)

Les fines ou les fillers recueillis au tamis de 80 microns font partie intégrantes de la pâte formant le mastic qui, ajouté au sable forme le mortier. Les fines absorbent une partie du liant introduit et forme le mastic qui remplit une partie des vides entre les granulats et réduit la teneur en vide du mélange .D'après Anderson, et al (2000) le fines est un des composants les plus importants du mélange, la présence du fines fait augmenter le temps de relaxation du liant et rigidifie le liant. Gubler et al. (1997) ont montré que le mastic est sensible au cisaillement et que ses propriétés mécaniques dépendent de l'amplitude et de l'application des charges.

Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'influences des fines sur les comportements des mélanges sable-bitume (Chen et al. 1998 ; Cupa Pagano et al. 1997 ; Durand et al. 1974 ; Lesueur et 1999, Miomir Radenberg ,2015 ; Miomir et al.2019, Miomir Radenberg ,2015).

Ils se sont intéressés principalement sur les paramètres suivants :

- ✓ La masse volumique des grains ;
- ✓ La taille des grains (surface spécifique des fines) ;
- ✓ Le pourcentage de vides des fines ;
- ✓ La nature des fillers ;
- ✓ Concentration fines/bitumes ;
- ✓ La forme des grains ;
- ✓ L'angularité.

b.1.1)- Effet de la teneur en fine du liant

La teneur en fines est cependant un paramètre très important quant à l'obtention optimale des performances mécaniques du mastic. Plusieurs travaux ont mentionnés que lorsque on augmente la teneur en fines (jusqu'à des rapports "volume fines/volume bitume" de $\frac{3}{4}$, on augmente :

- ✓ La consistance, car la pénétrabilité baisse à 25°C (Cupo-Pagano, 1997) ;
- ✓ La viscosité (Cupo-Pagano, 1997) ;
- ✓ La rigidité (Buttlar et al, 1999) ;
- ✓ Les propriétés élastiques à haute température (Durand et al, 1997) ;
- ✓ Le point de ramollissement Bille et Anneau (Cupo-Pagano, 1997).

La figure 2.4 montre une vue macroscopique des effets d'interface entre le bitume et les fines .Un renforcement physico-chimique permet d'identifier une couche rigide équivalente autour de chaque particule.

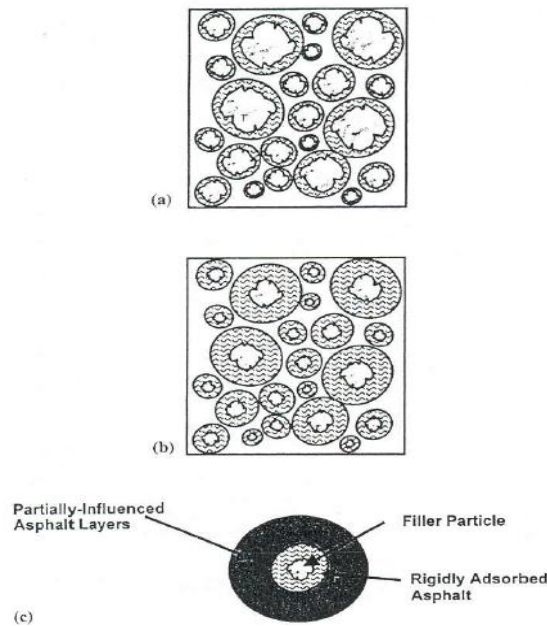


Figure 2. 4-Couches de bitume adsorbées : a) Activité de surface basse b) Activité de surface élevée c) couches de bitume partiellement influencées (Buttlar et al. 1999).

b.3)- le ciment

Le ciment est une poudre fine issue de la formation de mélange de calcaire + argile extraits des carrières et portés à haute température (1450°C) dans un four à calcination .Le produit obtenu après refroidissement est appelé clinker .Les composantes chimiques principales du clinker sont : Les silicates de calcium et les aluminates de calcium .Le ciment est un liant qui ,mélangé avec de l'eau forme une pâte homogène et plastique , capable d'agglomérer en durcissant en présence d'agrégats quelconques .

Le ciment est représenté par différentes classes selon les constituants principaux (clinker ou laitier de haut fourneau) tels que les cendre volantes ,siliceuses ou calcaires . On distingue cinq classes de ciment :

1. Ciment portland pur (CEM I) ;
2. Ciment portland composé (CEM II) ;
3. Ciment de haut fourneau (CEM III) ;
4. Ciment pouzzolanique (CEM IV) ;

5. Ciment composé (CEM V).

Le ciment utilisé dans le cadre de notre étude est classé dans la catégorie 1 : CEM I (ciment portland pur) . Il est additionné avec de l'émulsion de bitume et du filler pour former une pâte plastique (Mastic) puis additionnée avec du sable de concassage pour devenir un mortier .Les lois de comportement sont ensuite étudiés dans les chapitre 4 et 5 de ce présent travail .

2.3 Propriétés mécanique des enrobés bitumineux

Les propriétés mécaniques de l'enrobé sont déterminées par le liant bitumineux, qui est affecté par la température et la vitesse de déformation. Quelques tests ont mis en évidence leurs propriétés mécaniques dont nous citons quelques-uns :

2.3.1 Essai de traction indirect (Nat) (norme NF EN 12697-26 (AFNOR))

Cet essai appelé également essai de compression diamétrale, utilise des échantillons cylindriques d'élanement faible soumis à une force de compression sur leurs tranches (Figure 2.5). Leur module est calculé grâce à la force imposée et à la mesure de l'augmentation du diamètre (mesure prise perpendiculairement à la force appliquée).

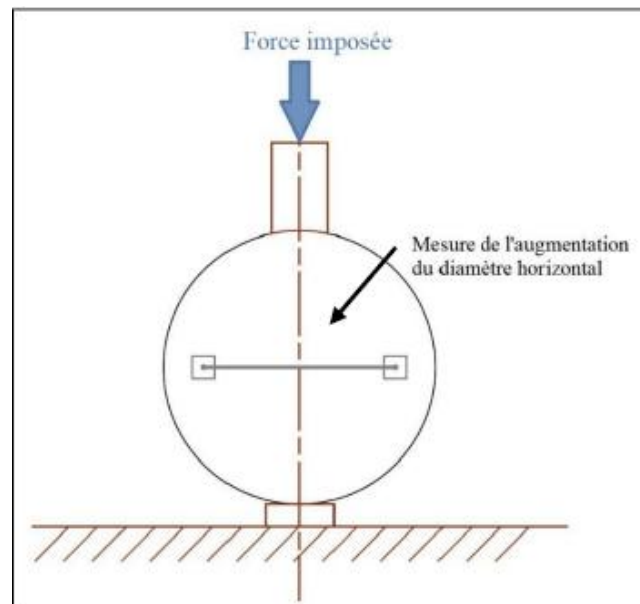


Figure 2. 5- Schéma de l'essai de compression diamétrale

2.3.2 Essai de traction direct (norme NF EN 12697-26 (AFNOR))

Dans l'essai de traction direct décrit par la norme Européenne NF EN 12697-26, Les échantillons carottés dans les plaques d'enrobés doivent avoir un diamètre compris entre 50 et 160 mm et d'élançement 2 ou 3. Les échantillons sont collés de part et d'autre à des plaques parfaitement parallèles puis placées dans une machine de traction thermo régulée. L'essai consiste à mettre en traction l'éprouvette en imposant une contrainte sinusoïdale positive puis de mesurer l'augmentation de la hauteur dans l'échantillon (Figure 2.6). Cet essai est réalisé à plusieurs températures comprises entre -20 et 50 °C. La partie supérieure de l'échantillon est fixée à la machine, qui provoque une déformation à quatre fréquences différentes (1, 3, 10 et 30 Hz).



Figure 2. 6-Dispositif de mesure de l'augmentation de hauteur de l'échantillon (norme NF EN 12697-26)

2.3.3 Essai de module complexe en flexion 2 points

L'essai du module complexe est décrit dans la référence (NF EN 12697-26 ; 2012). Les éprouvettes sont découpées en formes trapézoïdales à partir des plaques mentionnées précédemment. Ils sont ensuite montés sur une plate-forme et placés dans une machine thermo régulée pour être testés à une moyenne de six températures allant de -10 à 40 degrés Celsius où la figure 2.7 permet de visualiser l'évolution du module complexe E^* (MPa) en

fonction la variation de la température T° . On note que pour des températures $T=-10^\circ\text{C}$, le module complexe E^* dépasse la valeur de 14 000 MPa. Ces valeurs des modules sont utilisées actuellement dans les chaussées supportant des trafics intenses tels que l'autoroute Est-Ouest réalisée en Algérie .Ces modules entrent dans la catégorie des EME (Enrobés à modules élevés),avec des valeurs de $E \geq 14\ 000$ MPa).

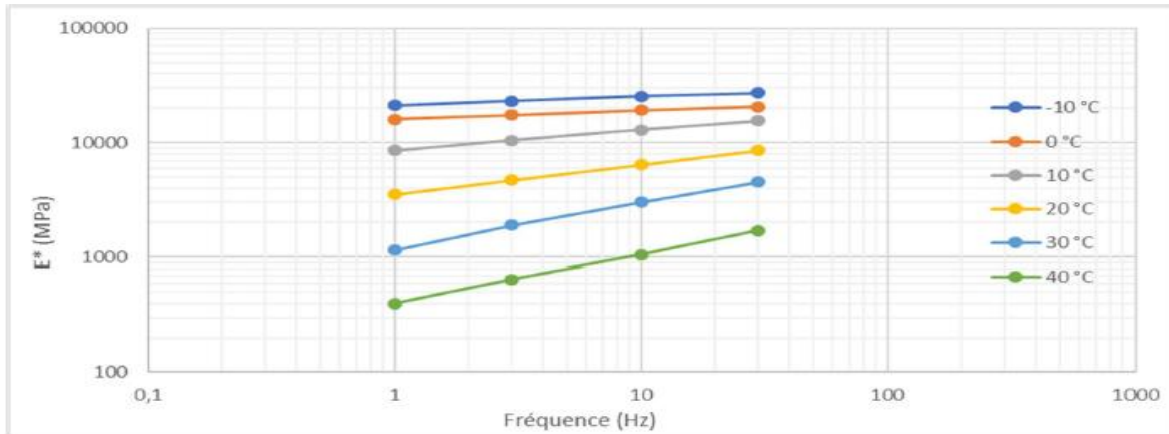


Figure 2. 7-Isothermes du module complexe d'un enrobé (.Norme Afnor, 2012)

Pour caractériser le module complexe d'un comportement du grave d'émulsion, Gaudefroy et al.(2013) ont réalisés des essais de flexion 2 points à différentes températures et d'ondes ultrasonores sur le matériaux après un mûrissement pendant 14 jours à 35°C et 20 % d'humidité de deux matériaux bitumineux , l'une réalisée par émulsion (GE) et l'autre par du bitume (GB). La figure 2.8 montre une modélisation des deux courbes de grave d'émulsion et grave bitume en utilisant le modèle Huet-Sayegh (1967) par flexion 2 points .La comparaison a été faite par obtention des modules $|E^*|$ à l'aide de l'ultra son. La modélisation des propriétés des grave d'émulsion par le modèle Huet-Sayegh (1967) est particulièrement adaptée car elle modélise les propriétés rhéologiques des enrobés bitumineux.

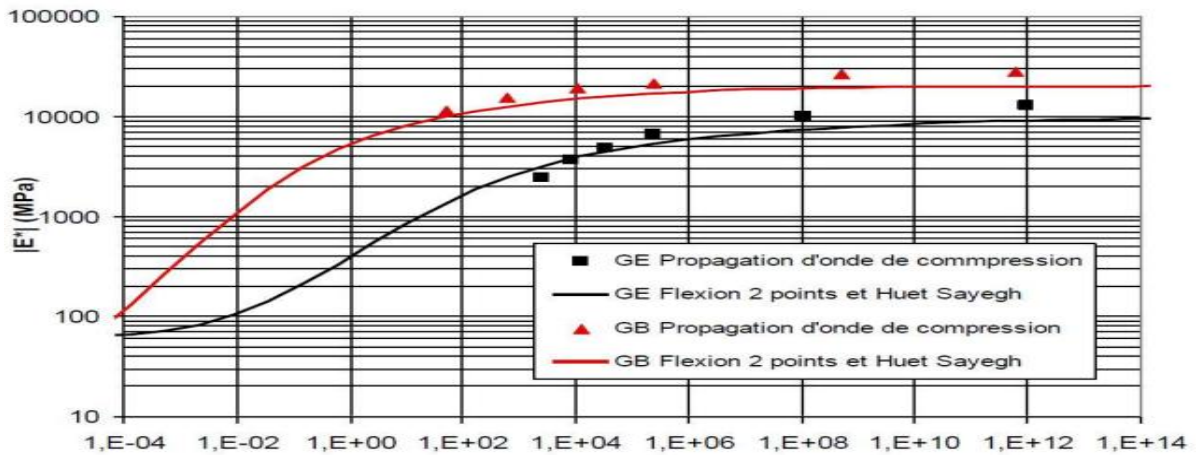


Figure 2.8 - Comparaison des courbes originales obtenues en flexion deux points par Huet-Sayegh avec le résultat obtenue en propageant une onde de compression à une température de référence de 15 °C, Gaudfroy et al. (2013).

2.3.4 Comportement au triaxial

Hornych et al.2009 ont réalisé des essais triaxiaux sur la grave émulsion à l'état frais et ce à différents incréments du déviateur $q/p= 0, 0.5, 1,1.5$ et 2 . Ils ont constaté que d'après la figure 2.9b que le matériau devient de plus en plus résilient quand le déviateur augmente.

Dans la figure 2.9 a, on voit clairement des concordances entre la courbe expérimentale et celle du modèle de Boyce 5 ((Hornych, et al ,2009).

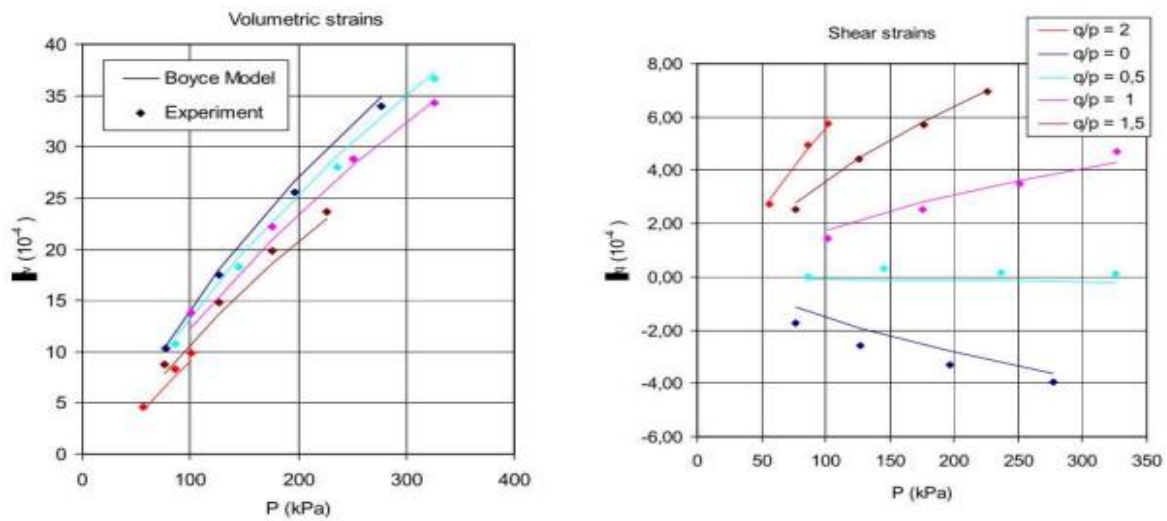


Figure 2. 9 -Résultats d'un test à l'essai triaxial du comportement résilient d'une grave émulsion à l'état frais, (Hornych, , et al (2009).

2.4 Méthode de formulation

La méthode actuelle de formulation des mélanges d'émulsions repose sur une approche basée sur l'expérience locale acquise sur site et constitue un frein à la croissance des usages (James, A, 2002). La collaboration entre l'IFSTTAR, le CEREMA a permis d'accomplir des avancées significatives en définissant un cadre méthodologique de création de l'enrobé à émulsion avec des opérations complémentaires aux produits utilisés pour le produit d'extraction à chaud (Serfass, J.P. et al, 2011) ; (Serfass, J. P, 2002) ; (De La Roche, C and Serfass, J.P, 2012),. Dans le Tableau 2.2, on représente différentes étapes correspondantes aux procédures d'essais de mélanges à émulsion de bitume (De la roche and Serfas, 2012).

Tableau 2. 2- Étapes de la méthode d'émulsion complète (Serfass, J.P. et al, 2011).

Phase préalable	<ul style="list-style-type: none"> - Gâchées d'essais (aspect, consistance...). - Calage de la formule de départ.
Essais de mélange frais	<ul style="list-style-type: none"> - Fabrication (répliquant le processus chantier). - Qualité d'enrobage, sensibilité aux dés enrobage. - Egouttage. - Maniabilité. - Cohésion au jeune âge.

	<ul style="list-style-type: none"> - Compactibilité (PCG). - Duriez.
Murissement accéléré	<ul style="list-style-type: none"> - Différentes procédures selon taille et géométrie des corps d'épreuve.
Essais sur mélange muri	<ul style="list-style-type: none"> - Duriez. - Orniérage. - Module de rigidité. - Fatigue. - Extraction et caractérisation du liant.

Ce tableau retrace différentes actions prises afin d'adopter une formulation propre à l'émulsion et des mélanges en se basant sur les normes (AFNOR, 2014, Norme NF P 98-121). Puis pour étudier le comportement à l'état frais, on utilise la presse à cisaillement giratoire (Wendling. L et al, 2012) et l'état de maturation dont les bases du protocole sont développées par Serfass (Serfass et al. 2004).

Il a suggéré de laisser les éprouvettes mûrir en laboratoire à 35 °C et 20 % d'humidité pendant 15 jours, ce qui équivaut à une maturation in situ de 1 à 5 jours dans les climats tempérés.

Les travaux réalisés par Béghin, et al. (2012) et Čížková, et al. (2014) ont permis d'étudier l'état muri des mélanges à l'émulsion et ainsi présenter des résultats des modules complexes (E^*) Wendling. et al, (2012) en flexion 2 points '2Ps' avec des géométries prismatiques 'PR' et trapézoïdales 'TR', ou par compression diamétrale 'IT' sur des éprouvettes cylindriques 'CY' d'après Béghin, A. et al, (2012) en compression diamétrale sur des éprouvettes cylindrique d'un enrobé à l'émulsion à différents temps de mûrissement en laboratoire et sur site.

Les éprouvettes de la première référence provenaient directement d'un chantier expérimental à différents temps ou du même mélange (Figure 2.10) .Ils sont compactés au laboratoire et ensuite mûri pendant 14 jours à 35 °C - 20 % d'humidité. Pour les éprouvettes de la deuxième

référence ‘Mix C’ qui sont les seuls sans ciment ont été confectionnés en laboratoire puis mûris pendant 28 jours à 20 °C pour une humidité comprise entre 40 et 70 %. Les deux matériaux ont montré une augmentation de leur résistance à la maturation. La maturation n'est pas suffisante pour que la transcription du phénomène se fasse dans la même voie après un hiver et pour identifier les 3 modules utilisés.

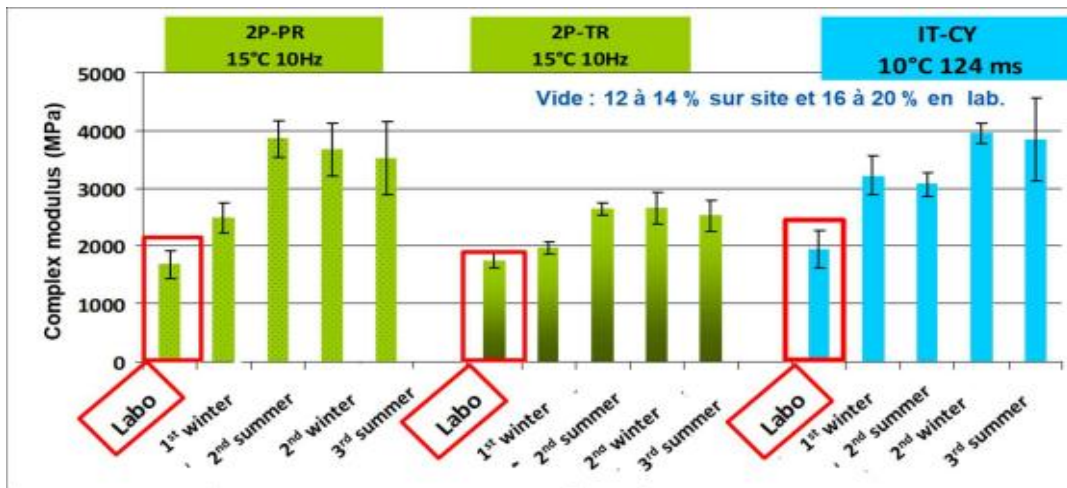


Figure 2. 10- Comparaison des valeurs de module de rigidité obtenues en laboratoires avec les valeurs de module obtenues sur chantier à différentes échéances (Béghin, A. et al, 2012).

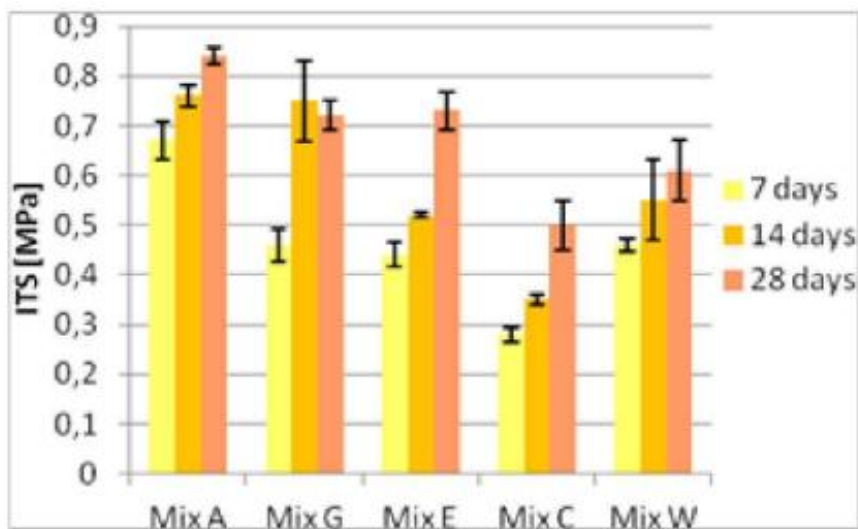


Figure 2. 11- Evolution du module par compression diamétrale pour différents enrobé à froid, Čížková, Z., et al (2014).

Pour comprendre la raison de l'écart de performance entre les cures en laboratoire et sur chantier de référence ; d'après Serfass, et al, (2004) , une analyse des colles a été réalisée à l'aide des essais de pénétration à l'aiguille et d'un essai TBA (température bille anneau). Les résultats ont montrés que le liant durcit lors du durcissement car la valeur de pénétration mesurée diminue et la valeur TBA augmente (Figure 2.12) .Mais elle est moins affectée en laboratoire qu'in situ. Ceci suggère que la prise en compte du critère du module est nécessaire mais pas suffisante pour décrire le mûrissement des échantillons à émulsion de bitume.

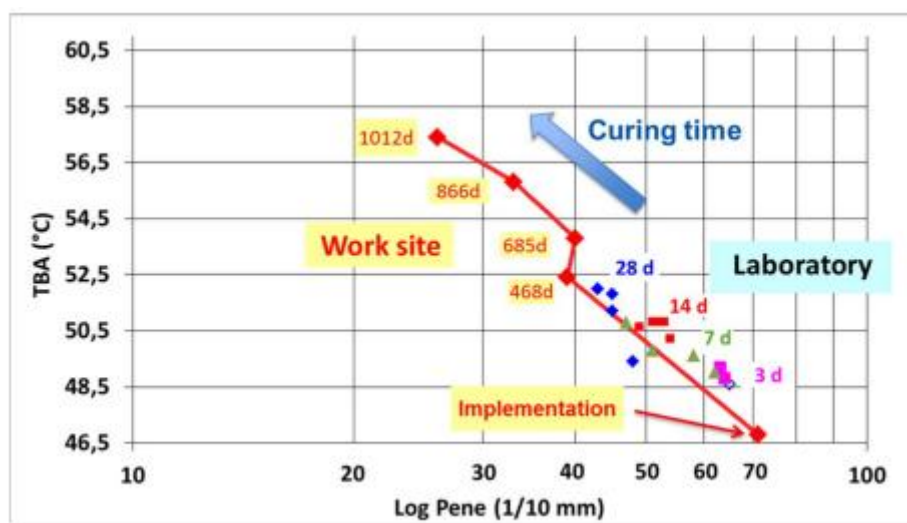


Figure 2. 12- Cinétiques d'évolution temporelle des caractéristiques des liants extraits des éprouvettes de laboratoire et des prélèvements in situ (Béghin, A. et al, 2012).

2.5 Le compactage

Le compactage est un facteur important qui a un impact direct sur les propriétés mécaniques et les performances des mélanges produits. Il y a plusieurs méthodes de compactages utilisées pour la formulation des enrobés et pour la détermination de leur compactibilité. Cependant le compactage Marshall (laboratoire), le compacteur à rouleaux (in-situ) et la presse à cisaillement giratoire (laboratoire) sont trois créneaux des technologies de compactage les plus courantes.

La technique de compactage Marshall permet de déterminer une teneur en bitume optimale à l'aide de deux critères principaux : un critère volumétrique et un essai de stabilité. Selon Sunarjono en (2008) , le marteau de Marshall peut être utilisé pour compacter des éprouvettes

pour des essais non seulement de stabilité et d'écoulement dans l'appareil de Marshall, mais aussi pour des essais de résistance à la traction indirecte, de résistance à la compression non confinée et de module de traction indirecte.

Des essais de compactage Marshall réalisés par Bennert, T et al,(2010), en préparant des formulations relatifs à des enrobés tièdes , ont été comparées à ceux confectionnés sur un enrobé à chaud, pour trois températures différentes (149 °C, 124 °C et 102 °C). Les résultats ont montré que les enrobés tièdes ont de meilleures propriétés de compactage que les enrobés à chaud à 149°C et 124°C, et tous les enrobés tièdes ont de meilleures propriétés de compactage que les enrobés à chaud à 102°C .Ce qui démontre, selon l'auteur, que les enrobés tièdes ont une meilleure compactibilité pour des températures inférieures (Des Essarts, A. F, 2016).

La deuxième méthode de compactage étant décrite par la presse à cisaillement giratoire (PCG), appareil très couramment utilisées à l'époque actuelle. Le principe de cet essai est le suivant : une masse d'enrobé (soit chaud ou froid) est introduite dans un moule qui est lui-même placé dans la presse. Une force est appliquée sur l'échantillon d'enrobé qui subit une rotation autour d'un axe incliné d'un certain angle. Au fur et à mesure de l'essai, la hauteur de l'échantillon d'enrobé diminue et sa compacité augmente. L'évolution de cette compacité en fonction du nombre de girations permet d'évaluer la compactibilité que l'enrobé aura sur chantier.Selon Kim et Lee (2006), le compacteur giratoire a produit une valeur de densité supérieure à celle du compacteur Marshall, mais les échantillons du compacteur giratoire avaient des valeurs de module de résilience inférieures à celles des échantillons du compacteur Marshall (Kim, Y., & Lee, H. D, 2006).

La figure 2.13 permet de visualiser la presse à cisaillement giratoire dans son ensemble avec toutes ses composantes (a) et le schéma de principe de compactage (b).

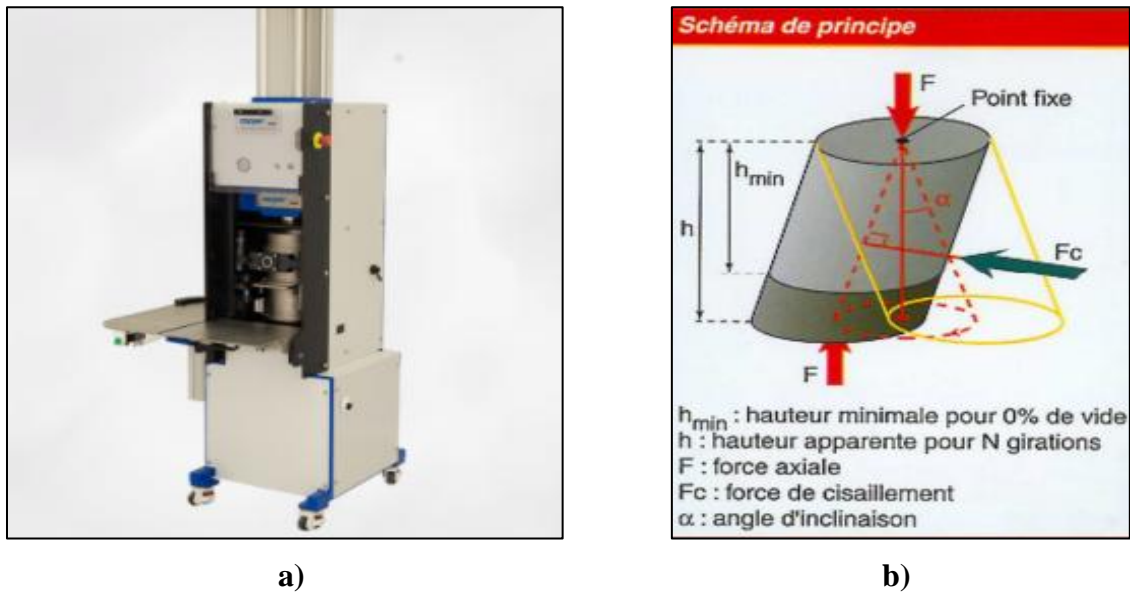


Figure 2. 13- Procédure de compactage : **a)** Presse à cisaillement giratoire ; **b)** schéma de principe

Thanaya (2007) a également déclaré que l'application d'un niveau de compactage élevé est inévitable dans les mélanges des enrobés coulés froids .Ceci étant afin de s'assurer que les mélanges se raidissent correctement. Une quantité excessive de fluides dans le mélange réduit l'efficacité du processus de compactage et empêche les mélanges d'atteindre leur densité optimale. ; Ce qui entraîne une réduction des propriétés de rigidité et de résistance (Thanaya, 2007). La figure 2.14 présente la variation du module de rigidité en traction indirect en fonction du degré de compactage à deux températures différentes (10°C ; 15°C) .Il est à constater que pour un compactage de l'ordre de 88%, le module obtenu en traction indirect à 10°C ($E=5250\text{MPa}$) est très supérieur à celui obtenu à une température de 15°C ($E=3500\text{MPa}$).Ce qui implique que les enrobés possèdent de bonnes rigidités à basses températures pour des compactages élevés ($\geq 88\%$).

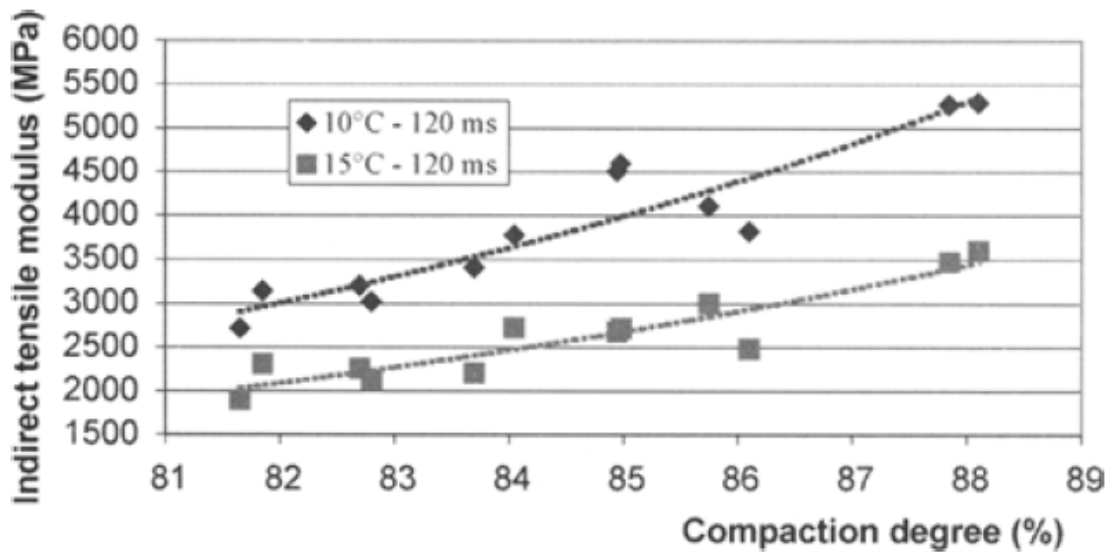


Figure 2. 14-Influence du niveau de compactage sur la rigidité (Thanaya, I. N. A, 2007).

Le tableau 2.3 permet de récapituler des travaux réalisés antérieurement sur différentes méthodes de compactages réalisés au laboratoire en utilisant des appareillages spécifiques .Le liant utilisé étant de l'émulsions de bitumes (ou mousse de bitume) .

Tableau 2. 3 - Différentes méthodes de compactage (émulsion de bitume, mousse de bitume) mentionnés dans la littérature (Godenzoni, 2017).

Méthode de compactage	Paramètres/Température	Liant	Référence
Compacteur à pétrissage	Température ambiante	Mousse de bitume	Shackel, 1974
Compacteur à pétrissage	Température ambiante	Mousse de bitume	Bowering et Martin, 1976.
Compacteur giratoire	Angle = 1 Pression = 1,38 Mpa	Mousse de bitume Emulsion de bitume	Tia et Wood, 1982.
Compacteur giratoire du Texas	25°C	Mousse de bitume	Little et al, 1983
Giratoire	20 révolutions Pression = 1.38 MPa	Mousse de bitume	Brennen et al. 1983.
	150 tours, Angle = 2°,	Mousse de bitume	Maccarrone et al. 1995.

Compacteur giratoire	Pression = 0,24 MPa (diamètre 100 mm) 150 tours, Angle = 3°, Pression = 0.54 MPa (150 mm de diamètre)	Emulsion de bitume	
PCG (compacteur giratoire)	200 cycles avec LCPC carrousel	Emulsion de bitume	Brosseaud et al. 1997.
Marteau vibrant compactage.	Puissance de 1500 W Fréquence 15 - 31.5Hz Énergie ponctuelle 25 J	Mousse de bitume Emulsion de bitume	AsphaltAcademy, 2009.
Giratoire à cisaillement compacteur	EN 12697 -31	Emulsion de bitume	Brayton et al. 2000 ; Oke, 2011; Grilli et al. 2012.
Compactage statique	Force de compactage de 25 KN pendant 3 min.	Emulsion de bitume	Miljković and Radenberg, 2016

2.6 Le Durcissement des enrobé à l'émulsion de bitume

La cure est le processus au cours duquel les mélanges perdent leur teneur en eau et le liant hydrocarboné revient à une phase continue à des températures élevées. La cure des mélanges bitumineux à froid est définie par Jenkins, (2000) et Oke, (2010), Comme le processus par lequel le mélange décharge de l'eau par évaporation, répulsion de la charge des particules ou pression des pores.

Les mélanges d'émulsions à froids se comportent "étrangement", surtout dans les premiers stades de leur existence. La présence d'eau, la réactivité agrégat-émulsion, la coalescence du film de liant et l'accumulation de la cohésion sont autant d'éléments qui contribuent à ce comportement étrange (Serfass et al, 2004). La rigidité de l'émulsion de bitume est affectée à la fois par la température de durcissement (T°) et par l'humidité relative (HR). L'augmentation

de la température facilite l'évaporation de l'eau présente dans le mélange à l'émulsion de bitume et augmente ses propriétés mécaniques à jeune âge.

Jenkins et Moloto (2008) ont proposé des processus de durcissement en laboratoire pour les enrobés à l'émulsion dans le but de simuler les conditions de durcissement sur le terrain et d'accélérer l'obtention des caractéristiques finales. En raison de sa nature évolutive, la technique de cure de la plupart des enrobés à l'émulsion est réalisée en laboratoire sur des éprouvettes compactées à l'aide d'un marteau Marshall et se déroule en deux étapes. Pendant une brève durée, les spécimens sont conservés dans leurs moules et scellés. Ils sont ensuite démoulés et conditionnés dans une chambre à température et humidité contrôlées (Godenzoni et al., 2016 ; Nassar et al., 2016 ; Wang & Sha, 2010).

Dans la phase durcissement (ou cure), nous englobons dans le tableau 2.4 les différentes expériences réalisées antérieurement par les chercheurs activant dans les domaines des produits noirs et reportés par Bérubé, M. A. (2019) afin d'évaluer le lien avec le durcissement sur le site. Les échantillons ont été confectionnés et compactés par la méthode dite essai Marshall..

Le durcissement issue d'une cure varie de quelques heures (12h et 24h) à quelques jours (3j ,10j) .La température est fixée entre 20°C (température ambiante) à 60°C.

Tableau 2. 4- Équivalence en chantier des méthodes de cure en laboratoire des éprouvettes Marshall,

Méthode de cure	Équivalence en chantier	Références
10 jours dans le moule à température ambiant + 50 heures 60°C.	Non disponible	Wijk, Adriaan, & Wood, 1983.
3 jours dans son moule à température ambiant + 4 jours dans un dessiccateur à vide.	Non disponible	Little, N., Button, &Epps., 1983.
3 jours à 25°C.	Non disponible	Roberts, Engelbrecht, & Kennedy, 1984.

3 jours 60°C.	1 an	Maccarrone, Holleran, Leonard, & Hey, 1994.
3 jours 60°C.	Non disponible	Lancaster, Mc Arthur, & Warwick, 1994.
12 heures scellés dans son moule à 20-25°C et ensuite à 20±5°C et 90% Humidité relative.	Non disponible	Wang & Sha, 2010.
24 heures scellés dans son moule à 20°C et ensuite démoulé à différente T°.	Non disponible	Nagelm & Al-Busaltan, 2013.
24 heures scellés dans son moule à 20°C et ensuite démoulé à différente T° et Humidité relative.	Non disponible	Nassar & Thom, 2016.

2.6.1 Les propriétés volumétriques des mélanges bitumineux à froid à l'émulsion de bitume.

Les caractéristiques volumétriques sont importantes pour les mélanges bitumineux à la fois dans les phases de conception du mélange et de contrôle de la qualité, car ils ont un impact considérable sur les performances mécaniques et la durabilité du mélange (Cominsky, 1994).

La procédure de caractérisation volumétrique définie par la réglementation européenne actuelle [EN 12697-5, 6 et 8] pour les enrobés bitumineux met en évidence ses limites lorsqu'elle est à peine appliquée aux mélanges bitumineux à froids.

Les définitions des paramètres volumétriques susmentionnés peuvent être déterminées simplement en utilisant la méthode logique de Grilli (2012), qui a été modifiée par le même auteur en 2016 pour les matériaux traités au ciment-bitume comme suivantes :

- Les vides dans le mélange V_m , qui désignent le pourcentage du volume total du mélange occupé par l'air et l'eau libre (eau non absorbée par les granulats) ;
- Les vides dans l'agrégat minéral VMA, qui désignent le pourcentage du mélange total occupé par l'air, l'eau libre et le bitume frais ;
- Les vides remplis de liquide VFL, qui désignent le pourcentage de l'AMV occupé par l'eau et le bitume frais.

$$V_m = \frac{V_{air}}{v_{ag} + v_{bit} + v_{air}} \cdot 100 = \frac{\rho_m + \rho_d}{\rho_m} \cdot 100 \quad (2.1)$$

Où : ρ_m : est la densité maximale du mélange meuble

ρ_d : Est la densité apparente sèche du mélange compacté (c'est-à-dire le rapport entre la masse totale des solides et le volume total du mélange).

ρ_m : a été calculée en considérant uniquement les granulats, le ciment et le bitume (sans l'eau),

ρ_d a été calculée en considérant les données de hauteur enregistrées pendant le compactage par la presse de cisaillements giratoire.

V_{air} : Volume des vides d'air (cm³) ;

V_{ag} : Volume de l'agrégat (cm³) ;

- Les vides dans l'agrégat minéral VMA, qui désignent le pourcentage du mélange total occupé par l'air, l'eau libre et le bitume frais calculé comme suit :

$$\mathbf{VMA} = V_m + V_{bit} = V_m \frac{B \cdot \rho_b}{\rho_B} \quad (2.2)$$

V_{air} : Volume des vides d'air (cm³) ;

V_{ag} : Volume de l'agrégat (cm³) ;

V_{bit} : Volume du bitume (cm³) ;

- Le vide occupé par le bitume (VFB) est calculé comme suit :

$$\mathbf{VFB} = \frac{V_{bit}}{VMA} \cdot 100 = \frac{(B \cdot \rho_b)}{\rho_B} \cdot \frac{1}{VMA} \quad (2.3)$$

Où :

V_{air} : Volume des vides d'air (cm³) ;

V_{ag} : Volume de l'agrégat (cm^3) ;

V_{bit} : Volume du bitume (cm^3) ;

V_{bit} : volume occupé par le bitume (% par le mélange) ;

ρ_m : Densité maximale (g/cm^3) ;

ρ_b : Densité apparente de l'échantillon enrobé à chaud (g/cm^3) ;

ρ_B : Densité du liant (g/cm^3).

B : Teneur du bitume en poids (% du mélange).

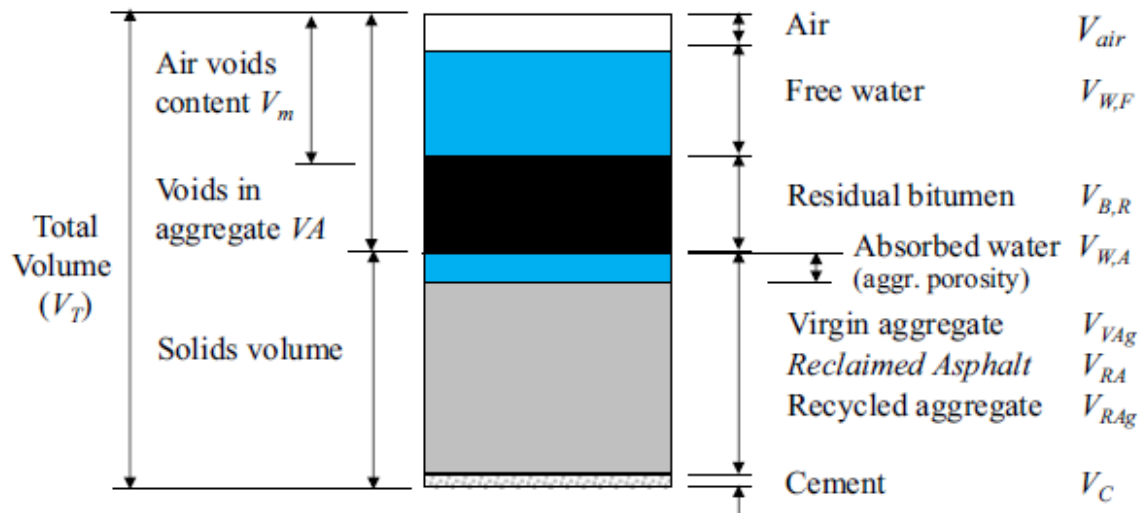


Figure 2. 15 - Analyse volumétrique du mélange bitumineux à froid produit avec une émulsion de bitume, d'après (Grilli et al., (2012), Miomir et al.2021)

Considérant que l'eau est une quantité variable qui n'offre aucune contribution mécanique pendant la durée de vie, la teneur en vides d'air (V_m) est la somme des volumes de vides d'air et d'eau libre (eau externe et eau de l'émulsion) de l'échantillon recyclé à froid, en pourcentage du volume total. Il faut noter qu'en passant des volumes aux densités, la masse d'eau libre n'a pas été prise en compte (Equation 2.4) :

$$V_m = \frac{V_{air} + V_{WF}}{V_{ag} + V_{bit} + V_{air} + V_{WF}} \cdot 100 = \frac{\rho_m + \rho_d}{\rho_m} \cdot 100 \quad (2.4)$$

Où V_{WF} est le volume de l'eau libre. De même que pour les enrobés à chaud, les vides dans les granulats (V_A) sont le volume des vides inters granulaires (c'est-à-dire les vides entre les granulats, qu'ils soient vierges ou recyclés, minéraux ou non dans l'échantillon compacté, qui comprend les vides d'air et le volume d'eau libre (comme défini pour (V_m) et le volume de bitume résiduel, en pourcentage du volume total. Il peut être calculé par (l'Equation 2.5) :

$$VA = V_m + v_{BR} = V_m \frac{B \cdot \rho_b}{\rho_{BR}} \quad (2.5)$$

Où B_R est la teneur en bitume résiduel exprimée en pourcentage en poids de solide et ρ_{BR} est la densité du bitume résiduel. Pour les mélanges des matériaux traités au ciment et au bitume, en tenant compte du fait que le granulat est constitué de granulat scellé et de granulat vierge qui sont généralement humides, la quantité de bitume de l'émulsion qui est absorbée par le granulat (bitume vierge non efficace) est considérée comme négligeable. Cependant, comme l'eau occupe un volume important et que l'émulsion de bitume agit comme un liquide pendant la phase de compactage pour les mélanges des matériaux traités au ciment et au bitume, les vides remplis de liquides (VFL), c'est-à-dire le volume de l'émulsion et de l'eau extérieure en pourcentage de V_A .

- Les vides remplis de liquide VFL, qui désignent le pourcentage de l'AMV occupé par l'eau et le bitume frais a été évalué de la manière suivante :

$$VFL = \frac{v_{WF} + v_{BR}}{V_A} \cdot 100 = \frac{\frac{W_F \cdot \rho_d}{\rho_w} + \frac{B_R \cdot \rho_d}{\rho_{BR}}}{V_A} \cdot 100 \quad (2.6)$$

Où

W_F : est la teneur en eau libre exprimée en pourcentage du poids du solide.

B_R : est la teneur en bitume résiduel exprimée en pourcentage en poids de solide ;

ρ_b : Densité apparente de l'échantillon enrobé à chaud (g/cm^3) ;

ρ_{BR} : est la densité du bitume résiduel ;

ρ_w : Densité de l'eau ;

v_{WF} : est le volume de l'eau libre .

Il faut préciser que, même si le bitume vieilli du RA influence le comportement mécanique du mélange dans l'analyse volumétrique, il est considéré comme faisant partie du RA (roche noire).

2.7 Pratiques de l'enrobé à froid

Les techniques d'enrobage à froid sont utilisées depuis près d'un siècle dans un certain nombre de pays et de régions, notamment en Europe, aux États-Unis, au Canada et en Afrique du Sud (Needham, D, (1996) ; Thanaya, I. N. A. (2003). Salomon, D.R. (2006)). De nouvelles techniques et de nouveaux équipements ont été largement développés pour des applications spécifiques telles que le recyclage à froid de l'asphalte sur site et les traitements de surface (Salomon, D.R, 2006).

2.7.1 En Europe

L'adoption des mélanges à froid en Europe est principalement liée à la production de mélanges recyclés à froid utilisant une émulsion de bitume ou une mousse de bitume et du ciment. En fait, les techniques de recyclage appliquées à l'industrie des chaussées sont une pratique courante dans la plupart des pays européens.

Dans le tableau 2.5, on reporte dans le contexte européen les techniques d'utilisation des enrobés à froid d'après (De la Roche, C., et al, 2013).

Tableau 2. 5 - Techniques d'utilisation des enrobés à froid appliqués en Europe.

Pays	Froid
BE (F+W)	20% dans la couche de base.
CZ	Mousse de bitume, émulsions et ciment.
FR	Emulsions ou mousse de bitume.
DE	Emulsions ou mousses Recommandé pour les RA contaminées par du goudron.
IT	Principalement des émulsions mais la mousse augmente. Un pourcentage plus élevé de RA est autorisé

NO	Emulsions et mousses de bitume.
DK	Presque aucune.
ES	100% RA dans la couche de base. Emulsions.

2.7.2 En Afrique du Sud

Le traitement des matériaux granulaires à l'émulsion de bitume est utilisé dans la construction de chaussées en Afrique du Sud tire ses révérences dans les années 1960. Le développement initial de la mousse de bitume a eu lieu à la même époque (fin des années 1950 par Csanyi), mais en raison des droits de brevet, l'utilisation de la mousse de bitume a été limitée à un petit groupe de pays (Jenkins, K. J, 2000).

Le tableau 2.6 propose quelques directives et publications concernant l'utilisation des émulsions et mousse de bitumes appliqués en Afrique du Sud d'après (Godenzoni, C, 2017).

Tableau 2. 6- Aperçu des Publication et directives sur les émulsions et mousse de bitume (Godenzoni, C, 2017)

Publié	Emulsion de bitume	Mousse de bitume
1972	TRH 7 :L'utilisation des émulsions de bitume dans la construction et l'entretien des routes.	-----
1993	Manuel SABITA 14 : GEMS La conception et l'utilisation des mélanges d'émulsion granulaire.	-----
1999	Manuel SABITA 21 : ETB, la conception et l'utilisation des bases traitées à l'émulsion.	-----
2002	-----	TG 2 : La conception et l'utilisation des matériaux traités à la mousse de bitume.
2009	-----	TG 2 : Matériaux stabilisés au bitume (2e éd.).

Le premier document, THR7 : The Use of Bitumen Emulsion in Construction and Maintenance of Road (Ministry of Transportation, 1972), fournissait peu d'indications en termes de stabilisation et/ou de conception des mélanges à froid. Il intégrait les aspects généraux de l'utilisation des émulsions de bitume dans tous les domaines de la construction des chaussées, y compris les joints, les couches d'accrochage et d'apprêt, le traitement du bitume et le recyclage.

Au cours des années 1970 et 1980, la popularité du traitement à l'émulsion de bitume des couches de chaussée granulaires a augmenté et le terme ETB's a été établi. SABITA a publié le manuel GEMS en 1993 qui traitait de la conception et de l'utilisation des mélanges d'émulsion granulaire.

Le manuel SABITA GEMS a été le premier de son genre à présenter des procédures d'essai en laboratoire, des procédures de conception de mélange, des critères d'évaluation et des directives de conception structurelles pour les mélanges d'émulsion de bitume granulaire en Afrique du Sud(SABITA, 1993).

Le TG2 a introduit des procédures d'essais en laboratoire, des procédures de conception des mélanges, des critères d'évaluation et des directives de conception structurelle pour les matériaux traités à la mousse de bitume en Afrique du Sud (Asphalte Académie, 2002).

2.7.3En Algérie

En Algérie la technique d'utilisation des émulsions cationiques à froid est utilisée que pour les emplois partiels ou enduits superficiels en revêtement superficiel .Pour les assises de chaussées , on note des tentatives de recherche ; Kettab (2007) ou des formulations avec des granulats concassés et/ou même de dune avec des émulsions cationiques à froid ont été proposés pour la réalisation des routes à trafic moyen à modérés .Par contre on cite que pour les enrobés réalisés à chaud ,la pathologie relevant des structures routières est focalisée majeure partie dans la variation saisonnière des températures (Ramond et al.2000).Les températures au pic et des écarts enregistrés sont les suivants :

- ✓ Les températures maximales de l'ordre de 40°C ;
- ✓ Les températures minimales de l'ordre de -5°C ;
- ✓ Des écarts de températures entre le jour et la nuit de 20°C.

Cependant, l'utilisation des enrobés à froid est généralement restreinte aux travaux en emplois partiels et entretiens de travaux routiers (mono et bicouche avec couches d'imprégnation en émulsion de bitume).

2.8 Propriétés viscoélastiques des matériaux bitumineux à froids

2.8.1 Définition d'un corps viscoélastique

Un corps monodimensionnel et non vieillissant est dit viscoélastique (par opposition à viscoplastique) si l'effacement devient total lors d'une expérience réalisée sur un effacement ($\sigma_\infty \rightarrow 0$). Cette expérience est visualisée d'après la figure 2.16 qui consiste à appliquer un créneau de déformation au matériau (Olard, 2003).

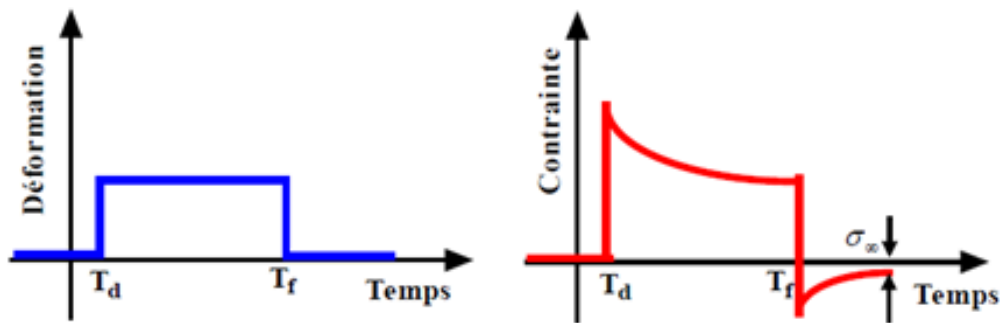
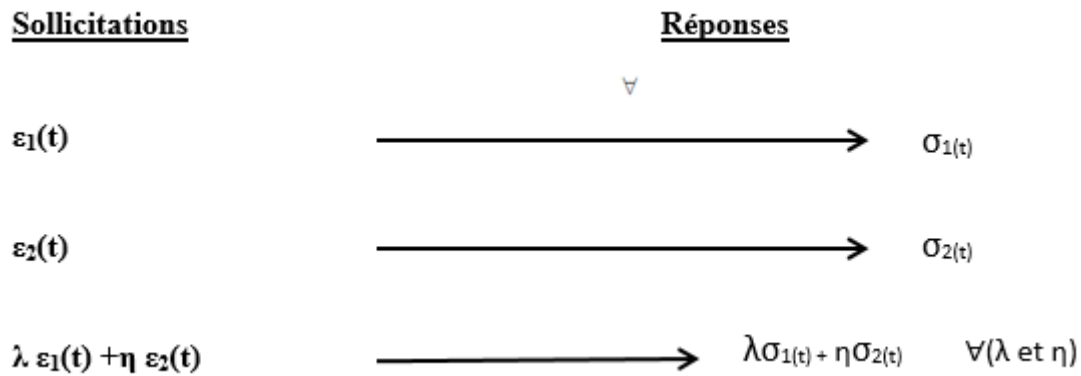


Figure 2. 16- Expérience d'effacement (à gauche) et réponse du matériau en contrainte (Olard, 2003).

2.8.2 Définition d'un corps viscoélastique linéaire

Un matériau viscoélastique possède en plus des caractéristiques énoncées en 2.8.1 , un comportement linéaire s'il suit le principe de superposition de Boltzmann , c'est-à-dire si la réponse à une sollicitation composée d'un certain nombre de sollicitations élémentaires est la somme des réponses à chacune de ces sollicitations (Salençon , 1983).



La Figure 2.17 permet de distinguer quatre types de comportements principaux pouvant être distingués en fonction de l'amplitude de la déformation et du nombre d'applications de la charge.

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

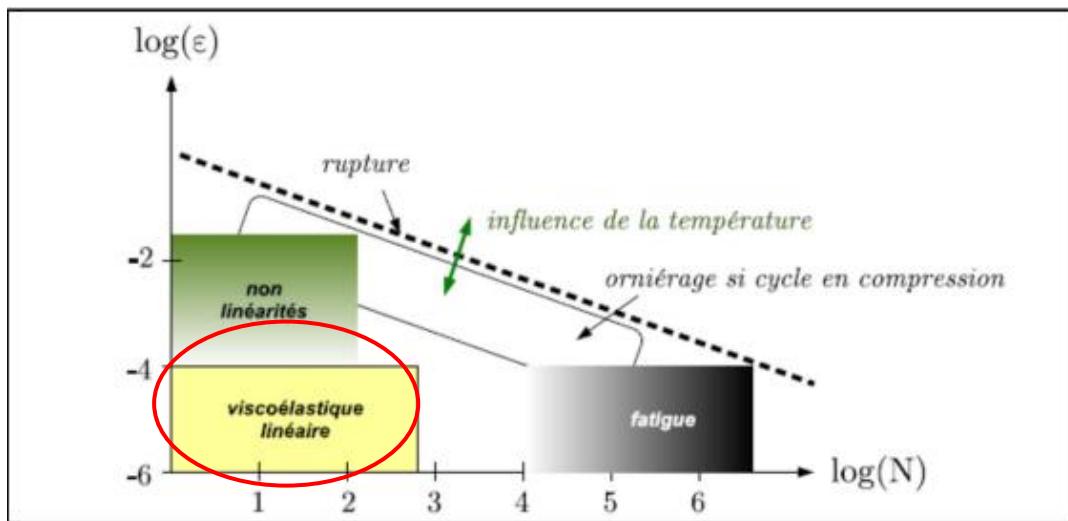


Figure 2.17- Domaines typiques du comportement des mélanges (ϵ) déformation (N) nombre de chargements (Di Benedetto et De La Roche, 1998 ; Di Benedetto et al. 2001).

Dans le domaine visco-élastique linéaire (VEL), le matériau a un comportement à mi-chemin entre celui d'un matériau élastique et celui d'un matériau visqueux. Le matériau bitumineux peut être considéré comme parfaitement élastique aux hautes fréquences ou aux très basses températures, mais il peut être considéré comme parfaitement visqueux aux très basses fréquences ou aux très hautes températures.

Les matériaux en émulsion de bitume à froid, comme les autres matériaux bitumineux, présentent un comportement qui est influencé par la température, la fréquence et l'amplitude de la charge appliquée en raison de la présence de bitume.

Selon l'ampleur de la contrainte appliquée et le nombre de cycles de chargement, quatre aspects principaux du comportement doivent être pris en compte lors de la modélisation de la réponse des matériaux bitumineux (Di Benedetto et al, 2001 ; Di Benedetto et al., 2007 ; Olard et al., 2005) :

- ✓ la rigidité et l'évolution temporelle de la rigidité dans le domaine linéaire ;
- ✓ la fatigue et l'évolution des dommages ;
- ✓ accumulation de déformations permanentes ;
- ✓ la fissuration et la propagation des fissures, en particulier à basse température.

2.9 La rigidité

La rigidité et la résistance à la fatigue d'un enrobé sont deux caractéristiques essentielles au dimensionnement structural d'une chaussée. La rigidité (ou module) est le rapport entre la contrainte et la déformation qui varie en fonction de la température et du temps de chargement. Elle entre dans le calcul de détermination de l'épaisseur requise d'enrobé pour supporter les charges appliquées par le trafic. La résistance à la fatigue d'un enrobé est sa capacité à supporter des chargements répétés sans se fissurer. Elle permet d'en estimer la durée de vie en mesurant le nombre de chargements nécessaire pour atteindre la rupture. Le module d'un enrobé est un paramètre présentement estimé dans le calcul de dimensionnement des chaussées. La mesure de la rigidité en laboratoire permettra de vérifier les valeurs utilisées. La caractéristique de la résistance à la fatigue permettra de concevoir des enrobés plus performants.

Pour bien expliciter la notion de rigidité, nous présentons une étude expérimentale permettant de tester des enrobés bitumineux à chauds et des enrobés recyclés à froid sollicités par une compression variable mono-axiale à loi sinusoïdale : la contrainte $\sigma(t)$ est donnée par la relation (2.7).

$$\sigma(t) = \frac{P}{A} \sin(\omega t) \quad (2.7)$$

Où

- P est la force axiale appliquée
- A est l'aire de la section transversale du spécimen
- $\omega = \frac{2\pi}{T}$ est la fréquence angulaire, et T est sa période

La fréquence de la contrainte est définie comme suit :

$$v = \frac{\omega}{2\pi} = \frac{1}{T}$$

La réponse à la déformation des matériaux viscoélastiques linéaires est également décrite par une loi sinusoïdale, qui a la propriété d'avoir la même fréquence que la contrainte mais un

retard de phase par rapport à la contrainte, avec un intervalle qui augmente avec la fréquence. Par conséquent, on peut écrire : la figure 2.18 illustre le retard de phase de la déformation en fonction de la contrainte .la déformation ε est donnée par la relation (2.8) .

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t - \varphi(\omega)) \quad (2.8)$$

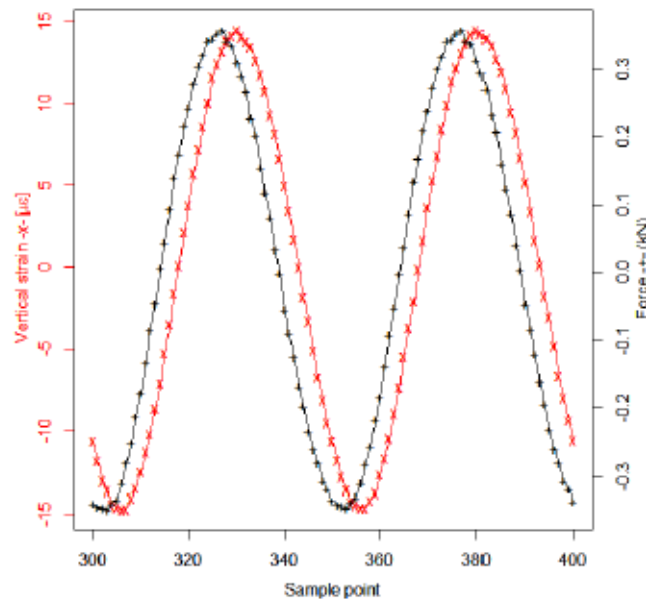


Figure 2. 18- Retard de phase de la déformation en fonction de la contrainte (Simone, L 2016).

2.10 Détermination du module dans le domaine fréquentiel – Module complexe ($E^*(\omega)$)

2.10.1 Définition du module complexe

Nous avons défini la rigidité ou module dans le paragraphe 2.10 comme paramètre essentiel pour le dimensionnement des chaussées. Le module complexe est défini comme la valeur absolue du module d'Young dans sa valeur complexe .Nous détaillons dans ce qui suit la notion du module complexe (E^*) d'un matériau enrobé à comportement viscoélastique linéaire décrit à partir des considérations mathématiques.

Le comportement des matériaux dans un champ viscoélastique linéaire soumis à des contraintes sinusoïdales est décrit à l'aide de nombres complexes.

Les fonctions sinusoïdales définies précédemment et utilisées pour représenter la tension et la déformation représentent la partie réelle des nombres complexes suivants :

$$\sigma^* = \sigma_0 [\sin(\omega t) + i \cos(\omega t)] \quad (2.9)$$

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0(\omega) [\sin(\omega t - \varphi) + i \cos(\omega t - \varphi(\omega))] \quad (2.10)$$

L'amplitude de la réponse de déformation du matériau (ε_0) et le retard de phase (φ) dépendent de la fréquence d'application de la charge (ω). Sur la fréquence d'application de la charge (ω).

La tension et la déformation peuvent s'écrire sous forme exponentielle :

$$\sigma^*(\omega) = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad (2.11)$$

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_0(\omega) e^{i(\omega t - \varphi(\omega))} \quad (2.12)$$

La relation entre les deux quantités définies ci-dessus est appelée module de Young.

$$E^*(\omega) = \frac{\sigma^*(\omega)}{\varepsilon^*(\omega)} = \frac{\sigma_0 e^{i\omega t}}{\varepsilon_0(\omega) e^{i(\omega t - \varphi(\omega))}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0(\omega)} e^{i\varphi(\omega)} \quad (2.13)$$

La valeur absolue du module de Young complexe $|E^*(\omega)|$ est souvent appelée dans la littérature le module complexe, ou module de rigidité, et est égale au rapport des amplitudes des deux sinusoïdes.

$$|E^*(\omega)| = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \quad (2.14)$$

Prendre le module complexe dans le plan cartésien

$$E^* = E_1 + iE_2 \quad (2.15)$$

$$E_0(\omega) = \sqrt{E_1^2 + E_2^2} \quad (2.16)$$

Où $E_0(\omega) = |E^*|$ le module de rigidité est la norme du module complexe.

- $E_1 = |E^*| \cos \phi$ est le module de restitution définissant la déformation réversible, soit la composante élastique.
- $E_2 = |E^*| \sin \phi$ est le module de dissipation définissant la déformation irréversible, c'est-à-dire la composante visqueuse.

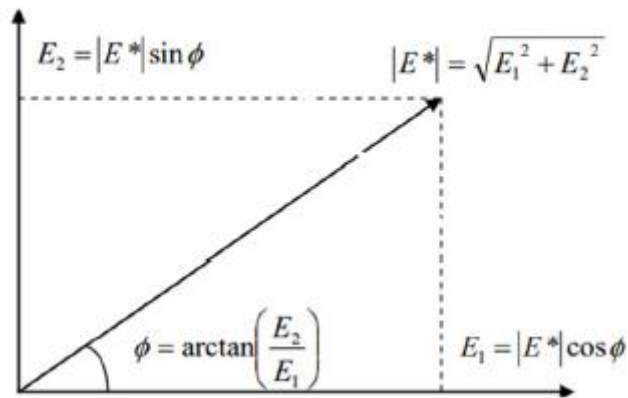


Figure 2. 19- Représentation du module E^* dans le plan complexe

L'angle de phase ϕ est une indication du comportement visqueux du matériau :

- ✓ Si de faibles valeurs réduisent la composante E_2 , le matériau présente un comportement élastique ;
- ✓ Des valeurs élevées réduisent la composante E_1 , le matériau présente un comportement visqueux.

On peut également supposer que pour les matériaux purement élastiques, $\phi=0^\circ$, et pour les matériaux purement visqueux, $\phi =90^\circ$.

Pour les matériaux bitumineux, E_0 et φ sont tous deux des fonctions de la fréquence de sollicitation : à basse fréquence (temps de chargement élevés) ou à haute température, le comportement visqueux est accentué, à haute fréquence (temps de chargement faibles) et à basse température, le comportement élastique prévaut.

2.10.2 Les différents types d'essais du module complexe

Pour chaque essai on peut déterminer le module complexe à l'aide de deux facteurs :

- ✓ Un facteur de forme, dépendant des dimensions de l'éprouvette.
- ✓ Un facteur de masse μ prenant en compte (si nécessaire) les effets d'inertie liés à la masse M de l'éprouvette en mouvement et à la masse m de l'équipage mobile.

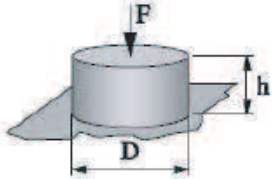
Les parties réelles E_1 et imaginaires E_2 du module complexe sont alors données par :

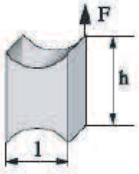
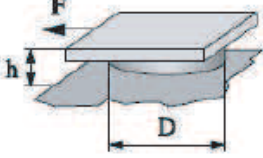
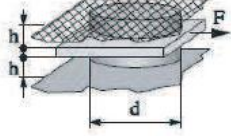
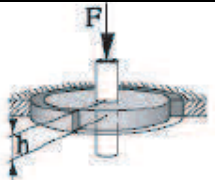
$$\begin{cases} E_1 = \gamma \left(\frac{F}{D} \cos \varphi + \mu \omega^2 \right) \\ E_2 = \gamma \left(\frac{F}{D} \sin \varphi \right) \end{cases} \quad (2.17)$$

Où ω est la pulsation, F la force et D le déplacement.

Les tableaux 2.7 visualise différents essais permettant de déterminer les coefficients de forme (γ) destinés à reproduire la valeur du module complexe (E^*) et ce à partir de quelques essais en traction compression, scission LCPC, cisaillement à hauteur constante ou à simple cisaillement.

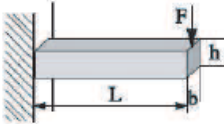
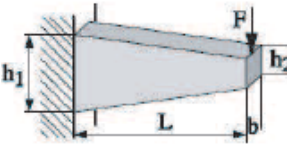
Tableau 2. 7- Récapitulatifs des principaux essais "homogènes" de module complexe existants sur enrobés bitumineux (Di Benedetto et al. 2001).

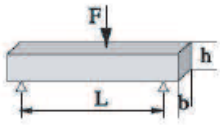
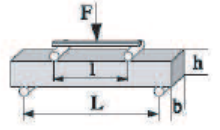
	Schéma de principe	Facteur de forme γ
Traction compression (avec ou sans confinement)		$\frac{4h}{\pi D^2}$

Essai de scission LCPC		$\frac{l}{he}$
Essais de cisaillement à hauteur constante		$\frac{4h}{\pi D^2}$
Shearing test machine		$\frac{4h}{\pi D^2}$
Co-axial shear test		$\frac{\ln\left(\frac{d}{D}\right)}{2\pi h}$

Le tableau 2.8 illustre une autre manière de déterminer le coefficient de forme (γ) et le facteur de masse (η) en vue de déterminer le module complexe (E^*). Ces coefficients sont basées sur la mise au points d'essais en flexion en 2, 3 et 4 points réalisés sur des échantillons à enrobés bitumineux et de forme prismatiques (Di Benedetto et al. 2001).

Tableau 2. 8 - Récapitulatifs des principaux essais "non homogènes" de module complexe existants sur enrobés bitumineux (Di Benedetto et al., 2001).

	Schéma de principe	Facteur de forme γ	Facteur de masse η
Flexion 2 points		$\frac{4L^3}{bh^3}$	$\frac{M}{4} + m$
		$\frac{12L^3}{b(h_1 - h_2)^3} \times \left[\left(2 - \frac{h_2}{2h_1} \right) \cdot \frac{h_2}{h_1} - \frac{3}{2} - \ln \frac{h_2}{h_1} \right]$	0.135 M + m

Flexion 3 points		$\frac{24L^3}{\pi^4bh^3}$	0.5 M + m
Flexion 4 points		$\frac{2L^3 - 3LI^2 + I^3}{Sbh^3}$	0.5 M + m

2.10.3 Présentation des résultats des essais de module complexe

Le module complexe varie en fonction de la température et de la fréquence. Les résultats des expériences $|E^*|$, φ , E_1 et E_2 sont généralement exprimés comme suit :

a)- Les courbes isothermes

Les valeurs de la norme de module complexe $|E^*|$ ou E_0 et l'angle de phase φ sont couramment représentées dans un plan bi-logarithmiques en fonction de la fréquence de chacune des températures d'essai (T) mesuré, ce qui donne lieu aux courbes isothermes de module complexe (E_0) et d'angle de phase (φ) présentées dans la figure 2.20.

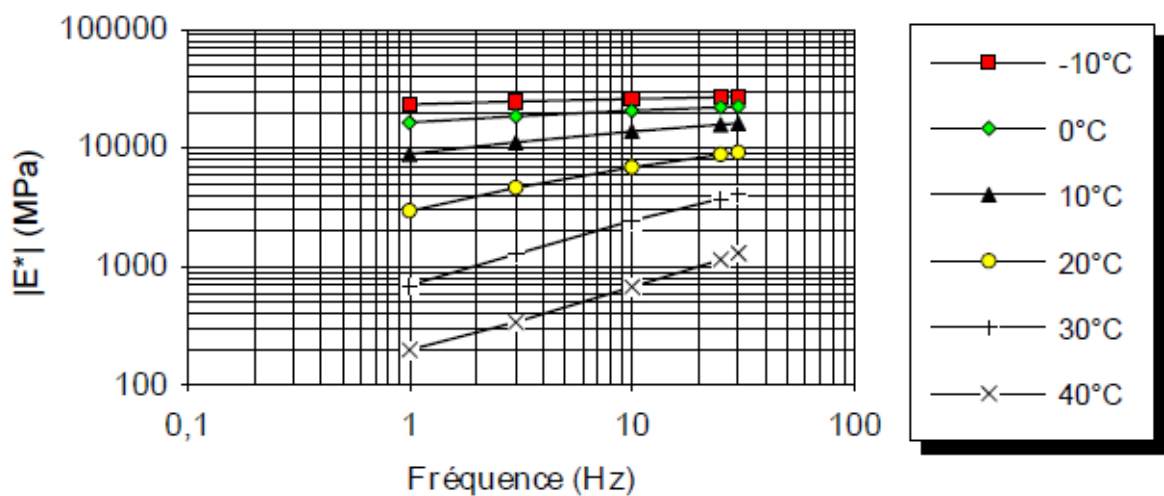


Figure 2. 20 - les courbes Isothermes du module complexe (De la Roche, 1996).

b)- Courbe dans le plan de Cole et Cole

Une représentation des résultats des essais en régime d'oscillation sinusoïdale est réalisée dans le diagramme de plan de Cole-Cole (Figure 2.21), pour lequel l'axe des x représente la partie réelle du module complexe $E1$, tandis que l'axe des y représente la partie imaginaire $E2$, pour chaque essai de compression sinusoïdale effectué à une certaine température et fréquence.

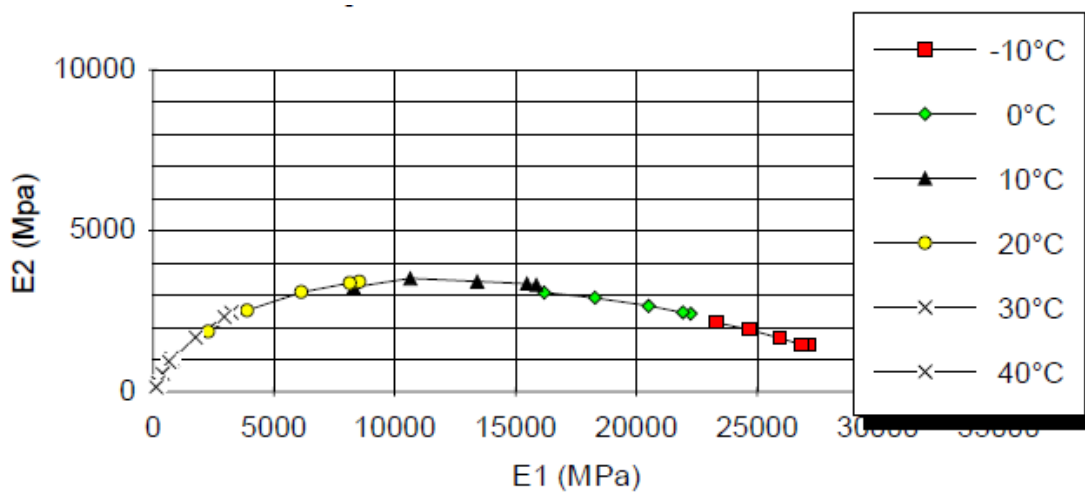


Figure 2. 21 - courbe de module complexe dans le plan de Cole et Cole (De la Roche, 1996).

c)- Courbe dans l'espace de Black

Une autre façon de représenter les résultats est le diagramme de l'espace Black, dans lequel chaque couple angle de phase-norme du module complexe est représentatif d'une fréquence et d'une température, comme le montre la figure 2.22.

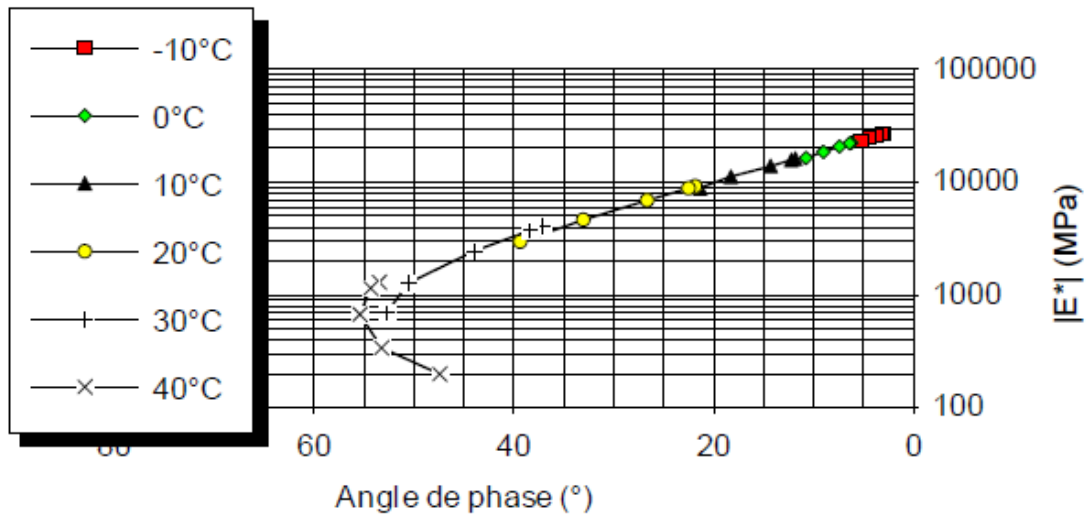


Figure 2. 22- La courbe de module complexe dans l'espace de Black.

L'espace Black peut être utilisé pour montrer la valeur maximum de $|E^*|$ ou E_0 et φ de la matière. La courbe Black indique l'augmentation de l'angle de phase lorsqu' E_0 diminue ou lorsque la durée de charge ou la température augmente.

d)- Les courbes maitresses et Principe superposition temps-température (PSTT)

Les courbes maîtresse décrit le comportement rhéologique d'un matériau à une température spécifique et représente la tendance d'une propriété rhéologique (pour les mélanges, généralement le module d'Young complexe ou l'angle de phase) en fonction de la fréquence de chargement (figure 2.23).

Lorsque les données expérimentales dessinent des courbes uniques dans le plan de Cole-Cole et dans l'espace de Black, cela signifie que le matériau est thermo-rhéologiquement simple, c'est-à-dire que la même réponse mécanique est obtenue soit en faisant varier la température, soit en faisant varier la fréquence de chargement, avec une parfaite superposition des effets. Cette propriété est appelée le principe de superposition temps/température (PSTT).

Le PSTT indique que la même valeur E^* peut être obtenue avec différents couples fréquence-température, ce qui permet de déterminer une fréquence équivalente (réduite) pour une température de référence. Selon le PSTT, ils peuvent être écrits comme une fonction de la température d'essai T comme suit :

$$\tau(T) = a_{Tref}(T)\tau_{ref} \quad (2.18)$$

Où $a_{Tref}(T)$ sont les facteurs de décalage en température utilisés pour décrire la dépendance thermique de τ et est le temps caractéristique à la température de référence T_{ref} .

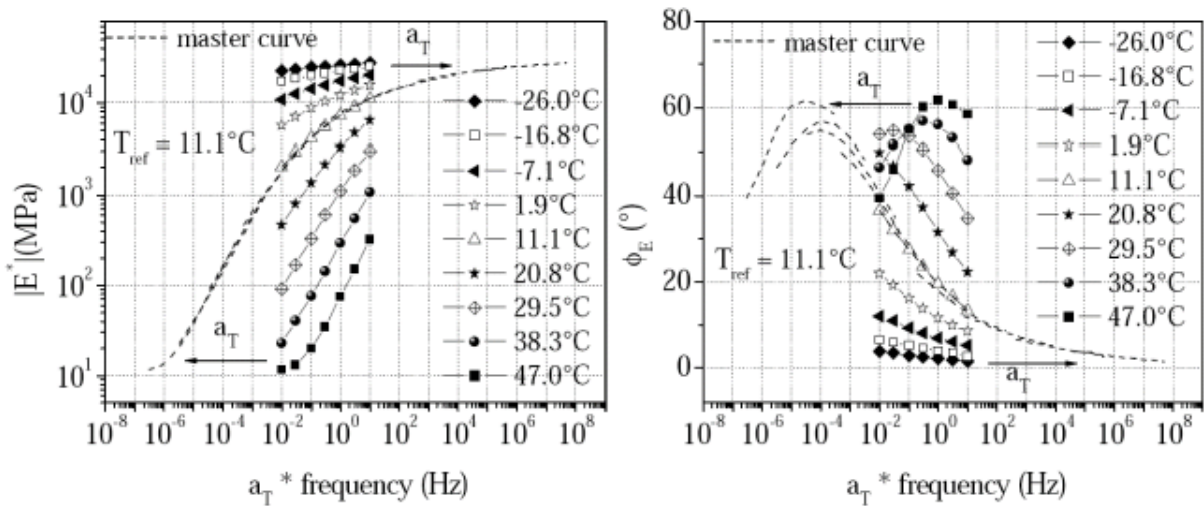


Figure 2. 23 - Courbes maitresses du module complexe de l'enrobé bitumineux ; Droite : Norme et Gauche : Angle de phase (Q.T. Nguyen, 2011)

Les valeurs du coefficient de translation aT sont tracées en fonction de la température (voir figure 2.24). Ensuite, le modèle Williams- Landel-Ferry (WLF) a été utilisé pour ajuster la dépendance à la température des facteurs de décalage (Ferry, 1980) :

La formule du facteur de translation aT dite "de WLF" décrit comme suit :

$$\log a_T = \frac{-C_1(T - T_R)}{(T - T_R) + C_2} \quad (2.19)$$

Avec T_R , la température de référence et C_1 et C_2 des constantes dépendant du matériau et de la température T .

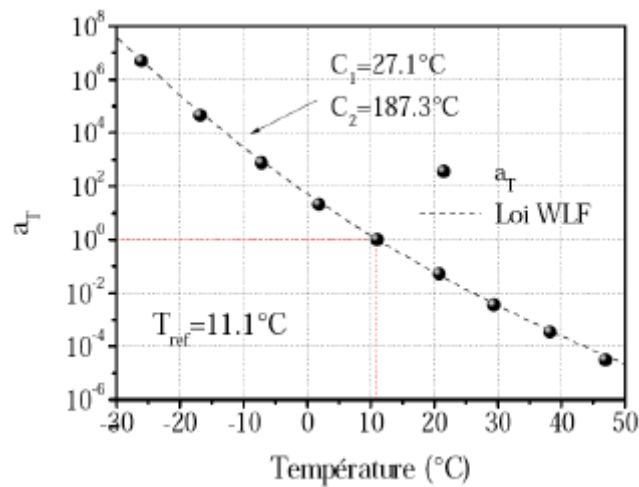


Figure 2. 24- Courbe d'évolution du coefficient de translation a_T en fonction de la température.

2.11 Modélisation rhéologique

Un certain nombre de modèles rhéologiques différents peuvent être utilisés pour construire les courbes maîtresses. Le modèle rhéologique de Huet-Sayegh (H-S) et le modèle analogique 2S2P1D a été utilisé pour ajuster les données expérimentales :

a)- Modèle de Huet – Sayegh (H-S)

Le modèle d'Huet a été adapté par Sayegh (1965) est composé de la connexion en série d'un ressort de rigidité E_g et de deux despotes paraboliques, à leur tour parallèles à un ressort de rigidité inférieure E_e (figure 2.22).

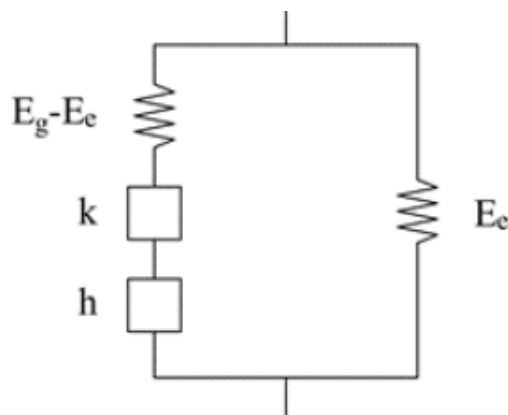


Figure 2. 25- Schéma du modèle de Huet-Sayegh (1965)

Le module complexe est décrit avec le modèle *HS* comme suit :

$$E^*(\omega) = E_e + \frac{E_g - E_e}{1 + \delta(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h}} \quad (2.20)$$

Où E_e et E_g sont respectivement le module d'équilibre (statique) et le module vitreux, δ , h et k sont des paramètres du modèle, et τ est le temps caractéristique. Les deux modules définissent la réponse du ressort, tandis que k et h sont liés aux despotes paraboliques.

(E_e) Représente la valeur de E^* lorsque $\omega\tau \rightarrow 0$, qui définit la réponse purement visqueuse du matériau lorsque le liant bitumineux devient liquide (haute température/basse fréquence).

(E_g) Est la valeur de E^* lorsque $\omega\tau \rightarrow \infty$ et décrit la réponse purement élastique du matériau lorsque le bitume est un solide vitreux (basse température/haute fréquence). Sa valeur dépend principalement des propriétés volumétriques du matériau.

b)- Modèle analogique 2S2P1D

Olard et Di Benedetto (2003) ; ont constaté que le modèle du (HS) ne décrit pas de façon adéquate le comportement à basse fréquence (haute température) des liants. Ils proposent d'actualiser et développé le modèle HS en y ajoutant un despote linéaire, le modèle 2S2P1D : 2 ressorts, 2 éléments paraboliques, 1 despote (Figure 2.26).

Dans ce modèle, un amortisseur caractérisé par une viscosité η a été ajouté en série avec les deux éléments paraboliques, de manière à obtenir une meilleure réponse des matériaux bitumineux sollicités à haute température et à très basse fréquence.

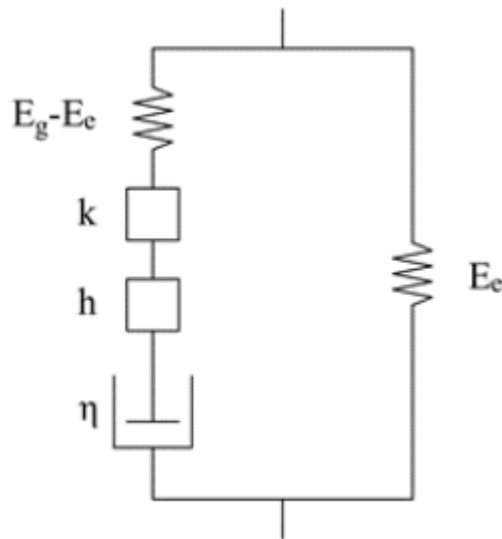


Figure 2. 26- Représentation du modèle 2S2P1D

Le module complexe dans le modèle 2S2P1D est décrit par l'expression :

$$E^*(\omega) = E_e + \frac{E_g - E_e}{1 + \delta(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h} + (j\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (3.21)$$

Où β est un paramètre sans dimension et est principalement influencé par le vieillissement du liant :

$$\beta = \frac{\eta}{\tau (E_g - E_e)} \quad (3.22)$$

2.12 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présentés les principaux avantages des enrobés à froid en comparaison avec les enrobés à chaud dont leurs inconvénients résident sur la consommation d'énergie, les problèmes écologiques provoqués par les activités humaines ainsi que les problèmes pouvant ressurgir des gaz à effets des gaz.

Les enrobés coulés à froid sont des alternatives économiques, écologiques et durables aux enrobés préparés à chaud. Les mortiers à émulsions de bitumes représentent un avantage économique en vue de leur utilisation en construction routière et leur entretien routier.

L'avantage des émulsions de bitume est qu'elles sont liquides à température ambiante et qu'elles peuvent être combinées avec des agrégats sans qu'il soit nécessaire de chauffer les agrégats ou le bitume, comme c'est le cas pour les enrobés à chaud. Il n'existe pas de méthode universellement acceptée pour la conception des enrobés à froid.

Les types de modèles rhéologiques existants dans la littérature : 2S2P1D, Sayegh (1965), Williams- Landel-Ferry (WLF) ,permettent de bien simuler les liants utilisés et les performances des enrobés à froid .

L'appréciation des essais de modules complexes en norme ($|E^*|$) et argument (angle de phase) est souvent liée par des paramètres intrinsèques tels que : les courbes isothermes, les courbes maitresses, les courbes dans le plan Cole- Cole et les courbes dans l'espace de Black.

Chapitre 3

Caractérisation en laboratoire des mortiers bitumineux à froids

Dans ce chapitre nous avons présenté dans un premier temps les différents matériaux utilisés lors de la fabrication des mortiers bitumineux à froid et leurs caractéristiques physiques, ainsi que la composition des mortiers. Les protocoles d'essais seront suivis par les procédures de préparation des échantillons ainsi que la détermination des caractérisations rhéologiques.

Cette étude expérimentale vise à caractériser la réponse mécanique des mortiers bitumineux à froid issus par une combinaison de trois types d'émulsion de bitume (A, B et C), du sable calcaire et quartzueux, des fines calcaires, du ciment et de l'eau. L'influence des variables expérimentales telles que les conditions de cure (temps et humidité relative) et les types d'ajouts du liant ont été étudiées en évaluant les propriétés volumétriques et mécaniques des mortiers bitumineux à froids produits en laboratoire.

3.1 Méthodologie

La méthodologie d'étude est formulée selon un concept de base issue d'un appareillage spécifique existant au laboratoire de l'Université polytechnique de Marches (Italie).

Les différents mélanges (confection d'éprouvettes), le compactage d'éprouvettes, la cure et les essais mécaniques ont été réalisés dans des conditions de températures et d'humidité relative conformes aux normes Européennes **NF EN 12697-26** (AFNOR) afin d'éviter toutes fluctuations de résultats pouvant impacter le contenu de l'étude.

Les éprouvettes confectionnées sont de forme cylindrique de 100 mm de diamètre et de 50 hauteurs (pour les éprouvettes tester par l'essai de traction indirecte) et 135 mm de hauteur (pour les éprouvettes tester par l'essai de module complexe). Pour les différents mortiers préparés, nous avons maintenu une conservation de cure de : 1j, 3 j 7 et 28 jour pour les éprouvette d'essais traction indirecte et 90 jours pour les éprouvettes d'essai module complexe sous une température ambiante de 25°C. Une fois les éprouvettes prêtes pour les tests en fin de cure, des essais mécaniques du type essai à la traction indirect avec mesure de la perte en eau seront déterminés. La procédure expérimentale est présentée sous forme d'un organigramme est décrite dans la figure 3.1 ci-dessous.

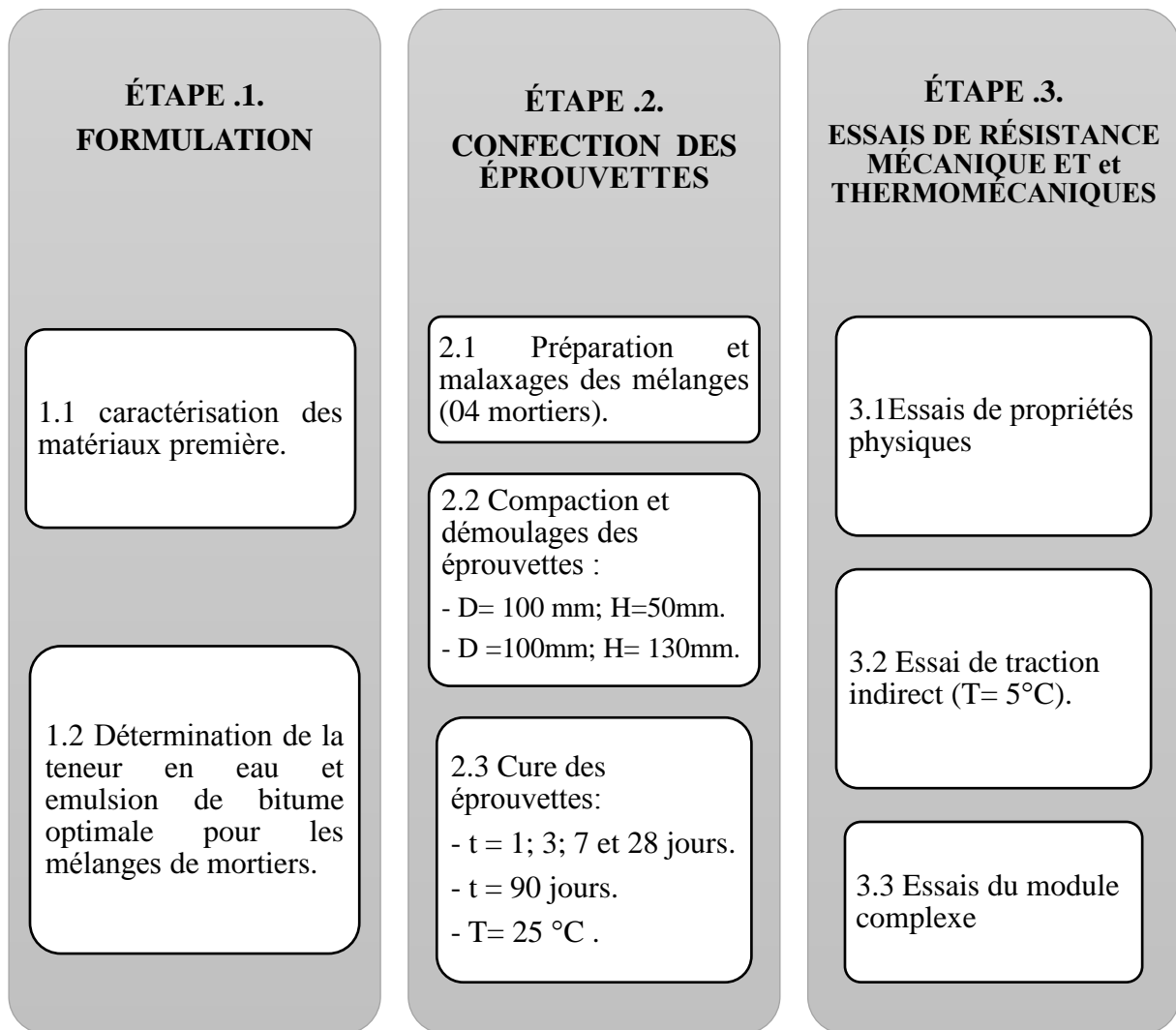


Figure 3. 1- Le diagramme de l'étude

3.2Présentation des matériaux utilisés

Des agrégats du type calcaire et quartzeux et fines calcaires de caractéristiques différentes ont été utilisés dans les mélanges avec trois types d'émulsions bitumineuses, du ciment et de l'eau, afin de préparer quatre types de mortier à froid. Tous les mortiers montraient cependant les mêmes caractéristiques volumétriques.

NB : les paragraphes suivants explicitent la détermination des caractéristiques physiques et volumétriques de chaque matériau utilisé dans le cadre de ce travail.

3.2.1 Les matériaux granulaires

Les matériaux granulaires principaux que nous utiliserons dans ce travail de thèse sont des sables concassés avec des compositions minéralogiques et des sources différentes ont été sélectionnées comme suit :

- ✓ la première source est un sable quartzeux spécialement produit en Allemagne sélectionné comme matériau de référence au sein de l'ILT figure 3.3 ;
- ✓ la deuxième source, un sable calcaire italien, a été utilisée pour sa bonne compatibilité avec les émulsions cationiques figure 3.5.

Les distributions granulométriques des sables ont été obtenues en utilisant la courbe de référence représentée sur la figure 3.2. Les deux sables étaient caractérisés par les mêmes valeurs de densité apparente et absorption d'eau (EN 1096-6), respectivement 2650 kg/m^3 et $1,0 \%$. La fraction de sable comprend de fines particules d'agrégat de $0,063 \text{ mm}$ à 2 mm .

Le tableau 3.1 donne les résultats de l'analyse granulométrique du matériau de référence utilisé dans le cadre de cette étude.

Les fines d'origine calcaires provenaient de deux sources indépendantes, à savoir l'Allemagne (remplissage de référence adopté dans l'ILT) et l'Italie. Ils ont la même forme granulométrique de diamètre maximal $0,063 \text{ mm}$. Leurs densités sont différentes : Elle est égale à 2689 kg/m^3 pour les fines d'origine allemande et 2728 kg/m^3 pour celle d'origine italienne.

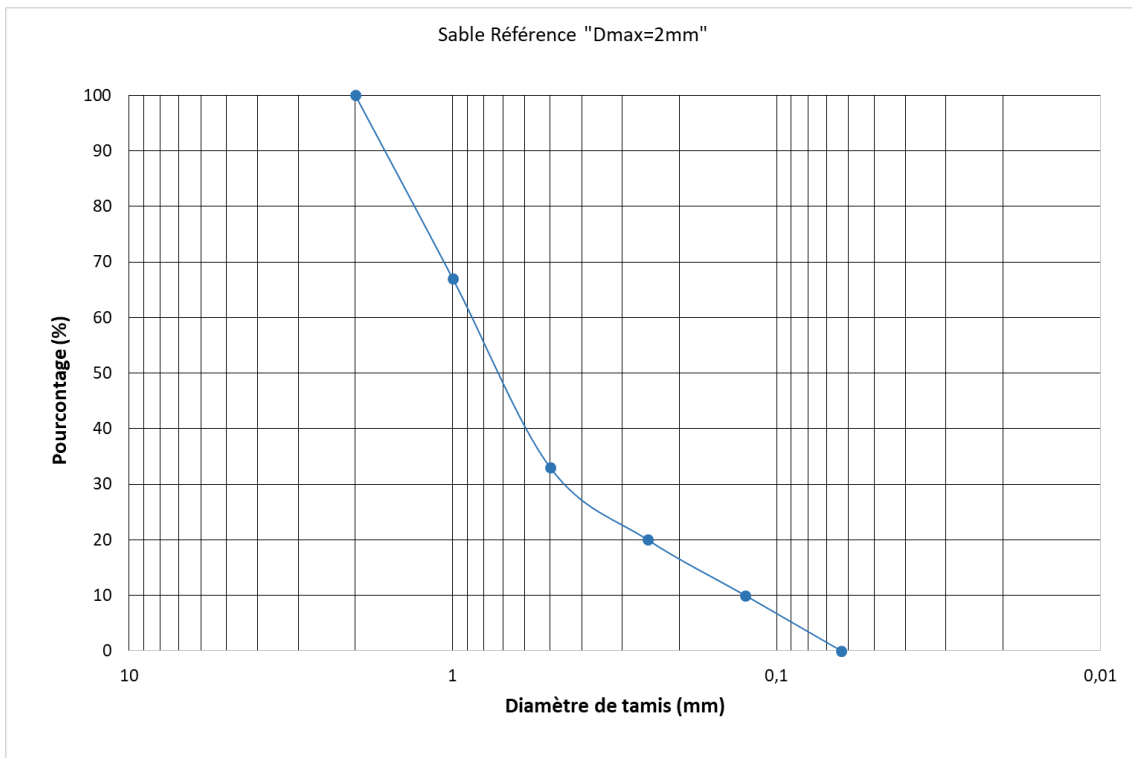


Figure 3. 2- Distribution granulométrique des particules de sable 0.063/2mm.

Tableau 3. 1- Analyse granulométrique du sable utilisé.

Taille du tamis (mm)	Passant en masse (%)	Retenue cumulée en masse (%)	Rétention partielle en masse (%)	Masse de l'échantillon de sable (g)*
2	100	0	0	0
1	67	33	33	767.1
0.5	33	67	34	792.4
0.25	20	80	13	303.0
0.125	10	90	10	233.1
0.063	0	100	10	233.1



Figure 3. 3-le sable référence



Figure 3. 4-les fines référence



Figure 3. 5-le sable d'Italie



Figure 3. 6- les fines d'Italie

3.2.1.1 Caractérisation du sable et des fines de provenance d'Italie

Les paragraphes suivants décrivent les opérations réalisées pour la caractérisation physique du sable en provenance d'Italie, (Figure 3.7) et les fines, utilisées pour la fabrication des mortiers.

a) Détermination de la masse volumique réelle du sable et fine (Méthode du Pycnomètre)

La densité des fines a été mesurée selon la procédure décrite dans la norme **EN 1097-7**. La méthode au pycnomètre est une procédure bien connue pour déterminer le volume d'échantillons de forme irrégulière, par exemple des agrégats. Lorsque la masse de l'échantillon est connue, la densité peut être calculée.



Figure 3. 7-Sable provenance d'Italie

Le principe est basé sur la substitution d'une certaine quantité de liquide de densité connue à la partie à tester. Deux spécimens d'essai séparés ont été préparés pour les deux matériaux, en utilisant deux pycnomètres calibrés et de l'eau comme liquide de densité connue.

Pour chacun des spécimens d'essai, la procédure est la suivante :

- ✓ le poids du pycnomètre propre et sec avec bouchon (m_0) est enregistré (figure 3.8a) ;
- ✓ puis remplir avec (10 ± 1) g de charge prélevée sur la partie testée et repesée (m_1), (figure 3.8 b) ;
- ✓ Une quantité d'eau suffisante est ajoutée pour immerger complètement l'échantillon d'essai. Cette étape est réalisée avec beaucoup de précaution, en permettant à la charge de percoler, (Figure 3.8c) ;
- ✓ les poches d'air sont éliminées en faisant bouillir le pycnomètre dans un four électrique, puis en le laissant refroidir pendant au moins 12 heures ;

- ✓ remplir le pycnomètre d'eau jusqu'au niveau, et le placer dans le bain-marie à $(25 \pm 0,1)$ °C sans le bouchon ou de manière à ce que le sommet dépasse de 2 à 3 mm le niveau de l'eau dans le bain (figure 3.8 d) ; après 60 minutes, replacer le bouchon dans le pycnomètre, en laissant s'échapper un volume d'eau capillaire ;
- ✓ retirer le pycnomètre du bain-marie, essuyer l'eau capillaire du dessus et le refroidir rapidement à l'eau froide courante ;



(a)

(b)

(c)



(d)

Figure 3. 8- a) poids m_0 ; b) poids m_1 ; c) immersion de l'échantillon ; d) pycnomètre dans un bain thermostatique.

La densité du sable été déterminée à l'aide de la relation suivante :

$$P_f = \frac{m_1 - m_0}{v = \frac{m_2 - m_1}{p_l}} \quad (3.1)$$

Avec :

m_0 : Masse du pycnomètre vide avec bouchon, en grammes ;

m_1 : Masse du pycnomètre avec la portion de charge d'essai, en grammes ;

m_2 : Masse du pycnomètre avec la partie test des fines ;

v : Volume du pycnomètre, en millilitres ;

p_l : Densité du liquide (eau) à 25 °C, en Mg/m³ par mètre cube ;

P_f : Densité des particules des fines à 25 °C, en mg/m³.

La densité des particules de sable et fine a été calculée comme la moyenne des deux déterminations, pour chacun des deux matériaux est 2.650Mg/m³ pour sable et 2,728 Mg/m³ pour les fines.

3.2.2 Description d'émulsion de bitume utilisé

Les liants bitumineux qui seront utilisés dans cette étude sont caractérisés par trois types d'émulsions de bitume commerciales fournies par Fournisseur de matériaux de construction en Italie (ValliZabbanSpA).

L'émulsion **A**, de classe C65BP4 (EN 13808), est l'émulsion de référence retenue dans l'ILT. C'est une émulsion cationique à taux de rupture moyen avec 65% de bitume résiduel et l'ajout de latex SBS.

Les émulsions **B** et **C** sont des émulsions cationiques sur-stabilisées spécialement conçues pour les applications de recyclage à froid, avec 60% de bitume résiduel. Emulsion **B**, de la classe C60B10 (EN 13808), a été obtenu à partir de bitume vierge, tandis que l'Emulsion C,

désignée par C60BP10 (EN 13808) a été obtenu à partir du bitume vierge additionné avec du latex SBS (figure 3.9).

Le Tableau 3.2 résume les résultats de ces essais de caractérisation et confirme que les deux bitumes de l'étude sont conformes aux spécifications normalisées (EN 13808).



Figure 3. 9 - L'émulsion de bitume class C60BP10 utilisés en laboratoire.

Tableau 3. 2 - Propriétés générales des émulsions de bitume et des liants résiduels (tels que déclaré par le fabricant).

Propriété	Standard	Valeurs nominales		
		A	B	C
Emulsion				
Teneur en bitume résiduel (%)	EN 1428	65	60	60
Viscosité à 40°C / temps d'écoulement à 40°C.	EN 12846-1	5/70	15/70	15/70
Comportement à la rupture (avec charge minérale) (%).	EN13075-1	110-195		
Stabilité du mélange avec le ciment (%).	EN 12848	-	< 2	< 2

Liant résiduel

Pénétration à 25°C (mm/10)	EN 1426	100	100	100
Point de ramollissement (°C)	EN 1427	55	43	55

L'émulsion de bitume doit être stockée à 25 °C selon les instructions du fournisseur. Avant son utilisation, l'émulsion doit être soigneusement remuée pour éliminer toute sédimentation ou floculation du liant. Sédimentation ou floculation du liant.

3.2.3 Ciment

Le but du ciment dans les mélanges bitumineux à froids était de contrôler le comportement de freinage des émulsions de bitume et d'augmenter la résistance et la rigidité du mélange initial en liant un excès d'eau libéré par la rupture de l'émulsion (Niazi et Jalili 2009, Miljković et Radenberg 2014a). En réagissant avec l'eau de l'émulsion et en interagissant avec l'émulsifiant lui-même (Prowell et al. 2011, Qiang et al. 2011, Zhang et al. 2012, Tan et al. 2013), il peut conduire à divers effets, parfois opposés, sur la rupture de l'émulsion. L'émulsion de bitume peut influencer la porosité des produits d'hydratation, et son effet significatif sur le processus d'hydratation du ciment est présent pendant les premiers mois (Bołtryk et Małaszkiwicz 2013). Cependant, cette interaction dépend du rapport ciment/émulsion et peut être significativement différente pour l'émulsion de bitume et les mélanges à dominante ciment.

L'ajout du ciment réduit la sensibilité à l'eau du mélange (Lu et al. 2009) et influence positivement le développement des propriétés mécaniques dans le temps (Wang et al. 2014). L'ajout de 1 % de ciment est une pratique courante pour les enrobés à froid (Wirtgen, 2010). Il réduit l'influence négative de l'eau libérée et améliore l'adhésion (Wang et Sha 2010, Tan et Guo 2014) du liant au granulat, ce qui affecte positivement la sensibilité à l'eau du mélange en général. Cependant, il est important de dire que l'augmentation de la teneur en ciment augmente la sensibilité des propriétés mécaniques à la température d'essai (Kong et al. 2014).

Pour tous les mélanges fabriqués, du ciment CEM I 42,5 N selon DIN EN 197-1 (Deutsches Institut für Normung 2011c) fourni par HeidelbergCement, dont la densité est de 3125 kg / m³ a été utilisé.

3.2.4 Eau

La quantité totale d'eau dans le mortier comprenait l'eau d'émulsion et l'eau d'addition, correspondant à l'absorption du sable.

3.3 Composition des mortiers bitumineux

Dans le cadre de l'ILT, une composition volumétrique de référence a été adoptée pour le système de modèle de mortier bitumineux à froids.

Le modèle est construit sur la prémisse que les mortiers bitumineux à froids ont une morphologie multi phase où les agrégats fins, le mastic et les vides d'air sont considérés comme des phases physiquement distinctes. La figure 3.11 montre le modèle volumétrique d'une éprouvette de mortier CBE décomposé en quatre niveaux d'organisation structurelle.

Plusieurs études ont montré qu'un mortier visant à représenter la matrice fine d'un mélange d'EBC doit inclure une fraction des vides d'air totaux du mélange (Mignini et al, 2018). Par conséquent, au premier niveau, la fraction volumique des vides d'air (ϕ_v) et le mortier ($\phi_{mortier}$) sont identifiés comme suit :

$$1 = \phi_v + \phi_{mortier} \quad (3.2)$$

Au deuxième niveau, c'est-à-dire à l'intérieur du mortier, les fractions de mastic (ϕ_{mastic}) et de sable ($\phi_{(s,SSD)}$) sont identifiées comme suit :

$$\phi_{mortier} = \phi_{mastic} + \phi_{s,SSD} \quad (3.3)$$

La fraction de sable comprend les particules de granulats fins de 0,063 à 2 mm, qui sont considérées comme étant à l'état sec de surface saturée (SSD). En effet, dans les mélanges bitumineux à froids, l'agrégat n'est pas séché avant le mélange et, par conséquent, séparer l'eau absorbée par les particules minérales de l'eau intergranulaire (eau d'émulsion et eau de pré-mouillage facultative) semble être une approche judicieuse. Cette dernière crée une porosité effective tant au niveau du mortier que du mélange.

Par conséquent, $(\phi_{s,SSD})$ est la somme du volume apparent des particules de sable $(\phi_{s,a})$ et du volume d'eau absorbée $(\phi_{w,abs})$:

$$\phi_{s,SSD} = \phi_{s,a} + \phi_{w,abs}. \quad (3.4)$$

D'autre part, les granulats fins passant au tamis de 0,063 mm (fine, ϕ_f) sont considérées comme faisant partie du mastic, au même titre que l'émulsion de bitume (ϕ_{BE}) et le ciment (ϕ_c) :

$$\phi_{mastic} = \phi_f + \phi_{BE} + \phi_c. \quad (3.5)$$

Bien que l'ILT ait considéré le ciment Portland comme Co-liant, généralement, l'ajout de toute autre matériau de remplissage minéral, comme la chaux ou les cendres volantes, serait également attribué à la phase mastic. Au quatrième et dernier niveau, dans le volume de l'émulsion de bitume, les gouttelettes de bitume (ϕ_b) et la phase aqueuse $(\phi_{w,e})$ incluant l'émulsifiant, sont dans la relation suivante :

$$\phi_{BE} = \phi_b + \phi_{w,e}. \quad (3.6)$$

Si de l'eau de pré-mouillage supplémentaire est nécessaire pour améliorer la maniabilité, sa fraction volumique appartient également à $\phi_{w,e}$. Comme indiqué précédemment, l'eau de pré-mouillage est utilisée dans l'ILT uniquement pour saturer la porosité des particules de sable et donc la fraction volumique totale de l'eau inter-granulaire (ϕ_w) était égale à l'eau de l'émulsion $(\phi_{w,e})$.

Enfin, les fractions volumiques des sept composants de base sont reliées par l'équation suivante :

$$1 = \phi_v + \phi_{s,a} + \phi_{w,ab} + \phi_f + \phi_c + \phi_b + \phi_w. \quad (3.7)$$

Par conséquent, pour définir de manière unique la composition volumétrique du mortier, six conditions supplémentaires sont nécessaires. La première de ces conditions peut être obtenue à partir de la composition de l'émulsion, qui lie ϕ_b et $\phi_{w,e}$ comme suit :

$$\phi_b = \phi_{w,e} \frac{\alpha}{1 - \alpha} \frac{\rho_w}{\rho_b}, \quad (3.8)$$

Où α est la teneur en bitume de l'émulsion (en masse), et ρ_w et ρ_b sont les densités de l'eau et du bitume, respectivement. La deuxième condition peut être obtenue en utilisant le lien entre la densité apparente ($\rho_{s,a}$) et l'absorption (ABS) des particules de sable :

$$\phi_{w,ABS} = \phi_{s,\alpha} ABS \frac{\rho_{s,\alpha}}{\rho_w}, \quad (3.9)$$

Composition des mortiers bitumineux Pour l'ILT, la composition de référence a été identifiée par les quatre conditions suivantes Additionnel :

(A) La fraction volumique des vides d'air a été fixée à : $\phi_v = 0.05$

(B) Le rapport mastic-mortier a été fixé à : $\frac{\phi_{mastic}}{\phi_{mortier}} = \frac{1}{3}$;

(C) Le rapport bitume/fines (filler plus ciment) a été fixé à : $\frac{\phi_b}{\phi_c + \phi_f} = 3$;

(D) Le rapport ciment/filler a été fixé à $\frac{\phi_c}{\phi_f} = \frac{1}{3}$.

L'objectif de la condition A est de réduire autant que possible la teneur en air des éprouvettes afin d'augmenter leur résistance même en cas de temps de durcissement court.

L'objectif de la condition B est d'obtenir un mortier avec une composition similaire à la matrice de granulats fins (FAM) d'un mélange CBE réaliste, tandis que l'objectif des conditions C et D est d'obtenir un mastic avec un comportement dominé par le bitume, car l'ILT est axé sur l'étude des propriétés des émulsions bitumineuses.

Calculées en référence aux conditions A à D ci-dessus, les compositions volumiques cibles des quatre mortiers testés dans le cadre de cette recherche sont résumées dans le tableau 3.3 Ce tableau indique également les fractions volumiques et gravimétriques utilisées pour le dosage des constituants de base.

Le mortier 1 a été préparé en utilisant les constituants de référence adoptés dans l'émulsion A d'ILT, le sable de quartz et les fines calcaires provenances d'Allemagne. Le mortier 2 a les mêmes constituants à l'exception de l'émulsion, qui dans ce cas est B. Le mortier 3 a été préparé à l'aide de l'émulsion B, de sable calcaire et de fines provenant d'Italie. Le mortier 4

avait les mêmes constituants que le mortier 3, sauf que l'émulsion C a été utilisée. Le même ciment a été utilisé pour tous les mortiers, Figure 3.10.

La figure 3.11 montre une composition volumétrique multi-échelle des composites à base d'émulsion, d'un spécimen de mortier à une émulsion de bitume. Le mortier à émulsion de bitume (BEM) est composé de mastic, d'agrégats et de vides. Le mastic est composé d'émulsion de bitume, de ciment et de fillers. L'émulsion de bitume (w_{BE}) est composée de bitume (w_b), d'émulsifiant (w_e) et d'eau ($w_{w,BE}$). Le sable est composé de sable sec ($w_{s,d}$) et d'eau adsorbée ($w_{w,ad}$). L'émulsion de bitume (BEM) présente une morphologie multi phase avec une organisation spatiale multi-échelle des constituants. Le mastic, le sable et les vides sont considérés comme des phases principales physiquement distinctes.

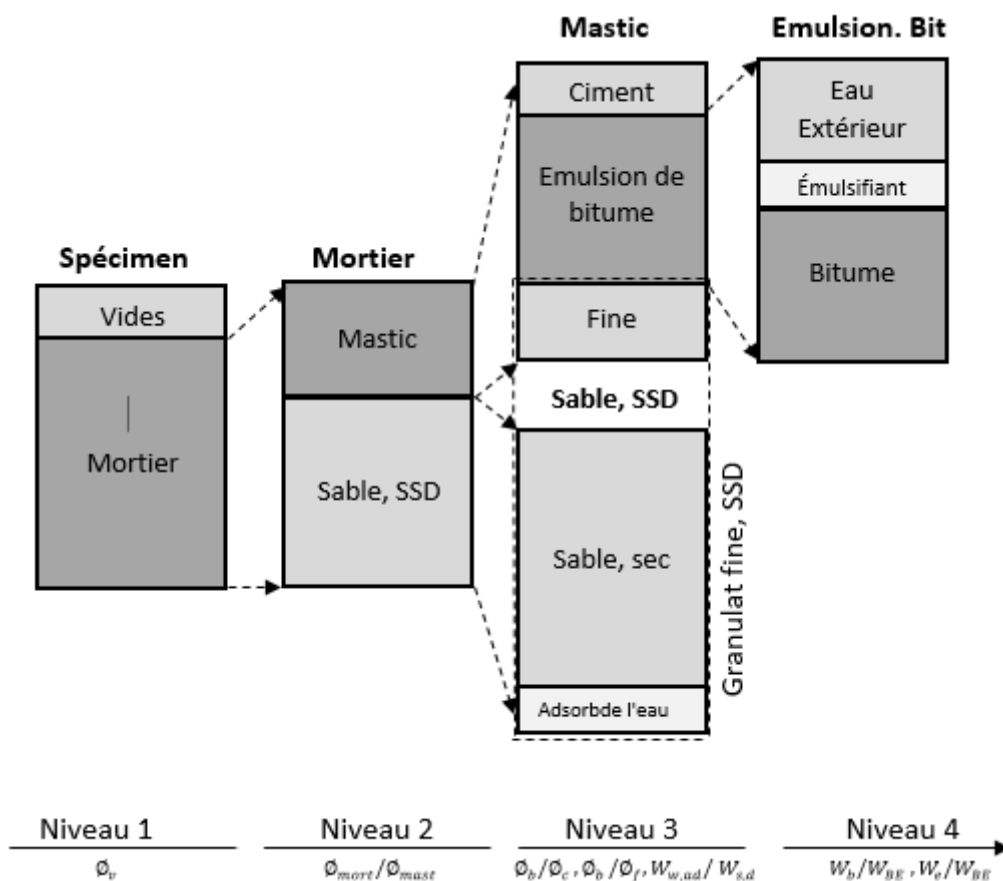


Figure 3. 10- Organisation multi-échelle de la structure volumétrique des éprouvettes de mortier.

Tableau 3. 3 - Composition des cibles volumétriques et gravimétriques des mortiers.

	Fraction volumétrique (%)		Fraction massique (%)	
	Mortier 1	Mortier 2, 3, 4	Mortier 1	Mortier 2, 3, 4
Vide d'air ϕ_v	5.0%	5.0%	-	-
Sable (sec) $\phi_{s,a}$	61.7%	61.7%	78.94%	79.20%
Eau Abs $\phi_{w,ab}$	1.6%	1.6%	0.79%	0.79%
Fines ϕ_f	4.2%	3.9%	5.37%	5.04%
Ciment ϕ_c	1.4%	1.3%	2.11%	1.97%
Emulsion de bitume + l'eau $\phi_b + \phi_{w,e}$	16.8%+9.3%	15.7%+10.7%	12.79%	13.0%
TOTAL	100%	100%	100%	100%

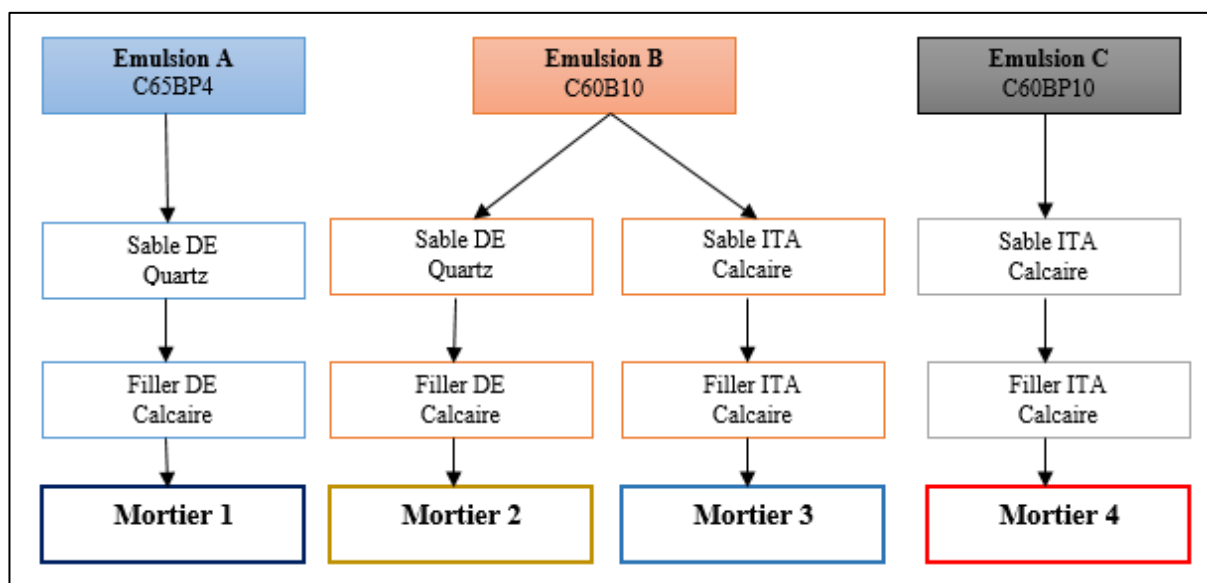


Figure 3. 11- Diagramme des constituants des mortiers

3.4 Confection des mortiers bitumineux à froids

Cette étude fait une partie de la préparation des éprouvettes des différents mortiers bitumineux à tester dans le cadre des essais inter laboratoires (ILT) du RILEM TC 280-CBE TG1. Ces essais ont été réalisés dans le laboratoire de l'Université Politecnica delle Marche à L'Italie.

Cette section présente les différentes étapes suivies quant à la préparation des matériaux ainsi que les températures à respecter, le malaxage et finalement la période de cure.

3.4.1 Préparation du matériau de malaxage

La procédure de mélange a été organisée en deux parties suivant la procédure proposée à l'intérieur de l'ILT comme illustré à la figure 3.12. L'eau d'addition a été mélangée avec le granulat fin sec (sable et filler) dans la première phase de malaxage, et ce granulat humide a été scellé dans un sac en plastique pendant au moins 12 heures pour atteindre la condition d'SSD)

(La condition de surface saturée sèche (SSD) pour les agrégats est que les surfaces des particules sont sèches mais les vides inter-particules sont saturés d'eau)Figure 3.13.

Dans la deuxième étape, le ciment et l'émulsion de bitume ont été ajoutés en deux étapes et mélangé à l'aide d'un malaxeur figure 3.14 (a) ; mécanique en alternance avec des phases de malaxage manuel.

Avant le compactage, le mortier a été stocké dans un sac en plastique scellé pendant environ 20 minutes.

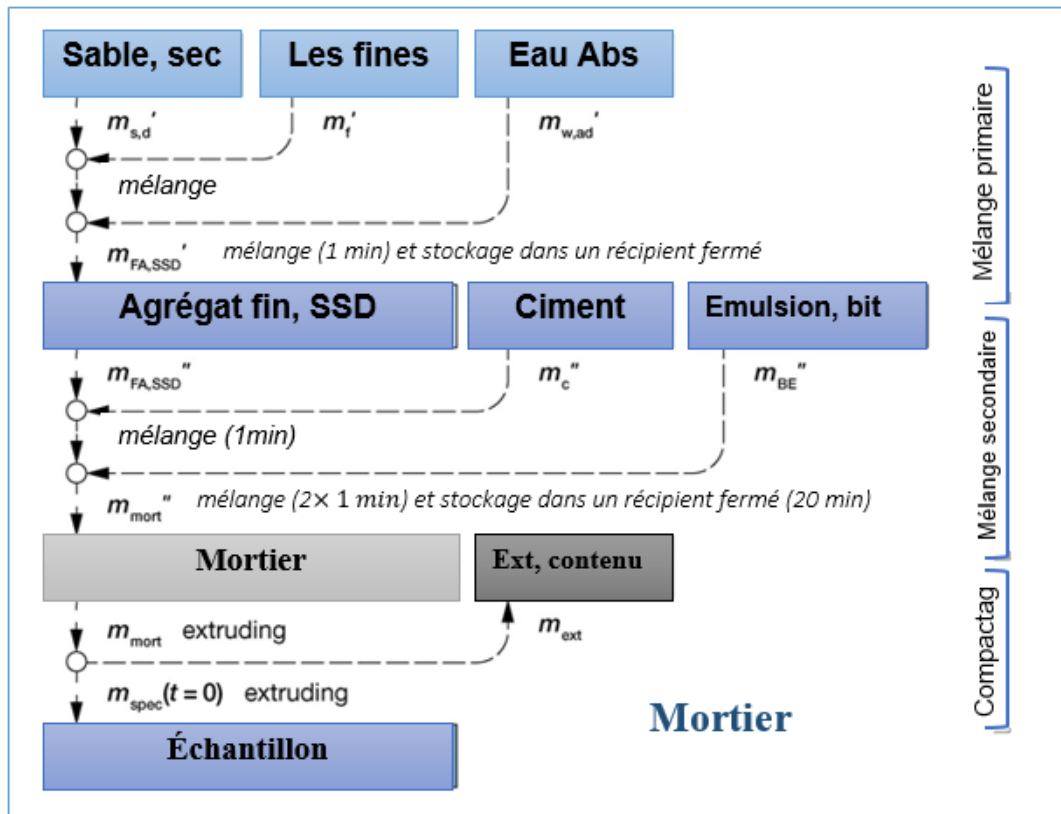


Figure 3. 12 - Illustration de la procédure de préparation des éprouvettes de mortier

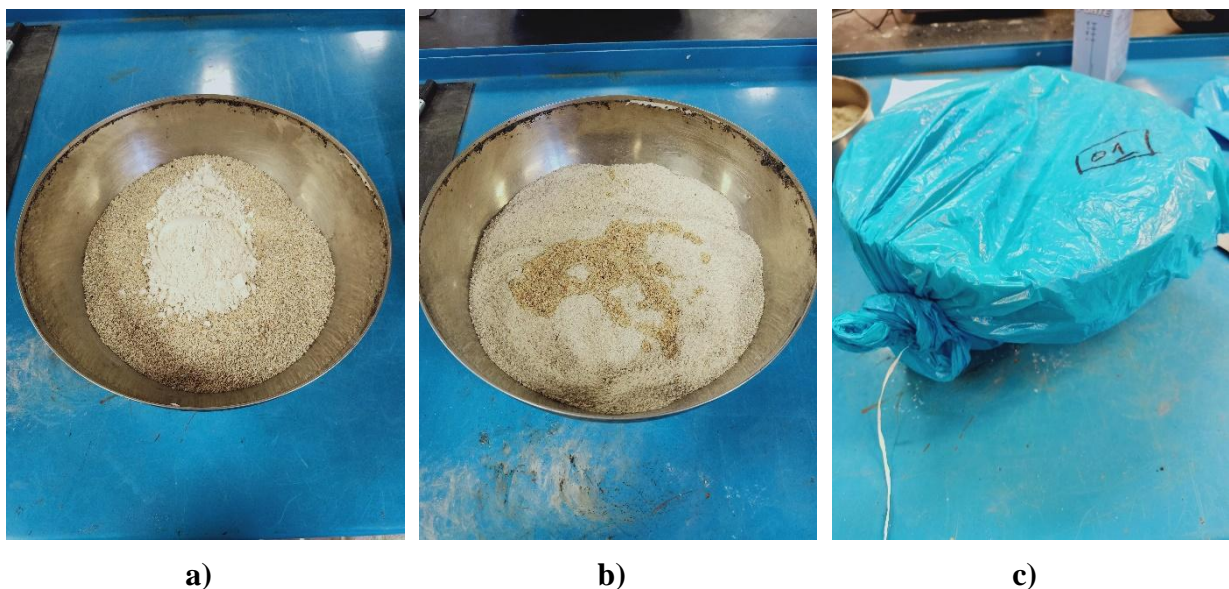


Figure 3. 13 - Préparation du mélange de granulats : a) pesée des quantités requises de sable et de charge, b) ajout de l'eau d'absorption du sable, c) scellement du mélange de granulats dans un sac en plastique.

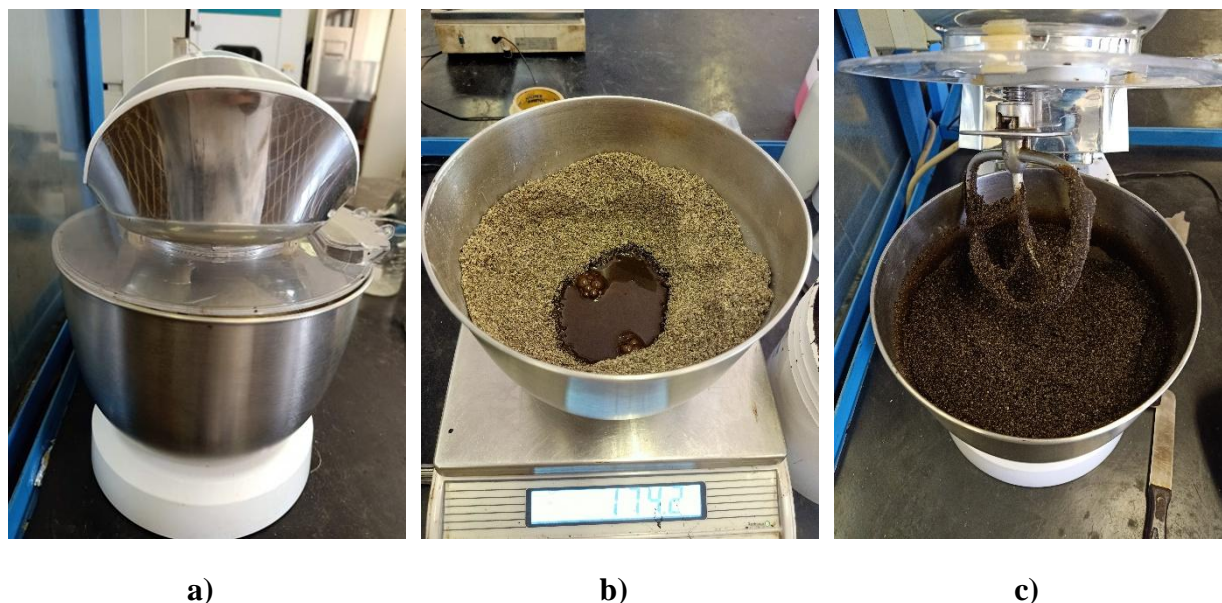


Figure 3.14 - Ajout des liants : a) pré-mélange des agrégats en condition SSD avec le malaxeur ; b) pesée de l'émulsion, l) mélange de la seconde moitié de l'émulsion ; c) mélange des agrégats avec l'émulsion,

3.4.2 Compactage des éprouvettes

Au laboratoire de l'Université Polytechnique de Marche (UPM), le compactage est effectué à l'aide d'une presse giratoire (figure 3.15). Une fois le malaxage terminé, le mélange perdu a été placé dans le moule entre deux morceaux de papier filtre et des plaques d'acier (figure 3.16a), est compactés à une pression constante de 600 KPa tandis que la section supérieure du moule tourne à une vitesse constante de 30 rpm et à un angle nominal constant de 1,25°, conformément à la norme EN 12697-31. Les éprouvettes à tester sont cylindriques, d'un diamètre de 100 mm et d'une hauteur de 50 mm (figure 3.16b).

Pour chaque mélange (mortier 1, mortier 2 ; mortier 3 et mortier 4), trois éprouvettes répétés ont été produits. En particulier, 811 g de mortier humide ont été compactés à 100 girations pour obtenir une hauteur moyenne de spécimen d'environ 50 mm, adaptée aux essais mécaniques. 12 éprouvettes de composition identique ont été produites pour chaque mortier. Les propriétés volumétriques des 48 éprouvettes ont d'abord été analysées afin d'évaluer leur homogénéité et de vérifier la fiabilité de la procédure de compactage.

Ont été Pesé l'échantillon en évitant la perte de toute particule (figure 3.16c) ; et Stockées immédiatement les éprouvettes dans une chambre climatique ou dans une pièce à température contrôlée pour lancer le processus de durcissement et enregistrez le temps de début de durcissement ;



Figure 3. 15 - Le compacteur giratoire à cisaillement utilisés en laboratoire.

La rotation provoque des contraintes de cisaillement dans l'échantillon, ce qui entraîne un malaxage du matériau et permet aux agrégats de se réaligner plus facilement. La densité d'éprouvette peut être déterminée à chaque giration en utilisant la masse et la hauteur de l'éprouvette à chaque cycle de chargement.

La machine est commandée par un logiciel qui enregistre la pression verticale, l'angle de rotation et la hauteur d'éprouvette à chaque rotation et calcule la densité correspondante. Cette méthode permet d'évaluer avec précision la compactibilité et les qualités volumétriques des matériaux.

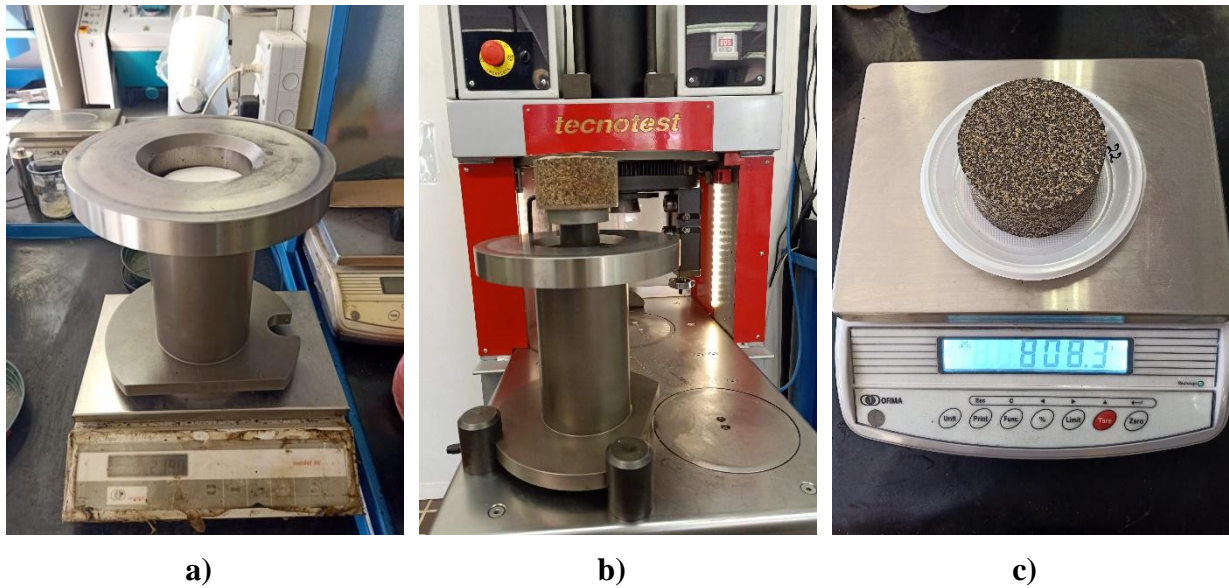


Figure 3. 16 -L'opération de compactage des échantillons de l'essai traction indirecte ; a) versement du mélange de mortier dans le moule, b) extrusion de l'éprouvette, c) pesée de l'éprouvette immédiatement après le compactage.

Pour chaque éprouvette, la quantité de matériau libre coulé dans le moule a été pondérée pour obtenir les compositions volumétriques cibles avec une hauteur de spécimen de 50 mm.

Pendant le compactage, la hauteur des spécimens a été acquise pour chaque giration, sur la base de laquelle la fraction volumique des vides dans le mélange (V_m) et les vides remplis de liquides (VFL) (Grilli et al, 2016), ont été calculés comme suit :

$$V_m = \phi_A + \phi_W = 1 - (\phi_{s,a} + \phi_{w,ab} + \phi_f + \phi_c + \phi_b) \quad (3.10)$$

$$VFL = \frac{\phi_b + \phi_W}{1 - \phi_{s,a} + \phi_{w,ab} + \phi_f + \phi_c} \quad (3.11)$$

V_m Représente la fraction volumique qui est occupée par la partie non structurale de l'éprouvette : air et eau intergranulaire.

VFL Est la fraction des vides dans le squelette solide remplie par l'émulsion (bitume résiduel et eau inter granulaire), $VFL = 100\%$ indique la condition de saturation théorique d'une éprouvette. Les fractions volumiques ont été calculées à partir de la masse des constituants

coulés dans le moule et du volume géométrique des éprouvettes (basé sur la hauteur mesurée à chaque giration et le diamètre du moule).

La perte de matière lors du compactage a été vérifiée en mesurant la différence entre la masse du mortier meuble coulé dans le moule et la masse de l'éprouvette compactée (ΔM).

3.4.3 Le durcissement des éprouvettes

Après malaxage et le compactage, chaque mortier bitumineux est soumis à un durcissement à la chambre climatique (Figure 3.17). La température et le temps de cure varient selon l'essai effectué et le type de mortier.

Le durcissement est le processus au cours duquel les mélanges perdent leur teneur en eau et le bitume revient à une phase continue à des températures élevées. Jenkins (2000) a défini la cure des mélanges bitumineux à froid comme le processus par lequel le mélange évacue l'eau par évaporation, par répulsion de la charge des particules ou par des voies d'écoulement induites par la pression des pores, comme l'indique Oke (2010).

Le durcissement et le conditionnement des éprouvettes sont une exigence importante pour les mélanges à froid. Le processus de durcissement commence immédiatement après le compactage, les échantillons de mortier du l'essai traction indirecte ont ensuite été durcis pendant 1, 3, 7, 14 et 28 jours (trois échantillons pour chaque type de mortier) dans une chambre climatique à une température de $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $(70 \pm 5) \%$ dans des conditions d'évaporation libre.



Figure 3. 17- La chambre climatique à 25°C utilisés en laboratoire.

3.5 Procédure des différents essais réalisés

Dans la section suivante, les méthodes d'essai adoptées pour le compactage des éprouvettes en laboratoire et l'évaluation des propriétés physiques (teneur en humidité) et une série d'essais mécanique (rigidité et résistance) a été réalisée pour étudier le comportement des mélanges des mortiers bitumineux à froids dans diverses conditions de charge et d'environnement. Les essais sur les mélanges comprennent deux essais mécaniques, la résistance à la traction indirecte (ITS), et l'essai du module complexe.

3.5.2 Essais de propriétés physiques

Pour évaluer le taux d'évaporation de l'eau des éprouvettes, la masse de chaque éprouvette a été mesurée chaque jour (6h ; 1 ; 3 ; 7 et 28 jours) - depuis la veille de l'essai mécanique. Les éprouvettes étaient très sensibles à la perte de matière pendant la manipulation en laboratoire, ce qui pouvait avoir un impact significatif sur le changement de masse. Pour éviter cela, les éprouvettes ont été stockées et mesurées sur des plateaux en plastique, dont la masse a été soustraite à la fin. Ainsi, les particules de sable qui tombaient étaient conservées sur le plateau jusqu'à la fin de la période de temps. La masse a été mesurée par des balances de laboratoire (Figure 3.16c).

La perte d'humidité par évaporation (DW) (l'équation 3.12) est définie comme la différence entre la masse de l'éprouvette après le compactage (M_0) et la masse mesurée au moment du durcissement ($M_{t,i}$) ($i= 1, 3, 7$ et 28 jours) par mesure du poids des éprouvettes à un moment donné, divisée par la masse initiale d'eau dans l'éprouvette (M_{eau}). La masse totale d'eau contenue dans l'éprouvette résulte de l'eau ajoutée lors du malaxage et de l'eau contenue dans l'émulsion de bitume. Les mesures du poids des éprouvettes ont été effectuées à $1, 3, 7$ et 28 jours. Le DW a été mesuré en pesant soigneusement chaque spécimen avant l'essai mécanique. Les ITS ont été mesurés selon la norme EN 12697-23.

$$DW = \frac{M_0 - M_{t,i}}{M_{eau}} \cdot 100 \quad (3.12)$$

Où m_0 est la masse d'éprouvettes au début du durcissement, $m_{t,i}$ est la masse de l'éprouvette après i jours de durcissement ($i = 1, 3, 7$ et 28), et m_{eau} est la masse initiale d'eau.

Dans une éprouvette (selon la composition gravimétrique fournie dans le tableau 3.3). Ensuite, l'eau résiduelle dans les spécimens a été calculée comme suit :

$$RW = 1 - \frac{\Delta M}{M_W} - DW \quad (3.13)$$

Où ΔM est la perte de masse d'éprouvette pendant le compactage. Le calcul était basé sur l'hypothèse que la perte de masse avait lieu uniquement par l'extrusion de l'eau.

3.5.4 Essais de résistance à la traction indirecte

L'essai de traction indirecte est l'un des essais les plus souvent utilisés pour la caractérisation des mélanges bitumineux et est utilisé pour mesurer la résistance à la traction indirecte (ITS) dans l'évaluation des constructions de chaussées, selon Witczak, M. W. (2002).

L'essai ont été réalisés sur des éprouvettes de diamètre égal à 100 ± 3 mm (ou 50 ± 3 mm), à la fin du durcissement prédéfini et après conditionnement pendant 4 heures à la température d'essai de 5 °C avant l'essai. Selon la norme EN 12697-23, une vitesse de déformation

constante de (50 ± 2) mm/min a été appliquée jusqu'à la rupture. Le processus a pris 3 minutes pour un essai avec une répétition de trois éprouvettes pour chaque composition de matériau.

Une machine d'essai servo-hydraulique (Figure 3.18) applique une force de compression le long des deux génératrices jusqu'à ce que l'échantillon atteigne la rupture. La charge a été appliquée avec une vitesse de déformation constante de 50 ± 2 mm/min. En supposant une distribution constante de la contrainte dans le plan vertical d'application de la charge et en considérant une charge continue appliquée.



Figure 3. 18 - Equipment d'essai statique de traction indirecte.

Dans le mode de traction indirecte, une charge de compression est appliquée sur le diamètre vertical de l'éprouvette cylindrique, ce qui entraîne une distribution des contraintes bi-axiales dans l'éprouvette, comme le montre la figure 3.19.

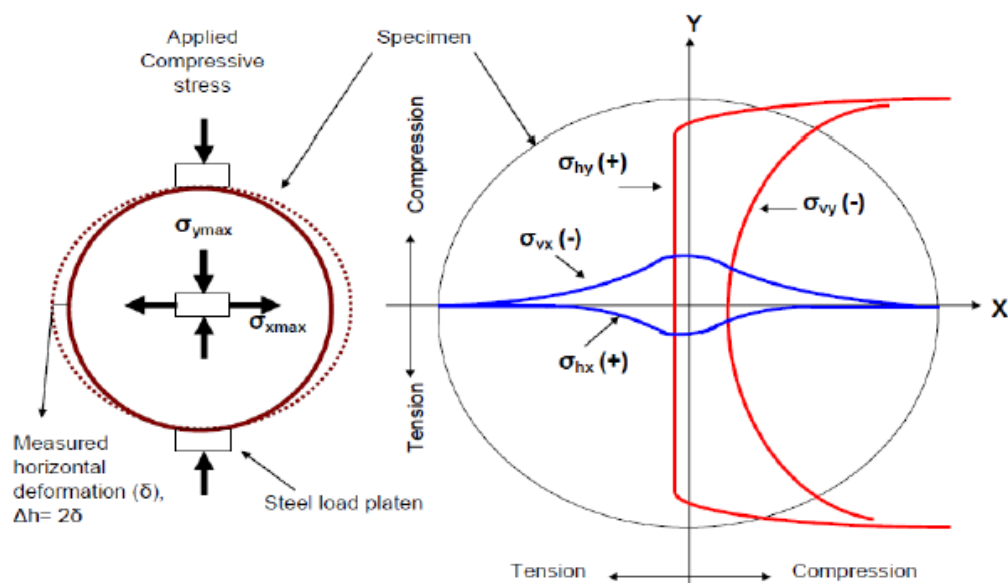


Figure 3. 19- Distribution des contraintes dans l'éprouvette de traction indirecte d'après (Hadley, 1970).

La figure 3.19 montre que lors du chargement, une contrainte de compression verticale (σ_{vx}), une contrainte de traction horizontale (σ_{hx}) est induite sur le diamètre horizontal d'éprouvette. Les amplitudes de ces contraintes diffèrent le long du diamètre et atteignent une valeur maximale au centre de l'éprouvette.

La valeur de l'ITS a été mesurée à la fin du durcissement prédéfini et après conditionnement pendant 4 h à la température d'essai de 5 °C. Selon la norme EN 12697-23, une vitesse de déformation constante de (50 ± 2) mm/min a été appliquée jusqu'à la rupture, tandis que l'ITS a été calculé comme suit :

$$ITS = \frac{2F}{\pi \cdot d \cdot t} \quad (3.14)$$

Où F est la charge maximale, D est le diamètre de l'éprouvette et h est l'épaisseur de l'éprouvette. Pour les mortiers 1 et 4, les déplacements horizontaux des éprouvettes ont été mesurés à l'aide de deux transducteurs placés le long du diamètre horizontal (Figure 3.20a). La déformation de rupture horizontale $\epsilon_{rupture}$ au centre de l'échantillon spécimen a été calculée comme suit :

Pour les mortiers 1 et 4, les déplacements horizontaux des éprouvettes ont été mesurés à l'aide de deux capteur placés le long du diamètre horizontal. La déformation de rupture horizontale $\epsilon_{rupture}$ au centre de l'éprouvette a été calculée comme suit :

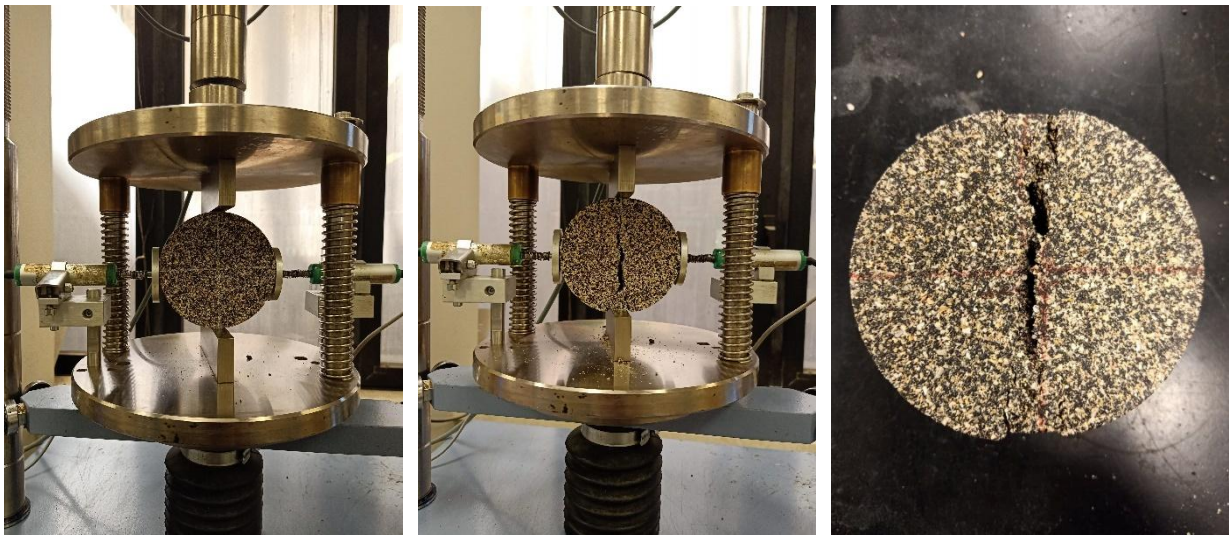
$$\epsilon_{rupture} = \frac{2u_{rupture}(1 + 3\nu)}{d(4 + \pi\nu - \pi)} \quad (3.15)$$

Où $u_{rupture}$ est le déplacement horizontal mesuré à la rupture, c'est-à-dire le pic de la courbe charge-déplacement horizontal, et ν est le coefficient de Poisson (supposé égal à 0,3).

Le module de rigidité sécant E_{IT} défini comme le module correspondant aux 45% de la charge maximale a également été calculé comme suit :

$$E_{IT} = \frac{0.45 F (4 + \pi\nu - \pi)}{\pi h u_{45\%}} \quad (3.16)$$

Où $u_{45\%}$ est le déplacement horizontal total correspondant à 45% F (figure 3.21).



a)

b)

c)

Figure 3. 20- Essai de traction statique indirecte : a) mise en place de l'éprouvette, b) fin de l'essai, c) éprouvette à la fin de l'essai.

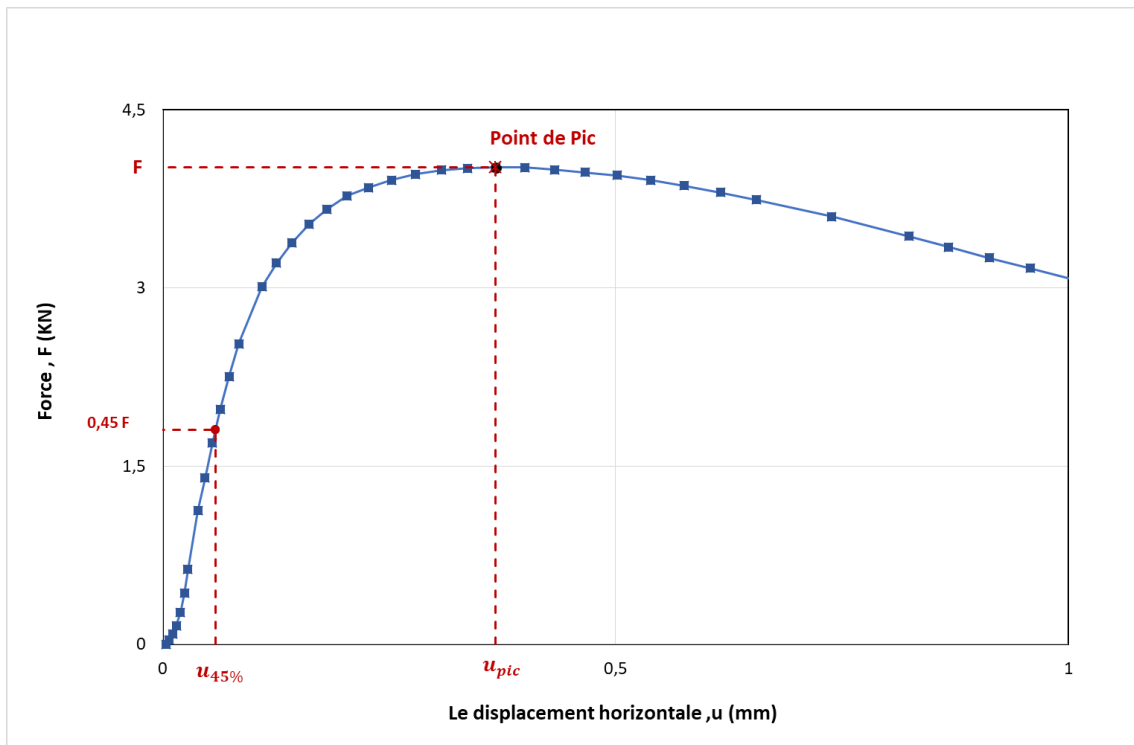


Figure 3. 21- Exemple d'une courbe charge-horizontale déplacement horizontal.

3.6 Modélisation du Processus de compactage et du durcissement

Le développement des propriétés volumétriques pendant le compactage a été modélisé en ajustant les courbes de V_m en fonction du nombre de girations (n) avec l'équation logarithmique empirique suivante :

$$V_m(n) = V_m(1) - k \ln(n) \quad (3.17)$$

où k représente la compactibilité du mélange et $V_m(1)$ est la teneur en vides après une giration, représentant l'autocompactabilité ou l'ouvrabilité des éprouvettes (Raschia et al., 2019, 2020b). Les paramètres du modèle k et $V_m(1)$ ont été estimés par minimisation des moindres carrés, en excluant la mesure prise à la première giration ($n=1$).

L'influence du durcissement sur les propriétés physiques (perte d'humidité) et mécaniques (résistance et rigidité) des matériaux étudiés est examinée dans cette étude en utilisant un processus basé sur le modèle Michaelis-Menten (MM) (Michaelis et Menten, 1913).

L'évolution des autres propriétés dans le temps a été modélisée par l'équation de Michaelis-Menten (Graziani et al., 2016) :

$$y(t) = \frac{y_a \cdot t}{h_y + t} \quad (3.18)$$

Où t est le temps de durcissement, $y(t)$ est la propriété étudiée (DW ou ITS), y_a est la valeur asymptotique à long terme de $y(t)$, et h_y est un paramètre représentant le temps de durcissement nécessaire pour atteindre $y_a/2$. Par conséquent, la valeur de h_y décrit le taux de durcissement initial du matériau. Les paramètres du modèle ont été estimés à l'aide de la minimisation non linéaire des moindres carrés.

3.7 Essais de module complexe

Les essais thermomécaniques visent à déterminer les propriétés des mortiers bitumineux à des températures variées. L'essai de module complexe (E^*) est l'essai thermomécanique qui a été réalisé dans ce projet. Leur fonctionnement est expliqué dans la présente section.

3.7.1 Détermination du module complexe (E^*)

L'essai du module complexe (E^*) vise à déterminer la rigidité du matériau dans le domaine des petites déformations suivant différents couples température/fréquence de sollicitation. Pour ce faire, une éprouvette de mortier bitumineux est soumise à des cycles de tension/compression à l'aide d'une presse hydraulique.

La procédure de mélange des éprouvettes d'essais de module a été organisée en deux parties comme la procédure de mélange des éprouvettes du l'essai de traction indirecte. L'eau d'addition a été mélangée avec le granulat fin sec (sable et filler) dans la première étape de mélange, et ce granulat humide a été scellé dans un sac en plastique pendant au moins 12 heures pour atteindre les conditions SSA. Dans la deuxième étape, le ciment et l'émulsion de bitume ont été ajoutés en deux phases et mélangés à l'aide d'un mélangeur mécanique en alternance avec des phases de mélange manuel. Avant le compactage, le mortier a été stocké dans un sac en plastique scellé pendant environ 20 minutes.

Les éprouvettes pour l'essai de module complexe ont été confectionnées à l'aide de la presse à cisaillement giratoire en appliquant une pression verticale constante de 600 kPa, une vitesse de rotation de 30 tr/min, un angle d'inclinaison de $1,25^\circ$ et des matrices d'un diamètre de 100 mm. Les éprouvettes à tester sont cylindriques, d'un diamètre de 100 mm et d'une hauteur de 130mm. L'aspect des quatre éprouvettes de mortier après les opérations de carottage est présenté dans la Figure 3.22.



a)



b)

Figure 3. 22 -L'opération de compactage des éprouvettes d'essai module complexe ; a) extrusion de l'éprouvette, b) pesée de l'éprouvette immédiatement après le compactage.

Un pourcentage de vides de 5% était fixé pour tous les échantillons. Une fois l'échantillon conçu (deux éprouvettes par type de mortier, sauf pour le mortier 4), une période au moins 90 jours est durcis dans une chambre climatique à une température de $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $(70 \pm 5) \%$ avant de faire le carottage. Suite à cette période, Une fois la période de durcissement terminée, à l'aide d'un barillet cylindrique illustré à la Figure 3.23, il a fallu travailler sur la géométrie des échantillons pour les rendre compatibles avec la méthodologie de test. Une éprouvette de 74 mm de diamètre a été carottée longitudinalement dans l'éprouvette puis sciée aux deux extrémités afin d'obtenir une hauteur totale d'environ 130mm.

Ensuite, les éprouvettes ont été nivelés des deux côtés à l'aide d'un ciment-colle à deux composants (Figure 3.24) afin de s'assurer que chacun d'entre eux dispose d'un plan d'appui horizontal parfait, tant au-dessus qu'au-dessous.



Figure 3. 23 - Carottage de l'échantillon.



Figure 3. 24- Mise à niveau des faces de l'éprouvette.



Figure 3. 25- Aspect des éprouvettes pour les quatre compositions de mortier.

Le poids des éprouvettes a été enregistré avant le test, et leurs caractéristiques géométriques ont été évaluées en faisant la moyenne de trois mesures de diamètre et de hauteur. Les quantités mesurées sont indiquées dans le tableau 3.4.

Tableau 3. 4 - Géométrie des éprouvettes.

Code d'éprouvette	d (mm)	h (mm)	h' (mm)	Masse (g)
Mortier1_S1	74.1	134.1	135.1	1136.7
Mortier1_S2	73.1	133.1	135.1	1136.7
Mortier2_S1	74.1	134.1	131.2	1131.8
Mortier2_S2	74.1	134.1	135.1	1141.5
Mortier3_S1	74.2	134.1	135.7	1135.7
Mortier3_S2	74.2	134.1	135.2	1132.1
Mortier4_S1	74.1	134.1	135.1	1149.1

L'essai de module complexe ont été menées pour déterminer l'impact des différents types d'émulsion de bitume et de granulats sur le comportement mécanique des mortiers bitumineux, ainsi que leur dépendance à la température et à la fréquence.

Les éprouvettes ont été soumis à des essais de compression uni axiale avec une amplitude d'onde sinusoïdale de 30 à des températures de 5, 15, 25, 35, 45 et 55 °C, tandis que les conditions d'essai pour les essais de linéarité sont indiquées ci-dessous. L'essai a été répété deux autres fois à une température de 25 °C, une fois avant l'essai à 5 °C et une fois après l'essai à 55 °C.

Les essais ont été réalisés à des fréquences de 10, 5, 1, 0,5, 0,1, Hz, par un "balayage de fréquence", à chaque température, qui a été atteinte après environ 3 heures de conditionnement.

Du point de vue mécanique, l'équipement AMPT Pro se compose d'un système de climatisation à commande numérique et d'un moteur hydraulique entraînant la plaque de chargement, tous deux contrôlés directement par le logiciel de test.

L'éprouvette est évaluée dans une cellule triaxiale climatisée, qui est également contrôlée par un logiciel. L'existence d'évents permet une évacuation rapide de la chaleur, ce qui favorise l'efficacité énergétique et les bonnes performances de refroidissement. L'instrumentation utilisée dans la présente étude expérimentale est l'AMPT Pro (Asphalt Mixture Performance Tester) reporté dans la Figure 3.26. Instrumentation de l'AMPT PRO.



Figure 3. 26 - Instrumentation de l'AMPT PRO

L'éprouvette est instrumentée avec trois transducteurs (noir, vert et bleu) séparés à 120° et centrés par rapport à la hauteur, comme illustré sur la Figure 3.27, dans le but de fournir au logiciel la quantification de la déformation subie par l'éprouvette pendant la compression axiale. Ils sont immédiatement fixés aux goujons précédemment collés et montés sur l'éprouvette à l'aide du x-man.

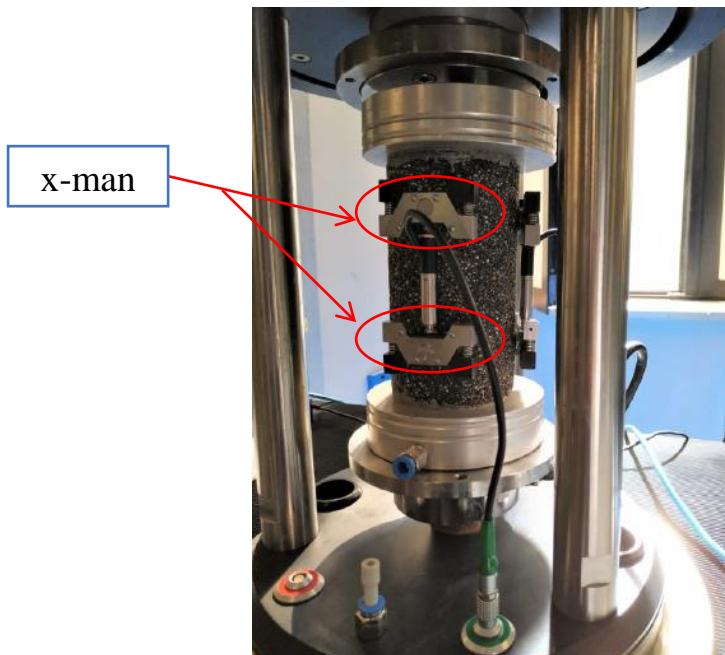


Figure 3. 27-Montage d'éprouvettes dans la cellule climatique

3.8 Programme expérimental de l'essai du module complexe

Le tableau 3.5, résume l'organisation des essais de module complexe et de linéarité sur des mortiers bitumineux à froid. En résumé, deux répétitions des essais de module complexe et de linéarité ont été effectuées pour chaque type de mortier, à l'exception du mortier 4, pour lequel un seul spécimen a été testé.

Les résultats d'essai obtenus ont ensuite été utilisés pour créer des courbes maîtresses, qui ont ensuite été ajustées à l'aide du modèle analogue 2S2P1D-HY, Alors que les diagrammes espace Black et Cole-Cole ont mis en évidence les effets de la non-linéarité en termes de variation du module complexe, de l'angle de phase et de la direction de la linéarité.

Tableau 3. 5- Tests de module complexe et de non-linéarité réalisés sur les échantillons de mortier

Code d'éprouvette	Essais de modules complexes		Essais de linéarité	
	T°	Fr (Hz)	me	Fr (Hz)
Mortier1_S1	25° (pré/post test), 5°,15°,25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Mortier1_S2	25° (pré/ test), 5°,15°,25°,35°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Mortier2_S1	25° (pré/post test), 5°,15°,25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Mortier2_S2	25° (pré/post test), 5°,15°,25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Mortier3_S1	25° (pré/post test), 5°,15°,25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60	1
Mortier3_S2	25° (pré/post test), 5°,15°,25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Mortier4_S1	25° (pré/post test), 5°,15°,25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10

Le programme d'essais réalisés dans le cadre de cette thèse (l'essai de la perte d'humidité essais traction indirecte et module complexe) est résumé dans le tableau 3.6.

Tableau 3. 6 - Résumé du programme d'essais réalisés.

Le code du mortier	La perte d'humidité 1, 2, 3, et 4 (cure)	ITS 1, 2, 3, et 4	Module complexe 1, 2, 3 et 4
La température du durcissement	25°C	25°C	25 °C
Le temps du durcissement (jours)	1, 3, 7, et 28	1, 3, 7, et 28	90
La température d'essais (°C)	25°C	5°C (4h Avant le test)	25°C
Essais (répétition)	03	03	02

3.9 Conclusion

Ce chapitre décrit une étude expérimentale correspondante à notre travail de recherche effectué à l'Université Polytechnique de Marches (Italie).

La méthodologie de travail a été tracée suivant un protocole de base comprenant un dispositif expérimental adéquat existant au sein du laboratoire ainsi qu'un apport de matériaux propre à nos différents essais (sur mortier bitumineux à froid) en provenance de deux sources :

- ✓ Sable Quartzeux en provenance d'Allemagne est utilisé comme matériau de référence ;
- ✓ Sable calcaire en provenance d'Italie compatible avec l'utilisation d'une émulsion cationique ;
- ✓ Du fines calcaire en provenance des deux sources différentes ;
- ✓ D'une émulsion cationique à rupture rapide ;
- ✓ Du ciment de classe CMI 42.5 N

La confection de quatre mélanges de mortier nous a permis de procéder au compactage en utilisant une presse de cisaillement giratoire des échantillons de dimension $\varnothing = 100 \text{ mm}$ et $h = 50 \text{ mm}$ pour la traction indirect et 135 mm pour les essais à module complexe. Les moules de base placés dans la presse où une force $F = 600 \text{ N}$ est appliquée à une vitesse constante de rotation 30 t/mn et faisant un angle de rotation de 1.28° .

Chapitre 4

Influence de l'émulsion de bitume sur le comportement du durcissement des mortiers à émulsion de bitume à froid

Ce chapitre présente les résultats de l'essai traction indirecte et l'analyse des mortiers bitumineux à froids. Les résultats sont divisés en trois parties, qui sont basées sur la compaction, propriétés volumétriques et l'essai de traction indirecte pour évaluer la résistance à la traction.

4.1 Présentation des résultats

4.1.1 Propriétés physiques et volumétriques

Après avoir de déterminé les poids et les dimensions des éprouvettes des mortiers bitumineux à froids, différents paramètres physiques et volumétriques ont été déterminés après 1, 3, 7 et 28 jours de durcissement dans une chambre climatique à 25 °C. Les propriétés volumétriques des 48 éprouvettes ont d'abord été analysées afin d'évaluer leur homogénéité et de vérifier la fiabilité de la procédure de compactage. La masse de chaque éprouvettes compacté a été enregistrée et comparée à la masse du mélange en vrac placé dans le moule. La figure 4.1 montre les résultats de la fonction de distribution empirique de la perte de masse pendant le compactage pour les quatre mortiers, tandis que les valeurs moyennes et les écarts-types sont fournis dans le tableau 4.1.

Les observations visuelles à la fin du compactage d'éprouvettes ont révélé un écoulement d'eau (petite quantité) dans les éprouvettes préparées avec le sable quartzueux (mortiers 1 et 2). Dans la plupart des cas, il s'agissait d'eau claire sans présence notable de gouttelettes de bitume, de filler ou de particules de ciment (figure 4.2 a). Par contre, les éprouvettes des mortiers 3 et 4 (préparée avec le sable calcaire) n'ont pas montré un écoulement d'eau visible à la fin du compactage, sauf que le disque de papier filtre au bas et en haut des éprouvettes sont devenu humide (figure 4.2 b). Sur la base de ces observations, nous avons supposé que la perte de masse pendant le compactage était due uniquement à l'écoulement de l'eau.

Sur la base de cette hypothèse, les valeurs de V_m pourraient être considérées comme fiables, car elles ont été calculées en utilisant la deuxième partie de l'équation 3.10 (voire chapitre 3) qui ne prend en compte que la fraction volumique des solides dans le moule. D'autre part, les valeurs de VFL obtenues à partir de l'équation 3.11 (voire chapitre 3) ont été surestimées, car le ϕ_w réel a été réduit par l'écoulement de l'eau.

La figure 4.3 montre les enveloppes supérieures et inférieures des courbes de compactage obtenues pour les mortiers 2 et 4. Ces courbes mettent également en évidence les valeurs finales théoriques de $V_m = 15.7\%$ et $VFL = 84.1\%$, dérivées des compositions volumétriques

cibles fournies dans le tableau 3.3 (voire chapitre 3) comme expliqué ci-dessus. La première valeur était exacte, tandis que la seconde surestimait le degré réel de saturation.

Le tableau 4.1 résume les paramètres de compactage des quatre mortiers testés (équation 3.28 chapitre 3), en termes de valeur moyenne et d'écart-type des vides du mélange (V_m), la compactibilité du mélange (k) et la perte de masse. Les mortiers 1 et 2 présentaient des valeurs plus faibles de vides au début du compactage, V_m (1), et donc une meilleure auto-compactibilité, contrairement aux mortiers 3 et 4. D'autre part, ces derniers présentaient des valeurs plus élevées de (k) que le mortier 1 et 2, et donc une meilleure compactibilité. Ceci est en accord avec le comportement typique observé pour les mélanges recyclés à froid (Raschia et al, 2020a).

Globalement, l'analyse de la perte de masse lors du compactage, V_m et k , a permis de vérifier la fiabilité et l'homogénéité du processus de production des éprouvettes.

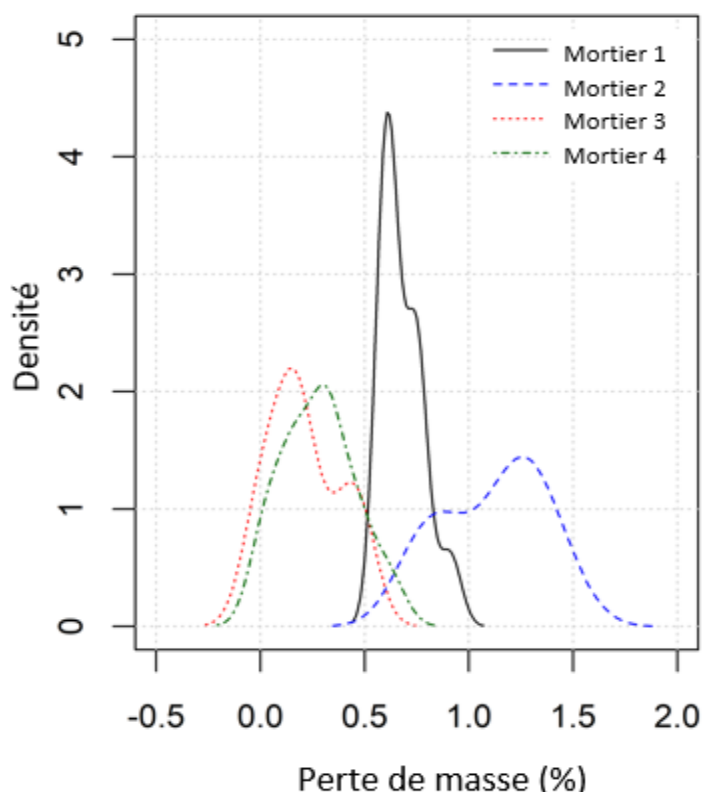


Figure 4. 1- Distribution de la densité du rapport entre la perte de masse et la masse total de

l'éprouvette.

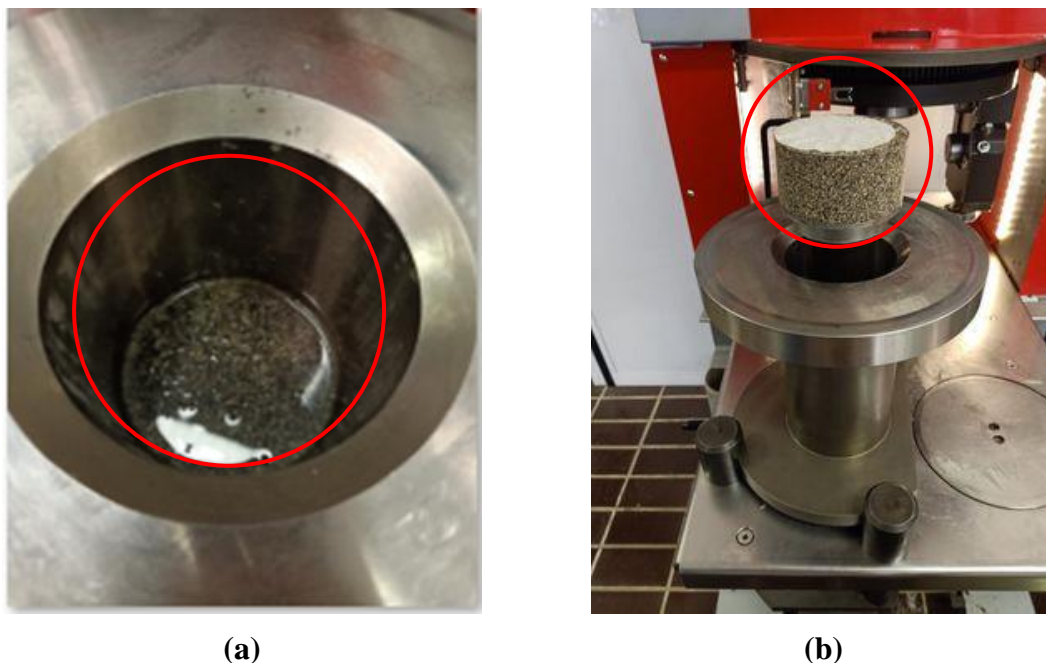


Figure 4. 2- a) l'écoulement de l'eau à la fin du compactage (mortier 1 et 2) ; b) pas d'écoulement d'eau visible à la fin du compactage (mortier 3 et 4).

Tableau 4. 1- Les paramètres de compactage des quatre mortiers testés (avec les valeurs moyennes et les écarts types calculés pour 12 spécimens de chaque mortier).

Mortier bitumineux	Perte de masse (%)	k	V _m (1) (%)	R ²	n _{tot}
	Moyenne (Ecart type.)	Moyenne (Ecart type.)	Moyenne (Ecart type.)		min-max
1	0.68 (0.09)	6.847 (0.08)	23.7 (0.41)	> 0.98	13-19
2	1.11 (0.24)	7.230 (0.14)	22.5 (0.50)	> 0.98	7-11
3	0.21 (0.16)	9.585 (0.17)	26.5 (0.29)	> 0.98	13-15
4	0.28 (0.17)	9.605 (0.16)	27.5 (1.11)	> 0.98	13-28

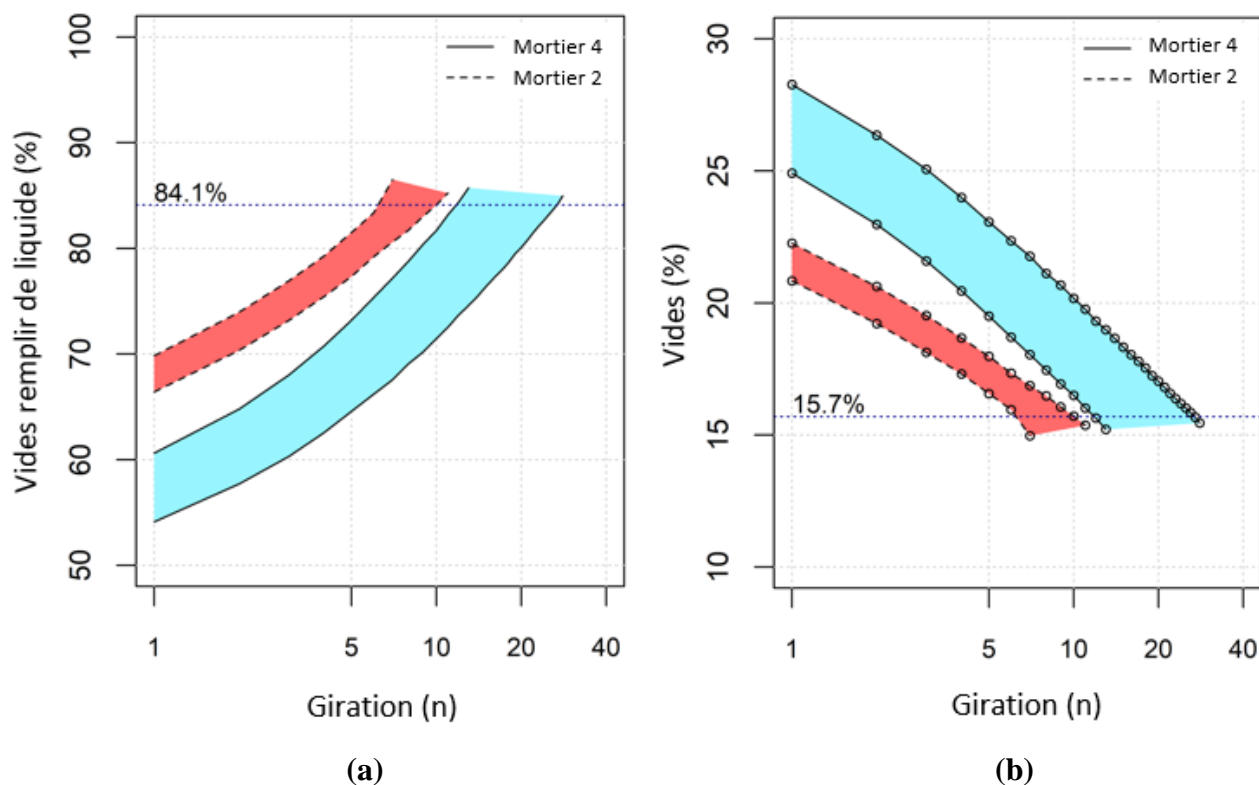


Figure 4. 3 - Enveloppes supérieure et inférieure des courbes de compactage des mortiers 2 et 4 :
 a) V_m en fonction du nombre de girations ; b) VFL en fonction du nombre de girations.

Les résultats ont montré un lien clair entre la perte d'eau à la fin du compactage, les paramètres de compactage k et $V_m(1)$, et le type de sable. Nous remarquons que, bien que mesurée à la fin du compactage, la perte d'eau peut avoir eu lieu dans l'intervalle de vingt minutes entre la fin du mélange et le début du compactage. Cependant, cela se traduirait par une $V_m(1)$ plus élevée car le mélange coulé dans le moule aurait eu une teneur en eau plus faible. De plus, la différence de $V_m(1)$ entre les mortiers 1 et 2 ainsi que les mortiers 3 et 4 (soit environ 5% du volume de l'échantillon) était plus du double du volume réel d'eau perdue à la fin du compactage. Ainsi, nous avons conclu que les différentes valeurs de vides au début du compactage entre les mortiers 1 et 2 (sable de quartz) et les mortiers 3 et 4 (sable calcaire) étaient dues à la différence d'angularité et de texture des particules de sable.

Pendant le compactage des mélanges, les particules d'agrégat se réorientent et se réarrangent, les vides se réduisent progressivement et le fluide inter granulaire est pressé dans les pores et éventuellement hors du système. Cette nécessité entraîne l'augmentation de la concentration

des gouttelettes de bitume dans les pores plus petits et déclenche le processus de rupture d'émulsion et de séchage par évaporation (Ouyang et al, 2021). Pour tous les mortiers considérés, toutes les éprouvettes ont atteint le même niveau de vides de $V_m=15.7\%$, mais l'eau s'est infiltrée hors des éprouvettes uniquement pour les mortiers 1 et 2. Ceci suggère que, dans les mortiers 3 et 4, le sable calcaire plus réactif a favorisé la rupture de l'émulsion par le mécanisme de contraction du gel (Lesueur&Potti, 2004). La formation de films bitumineux continus a réduit la perméabilité des spécimens, ce qui peut expliquer la perte d'eau plus faible des mortiers 3 et 4 par rapport aux mortiers 1 et 2.

4.1.2 Perte d'eau par évaporation

La figure 4.4 montre l'évolution de l'eau résiduelle dans l'éprouvette testée de 1 à 28 jours de cure (calculée par l'équation 3.13 ; voir chapitre 3). Ces courbes représentent la perte d'eau par évaporation décrite par le modèle de Michaelis-Menten (équation 3.29 voir chapitre 3), tandis que leurs paramètres DW_a et h_{DW} sont fournis dans le tableau 4.2. Ce tableau indique également la valeur à long terme (asymptotique) de l'eau résiduelle estimée, RW_a , et le rapport de perte d'eau $\Delta M/M_w$ dû au compactage.

Pour tous les mortiers étudiés, l'évaporation de l'eau a été plus rapide pendant les premiers jours de durcissement, puis a ralenti avec une tendance asymptotique. Les mortiers 3 et 4 présentaient les valeurs les plus élevées d'évaporation estimée à long terme (75,4 % et 74,8 %, respectivement), ce qui a conduit à une teneur en eau résiduelle à long terme d'environ 22 %. Le mortier 2 avait la plus faible teneur en eau résiduelle à long terme, soit 17,8 %, mais il faut noter que ces éprouvettes avaient la plus forte perte d'eau due au compactage, soit 13,9 %.

Le mortier 1 présentait les valeurs les plus faibles d'évaporation à long terme, soit 59 %, et les valeurs les plus élevées d'eau résiduelle à long terme, soit 32,5 %. En supposant que le ciment a atteint une hydratation complète à long terme, la masse d'eau liée chimiquement et physiquement peut être estimée à 0,42 de la masse initiale du ciment (Jensen & Hansen, 2001), ce qui correspond à environ 9 à 10 % de l'eau totale. Malgré le fait que cette hypothèse surestime plutôt le degré ultime d'hydratation (Miljković et al, 2019), nous pouvons conclure qu'une certaine quantité d'eau est restée présente dans les spécimens, même à long terme, sous

forme d'eau piégée. Ce résultat peut être dû à l'atteinte du stade d'équilibre avec l'humidité ambiante, ainsi qu'à la présence de vides non interconnectés dans les échantillons.

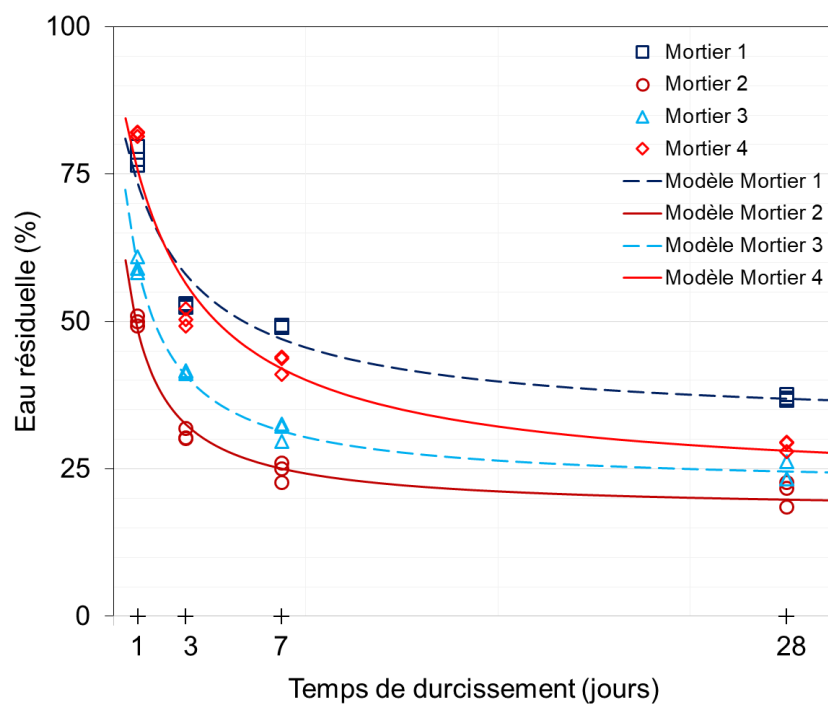


Figure 4. 4 - Évolution de la teneur en eau résiduelle des éprouvettes au cours du temps.

Tableau 4. 2- Paramètres de la perte d'eau estimés par les équations 3.13 et 3.29.

Mortier	DW_a (%)	h_{DW} (jours)	R^2	RW_a (%)	$\Delta M/M_w$ (%)
1	59.1	2.3	0.94	32.5	8.4
2	68.3	0.8	0.97	17.8	13.9
3	75.4	1.0	0.99	21.9	2.6
4	74.8	2.6	0.95	21.7	3.4

4.2 Propriétés mécaniques

4.2.1 Résistance à la traction indirecte

Les dépendances temporelles de la résistance à la traction indirecte, de la déformation de rupture et du module de rigidité des éprouvettes basées sur l'essai de traction indirecte sont illustrées respectivement dans les figures 4.6 à 4.7.

Les courbes charge-déplacement horizontal obtenues pour le mortier 1 (le mortier de référence pour l'ILT) et le mortier 4 à différents temps de cure sont reportées sur la Figure 4.5. Les courbes montrent la bonne répétabilité des essais, non seulement en termes de charge maximale, mais aussi en termes de réponse contrainte-déformation. Cela confirme le fait qu'une plus grande homogénéité des éprouvettes est l'un des principaux avantages de tester des mortiers plutôt que des mélanges.

La figure 4.6 montre l'évolution de la résistance à la traction indirecte ITS de 1 à 28 jours de polymérisation et le modèle de Michaelis-Menten ajusté (équation 3.7 voir chapitre 3), tandis que le tableau 4.3 énumère les paramètres d'ajustement du modèle pour l'évolution temporelle.

Les résistances à la traction indirecte correspondant à 1 jour de durcissement étaient comprises entre 0,28 et 0,61 MPa et de 1 à 28 jours de durcissement, l'augmentation moyenne était de 0,85 MPa. Cela signifie que les résistances après 7 jours étaient approximativement le double des résistances après 1 jour de durcissement entre 0,54 et 0,92 MPa. Tous les mortiers ont montré une augmentation relativement rapide de l' ITS au cours des premiers jours de durcissement. Ensuite, le taux de durcissement a diminué, et la dépendance a montré une tendance asymptotique. Après un jour de durcissement, le mortier 2 (Emulsion B et sable de quartz) avait la résistance la plus faible (0,19 MPa), tandis que les mortiers 1 et 4 (Emulsions A et C modifiées), avaient des valeurs comparables de ITS d'environ 0,28 MPa.

Le mortier 3, produit avec l'émulsion B traditionnelle et du sable calcaire, avait une résistance la plus élevée, égale à 0,34 MPa. Au cours des jours de durcissement suivants, le mortier 3 a été caractérisé par le taux de durcissement le plus élevé et h_{ITS} le plus faible (3,9 jour). Les

deux mortiers produits avec du sable de quartz avaient des taux de coupe comparables, alors que le mortier 4 était caractérisé par la valeur la plus élevée de h_{ITS} (8 jour) et donc par le taux de durcissement le plus faible (Tableau 4.3). A long terme, les ITS_a des mortiers 1 et 2 (sable quartzeux) étaient comparables, ainsi que la résistance des mortiers 3 et 4 (sable calcaire). Cependant, on peut remarquer qu'en considérant la même nature de granulats, les mortiers avec les Emulsions A et C modifiées (Mortiers 1 et 4) ont des valeurs de ITS_a légèrement plus élevées par rapport à ceux produits avec l'Emulsion B traditionnelle (Mortiers 2 et 3) (Tableau 4.2).

La figure 4.7 montre l'évolution de la déformation horizontale à la rupture et du module sécant de 1 à 28 jours de cure. Le mortier 1 présentait des valeurs similaires de la déformation à la rupture ($\varepsilon_{\text{failure}}$) indépendamment du temps de durcissement. En revanche, les valeurs de la déformation à la rupture ($\varepsilon_{\text{rupture}}$) varient en fonction du temps de durcissement pour les éprouvettes du mortier 4. Dans ce cas, le maximum de la valeur de la déformation à la rupture $\varepsilon_{\text{rupture}}$ a été atteint après 3 jours de cure, puis sa valeur a diminué jusqu'à atteindre des valeurs comparables à celles mesurées pour le mortier de référence à 28 jours. Le module sécant E_{IT} a augmenté avec le durcissement pour les deux mortiers. En particulier, au cours des trois premiers jours de durcissement, le mortier 1 était plus rigide, tandis qu'après 7 jours de durcissement, le mortier 4 présentait un module E_{IT} plus élevé. Ce comportement peut être lié à un taux de durcissement plus élevé (h_{ITS} plus faible) montré par le mortier de référence (Tableau 4.3).

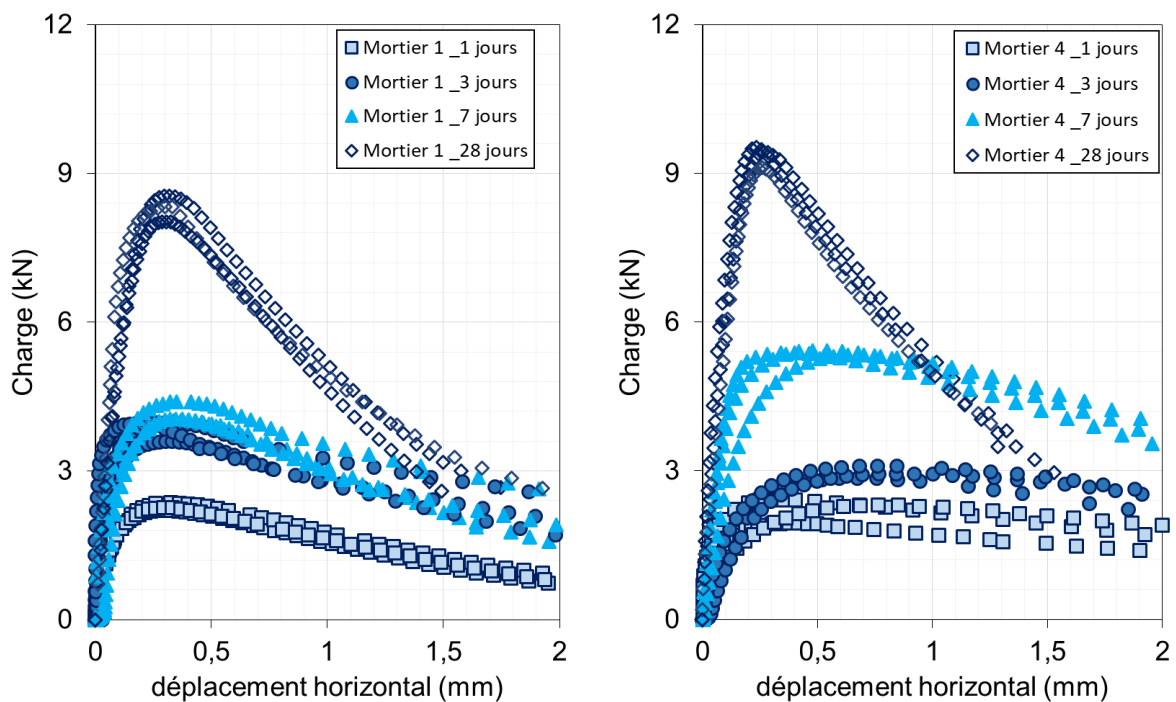


Figure 4. 5- Résistance à la traction indirecte, la charge en fonction du déplacement horizontal pour le mortier 1 et le mortier 4.

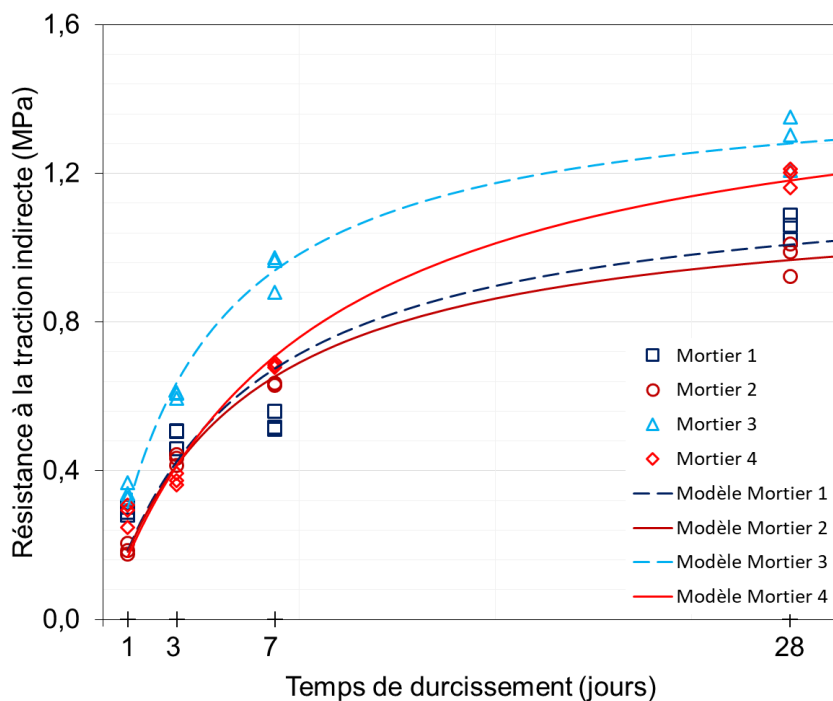


Figure 4. 6- Résistance à la traction indirecte, ITS en fonction du temps de durcissement

pour les quatre mortiers.

Tableau 4. 3- Paramètres du modèle de Michaelis-Menten (équation 3.7) pour l'ITS.

Mortier	ITS_a (MPa)	h_{ITS} (jours)	R^2
1	1.21	5.5	0.87
2	1.15	5.3	0.99
3	1.46	3.9	0.98
4	1.52	8.0	0.97

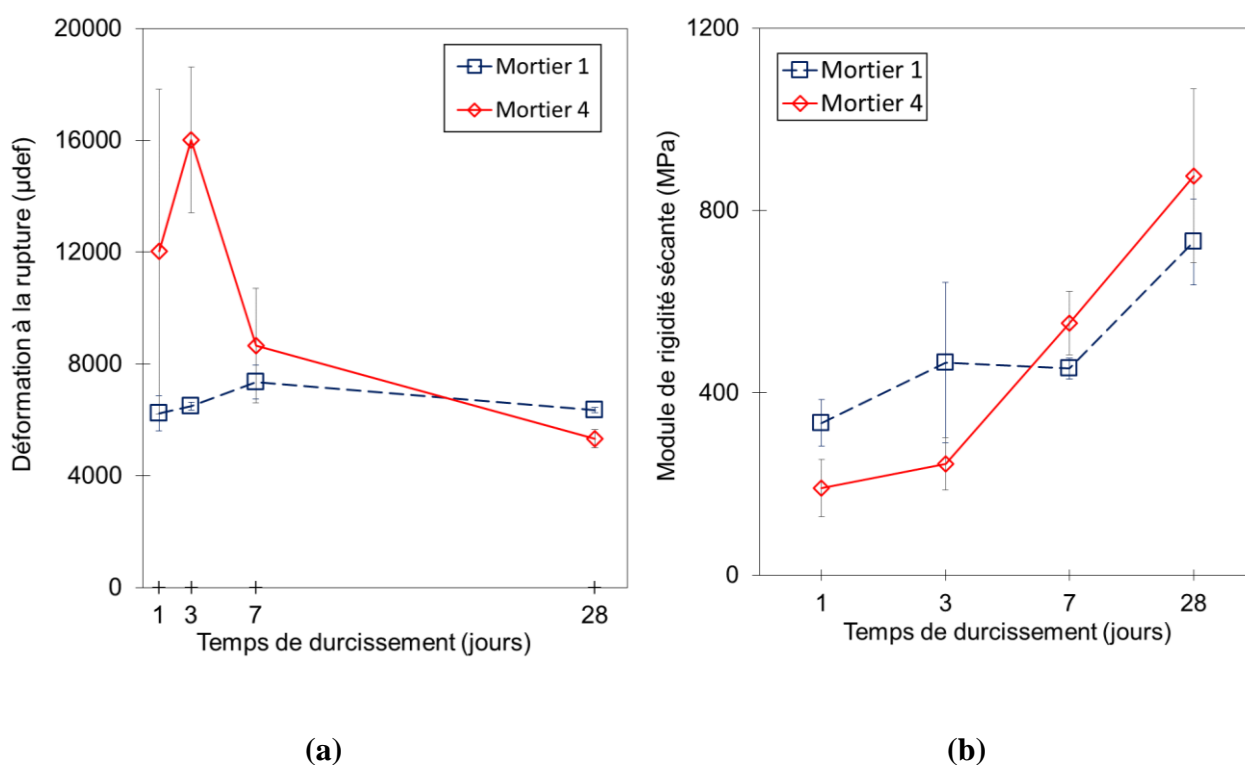


Figure 4. 7- Autres propriétés mécaniques obtenues par essai de traction indirecte des mortiers 1 et 4 : a) déformation de rupture $\epsilon_{\text{rupture}}$ en fonction du temps et b) module de rigidité sécante E_{IT} en fonction du temps.

Les sections précédentes ont mis en évidence l'impact majeur du type de sable sur le comportement de durcissement des mortiers à l'émulsion de bitume froid, tant en termes d'évaporation d'eau que d'*ITS*. La comparaison des effets des différentes émulsions est illustrée dans la figure 4.8, qui met directement en relation l'eau résiduelle et l'*ITS* de chaque éprouvette. Les lignes continues ont été tracées en utilisant les modèles de Michaelis-Menten ajustés pour *DW* et *ITS* (déterminés par l'équation 3.29, voir le chapitre 3) en éliminant simplement le temps. Comme connu de la recherche précédente (Graziani et al. 2017), ces courbes suivent également le modèle de Michaelis-Menten. La figure 4.8 donne un aperçu général du processus de durcissement car elle montre également (1) la plage estimée d'eau non évaporable (liée physiquement et chimiquement par le ciment), (2) l'eau résiduelle moyenne dans les éprouvettes juste après le compactage et (3) le comportement à long terme (asymptotique) estimé des mélanges : RW_a et ITS_a (Tableau 4.2 et Tableau 4.3).

Comme on peut l'observer, l'évolution de la perte d'eau par évaporation et l'*ITS* sont directement liés, et le modèle fournit une excellente représentation du processus de durcissement, en particulier pour l'émulsion B (mortiers 2 et 3). Un tel lien entre l'eau résiduelle et la force suggère que la rupture de toutes les émulsions s'est produite principalement par le mécanisme de formation de film (Lesueur & Potti, 2004). Ceci était surtout attendu pour les émulsions B et C qui, selon les spécifications européenne (EN), sont considérées comme des émulsions sur stabilisées.

La figure 4.8 montre également que les émulsions A et C, contenant du latex SBS (SBS (Styrène-Butadiène-Styrène). Un bitume modifié par des polymères de type SBS), ont conduit à des valeurs de résistance plus élevées, à condition de considérer le même sable.

Dans la perspective du RILEM ILT, la représentation fournie par la figure 4.8 pourrait être un outil utile pour comparer une gamme plus large de mortiers et d'émulsions. Ainsi, en considérant l'application potentielle d'une émulsion pour un mélange à froid, on vise à obtenir une résistance élevée même avec une teneur en eau résiduelle élevée (c'est-à-dire même à un stade précoce du durcissement ou à une humidité relative élevée du durcissement). Un tel comportement peut être facilement mis en évidence par les mortiers, qui se situent dans la

partie supérieure droite du diagramme. Néanmoins, pour valider la robustesse d'une telle approche, davantage de données expérimentales sont nécessaires.

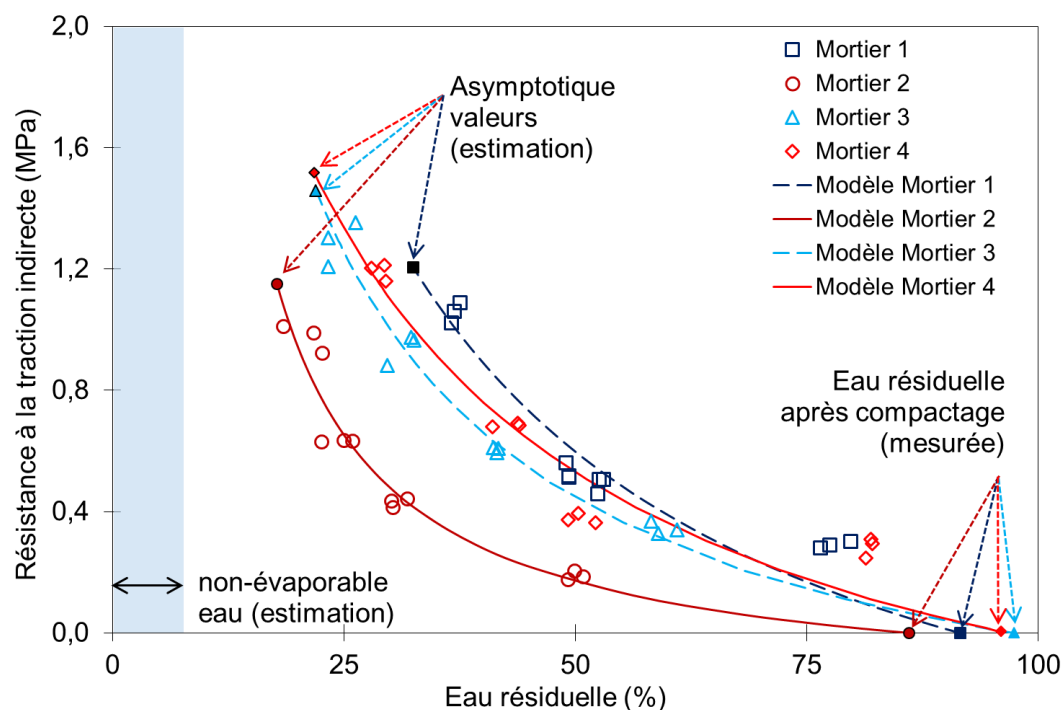


Figure 4. 8- Comparaison des mortiers en fonction de la relation entre l'évolution de la teneur en eau résiduelle et l'ITTS.

4.3 Conclusion

L'objectif principal de cette étude dans ce chapitre était d'étudier le comportement de durcissement de quatre mortiers d'émulsion de bitume caractérisés par la composition volumétrique de référence et préparés avec différentes émulsions et sables. Les fractions volumiques des constituants de base (émulsion, sable, eau absorbée, filler, ciment et vides) ont été obtenues en utilisant des hypothèses spécifiques sur la composition du mortier. La composition gravimétrique a ensuite été dérivée de la densité des constituants. Le modèle adopté est flexible et peut être ajusté pour prendre en compte des constituants supplémentaires, comme des ajouts minéraux ou de l'eau de pré-mouillage.

En utilisant la composition de référence et en suivant le protocole de mélange établi dans le cadre des essais inter laboratoires RILEM, les éprouvettes des quatre mortiers testés ont pu

être correctement démoulées immédiatement après le compactage et leur résistance à la traction indirecte a pu être mesurée à partir d'un jour de durcissement à 25 °C. Les deux mortiers (mortier 1 et préparés avec du sable de quartz) ont montré un écoulement d'eau non négligeable à la fin du compactage et leur comportement de compactage était significativement différent de celui des mortiers préparés avec du sable calcaire. Ces différences étaient liées à des propriétés géométriques différentes des particules de sable et à leur compatibilité différente avec les émulsions cationiques considérées.

Le comportement de durcissement des mortiers a été comparé sur la base de l'évolution de la perte d'eau par évaporation et de la résistance à la traction indirecte. Les résultats ont montré que l'augmentation de la résistance était directement liée à l'évaporation de l'eau, ce qui suggère que la rupture de l'émulsion s'est produite principalement par le mécanisme de formation de film. La méthodologie proposée a mis en évidence la compatibilité différente des trois émulsions avec les deux types de sable et l'effet de l'ajout de latex SBS aux émulsions. Ceci est extrêmement prometteur du point de vue des essais inter laboratoires et de la pré-normalisation ultérieure de la caractérisation du comportement technique des différentes émulsions sur la base des résultats d'essais de mortiers normalisés.

Chapitre 5

Influence du module complexe sur le comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froid

Ce chapitre décrit et commente les résultats des essais de module complexe et de linéarité réalisés sur des mortiers bitumineux à froid, en évaluant l'effet de l'émulsion et du granulat sur leur comportement rhéologique.

Pour connaître le comportement viscoélastique linéaire en petites déformations des mortiers bitumineux à froids utilisés, des essais de module complexe ont été réalisées dans le but de déterminer l'effet de différents types d'émulsion de bitume et de granulats sur le comportement mécanique des mortiers, ainsi que leur relation avec la température et la fréquence.

5.1 Résultats des essais de module complexe (E^*) pour les mortiers bitumineux à froid

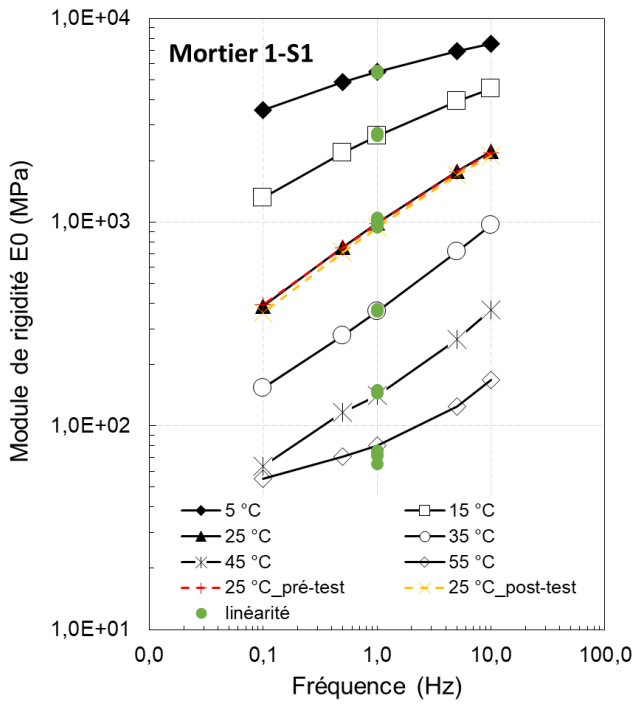
Les essais de module complexe ont permis de déterminer le comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froids à différentes températures et fréquences. Deux éprouvettes de chaque mortier bitumineux ont été soumises à des essais de compression unie axiale, avec une amplitude d'onde sinusoïdale de 30 microns à six températures (5, 15, 25, 35, 45 et 55°C) à chaque température, atteinte par un conditionnement d'environ 3 heures, les essais ont été réalisés à des fréquences de 10, 5, 1, 0,5, 0,1, Hz, au moyen d'un balayage dit de fréquence. Suite aux modélisations des courbes dans les différents plans, il est possible de comparer les mortiers bitumineux entre eux. Le module complexe (E^*) des mortiers bitumineux à froids étudiés, a été mesuré après 90 jours de cure à 25°C.

La construction et modélisation des courbes maîtresses pour le module de rigidité (E_0) et l'angle de phase φ a été construite à partir des processus exécutés à l'aide de la feuille de calcul Excel.

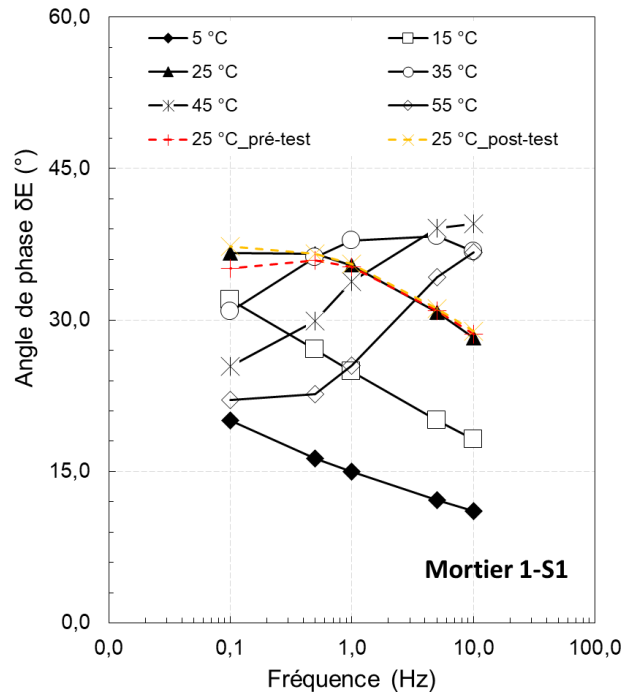
5.1.1 Courbes isothermes

La figure 5.1 présente un exemple de courbes isothermes du module de rigidité (E_0) (figure 5.1 a, c, e, g) et de l'angle de phase (φ) (figure b, d, f, h) à 5, 15, 35, 45 et 55 °C mesuré sur les éprouvettes Mortier1-S1, Mortier2-S2, Mortier3-S2 et Mortier4-S1. Pour chaque mélange, la rigidité augmente lorsque la fréquence augmente et que la température diminue. Les valeurs mesurées étaient comprises entre 55MPa et 7600 MPa pour l'éprouvette S1 (mortier1), entre 81MPa et 5898 MPa pour l'éprouvette S2 (mortier2), entre 445MPa et 6072MPa, pour l'éprouvette S2 (mortier3) et entre 363MPa et 5768MPa pour l'éprouvette S2 (mortier4).

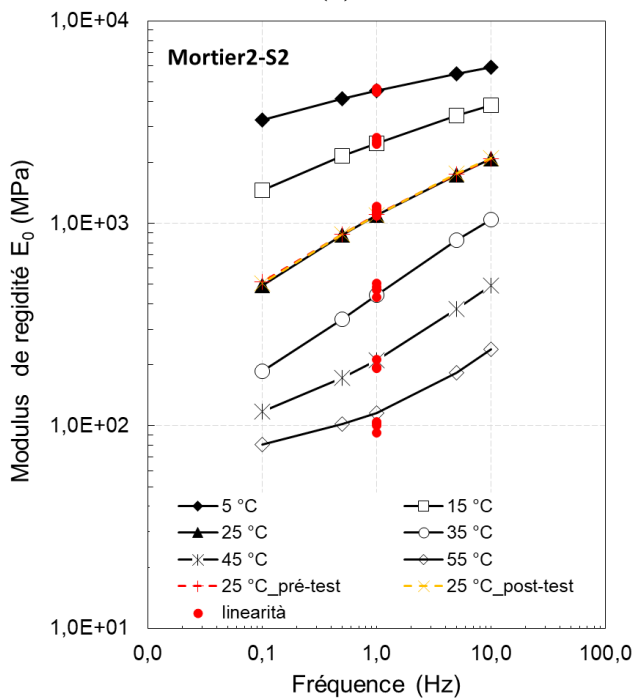
Les courbes isothermes de l'angle de phase φ (Figure 5.1 b, d, f, h) n'ont pas montré de tendance régulière, ce qui suggère que la composante visqueuse de la réponse thermo-rhéologique est probablement contrôlée par l'interaction de divers phénomènes mécaniques.



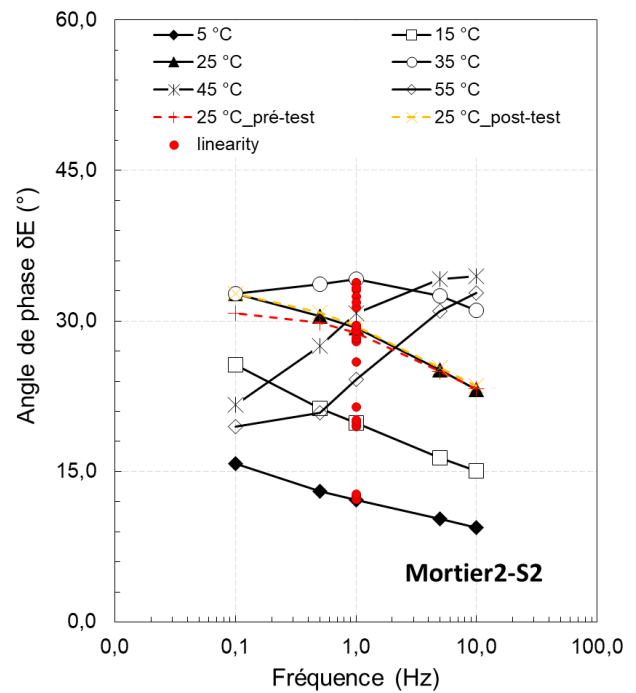
(a)



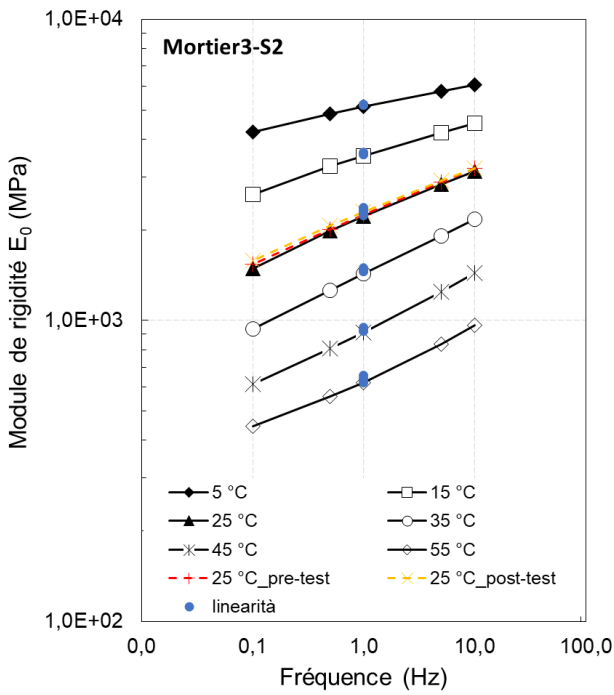
(b)



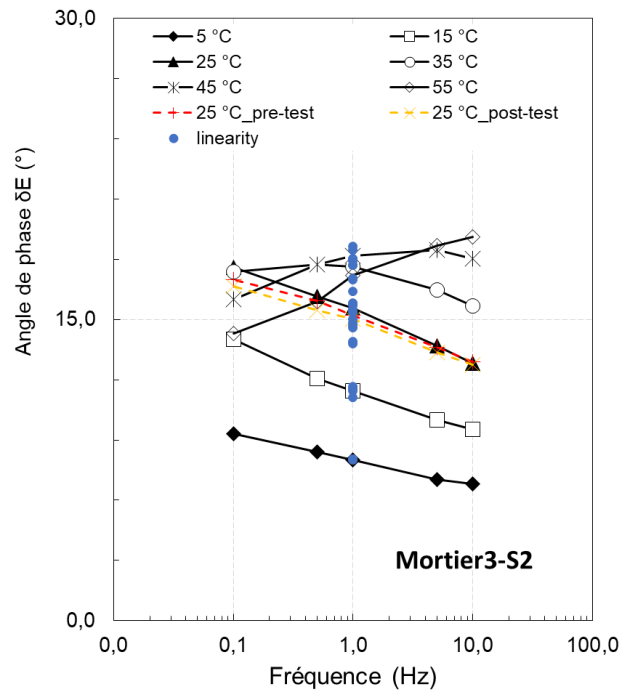
(c)



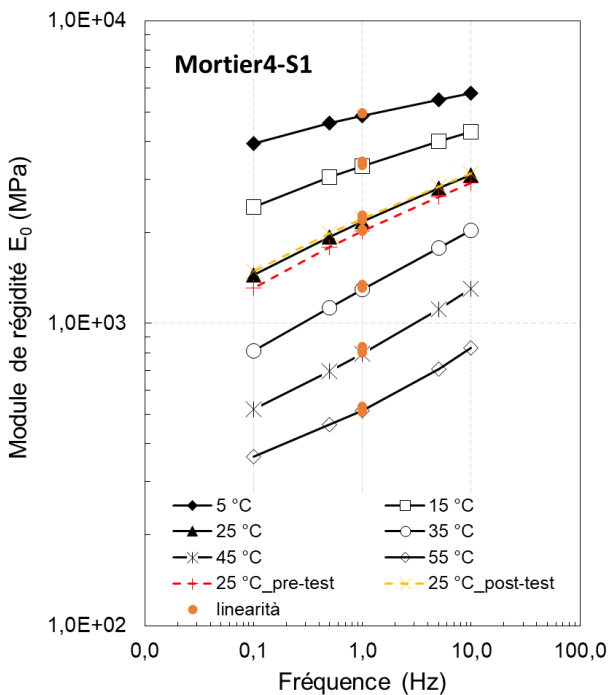
(d)



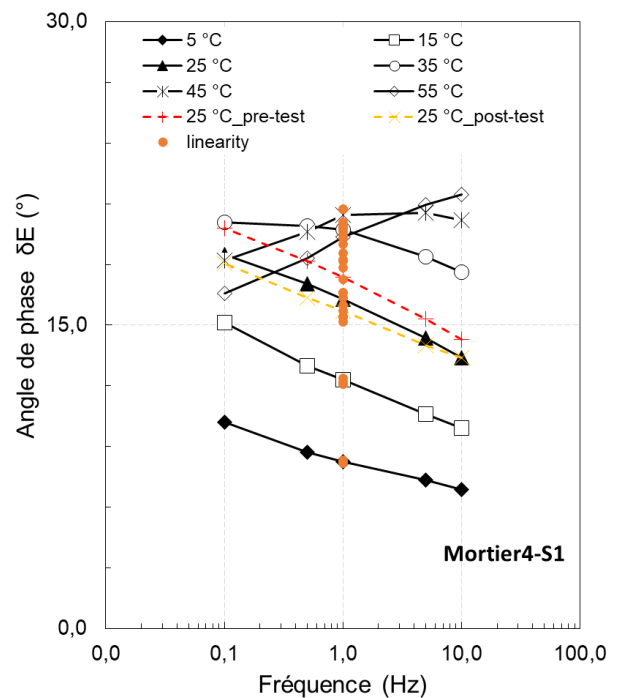
(e)



(f)



(g)



(h)

Figure 5. 1- Courbes isothermes du module de rigidité E_0 (a, c, e et g) et de l'angle de phase φ (b,

d, f et h) en fonction de la fréquence et de la température pour les quatre mortiers bitumineux testées.

5.1.2 Courbe dans l'espace de Black

La représentation des résultats de module complexe dans l'espace dans le diagramme de l'espace de Black consiste à tracer le module de rigidité E_0 en fonction de l'angle de phase φ correspondant. La représentation dans l'espace de Black est souvent utilisée pour visualiser la zone des modules de faibles amplitudes et en particulier la diminution d'angle de phase pour les hautes températures.

La Figure 5.2 montre une présentation des courbes des modules complexes dans l'espace de Black pour les quatre éprouvettes testées. À partir de diagramme de l'espace Black, on peut observer la variabilité de E_0 et de φ . Toutes les éprouvettes présentent le même comportement, avec des modules de rigidité élevés aux hautes fréquences et aux basses températures, ainsi que des valeurs d'angle de phase élevées aux hautes températures et aux basses fréquences.

Pour les Mortier2_S2, Mortier1_S1 et Mortier1_S2 ont des valeurs de rigidités caractérisées par une valeur maximale de 7632 MPa (5°C) pour Mortier1_S2, et une valeur minimale de 54,8 MPa (55°C), pour Mortier1_S1. Dans le même temps, pour l'intervalle d'angle de phase, une valeur minimale d'environ 9,45° à basse température (5°C) est mesurée pour Mortier2_S2, et une valeur maximale de 41,50° à haute température (35°C), pour Mortier1_S2. Et pour les éprouvettes (Mortier3_S1, Mortier3_S2, Mortier4_S1 et Mortier2_S1) ont de module de rigidité allant de 6344 MPa (5°C), pour l'éprouvettes Mortier2_S1, jusqu'à 363 MPa (55°C), pour Mortier4_S1. Et pour l'angle de phase, il y a une valeur minimale d'environ 6,61° à basse température (5°C), pour l'éprouvettes Mortier3_S1, et une valeur maximale d'environ 24,64° à haute température (25°), pour l'éprouvettes Mortier2_S1. Les résultats montrent donc que tous les mortiers ont un comportement dépendant de la température et de la fréquence.

Cependant, les mortiers (Mortier1 et Mortier 2) présente un comportement plus bitumineux, s'est-il dire plus thermo dépendant avec un composant visqueux plus élevé, tandis que les mortier (Mortier3 et Mortier4) présente un comportement cimentaire, c'est-à-dire un

composant visqueux plus faible et donc un comportement thermo dépendant réduit par rapport aux deux mortiers précédents.

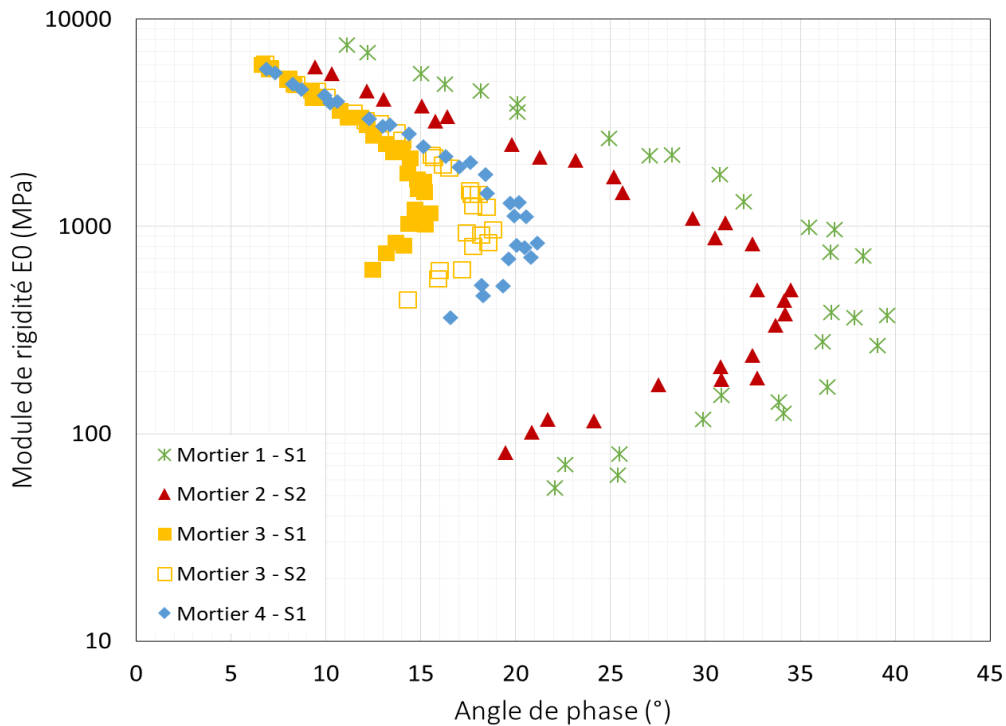


Figure 5. 2 - Présentation du module complexe dans l'espace de Black (pour les quatre mortiers)

5.1.3 Courbe dans le plan de Cole-Cole

Les résultats des essais de module complexe peuvent être également représentés dans un plan complexe : « le plan Cole-Cole ». Cette représentation consiste à porter la partie réelle du module complexe E_1 en abscisse et la partie imaginaire E_2 en ordonnée. La courbe obtenue est caractéristique du matériau étudié, elle peut être utilisée pour caler un modèle de comportement rhéologique (2S2P1D) qui sera présenté à (chapitre 02). Dans le cas d'un matériau qui satisfait au principe d'équivalence temps-température (PETT), la courbe obtenue est unique et décrit une forme parabolique.

La Figure 5.3 montre les courbes des modules complexes dans le plan Cole-Cole (module visqueux versus module élastique) pour les quatre mortiers testés. Le comportement rhéologique des mortiers est similaire malgré les différences dans leur composition (Tableau 3.3-Chapitre 3).

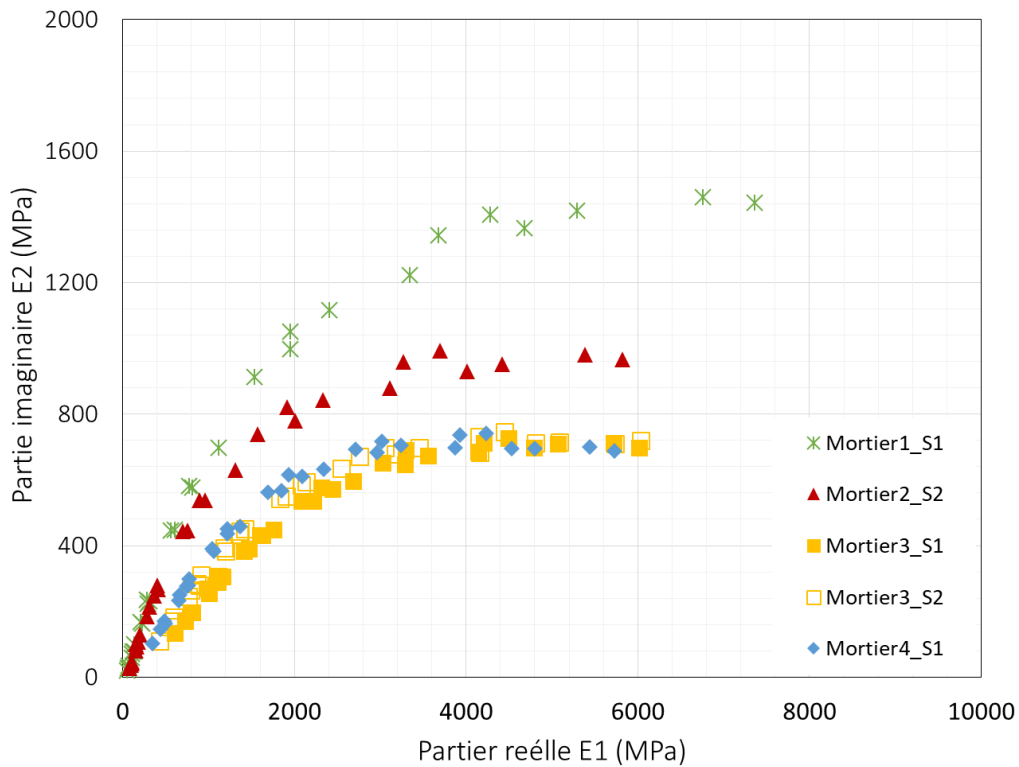


Figure 5. 3- Présentation du module complexe dans le plan de Cole-Cole (pour les quatre mortiers)

5.1.4 Les courbes maîtresses

Pour confirmer les similitudes entre la réponse viscoélastique linéaire du mortier bitumineux à froids, la validité du principe de superposition temps température (TTSP) a été vérifiée. Dans ce but, le modèle rhéologique de Huet-Sayegh a été utilisé (Sayegh, 1967).

Dans cette étude, la température de référence choisie pour les courbes maîtresses était $T_{ref} = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La figure 5.4 montre les courbes maîtresses du module de rigidité E_0 et de l'angle de phase ϕ , pour les éprouvettes testés. Il est évident qu'une courbe unique a été obtenue pour E_0 , mais pas pour ϕ . Cela indique que le TTSP est vérifié pour le module de rigidité, mais pas pour l'angle de phase (principe de superposition partielle temps-température).

On peut voir que les mortiers 1 et 2 ont une variabilité du module de rigidité et des valeurs d'angle de phase plus élevées, ce qui est typique d'un comportement visqueux. Le Mortier 3 et le Mortier 4 décrivent une courbe maîtresse avec une pente plus faible du module de rigidité et ont des valeurs d'angle de phase plus petites, ce qui indique qu'ils sont plus élastiques (à un comportement élastique) que Mortier 1 et Mortier 2.

La variation maximale des valeurs du module de rigidité pour les mortiers 1 et 2 est d'environ deux ordres de grandeur (55-7600 MPa) ; cette variabilité devient d'un ordre de grandeur pour les mortiers 3 et 4.

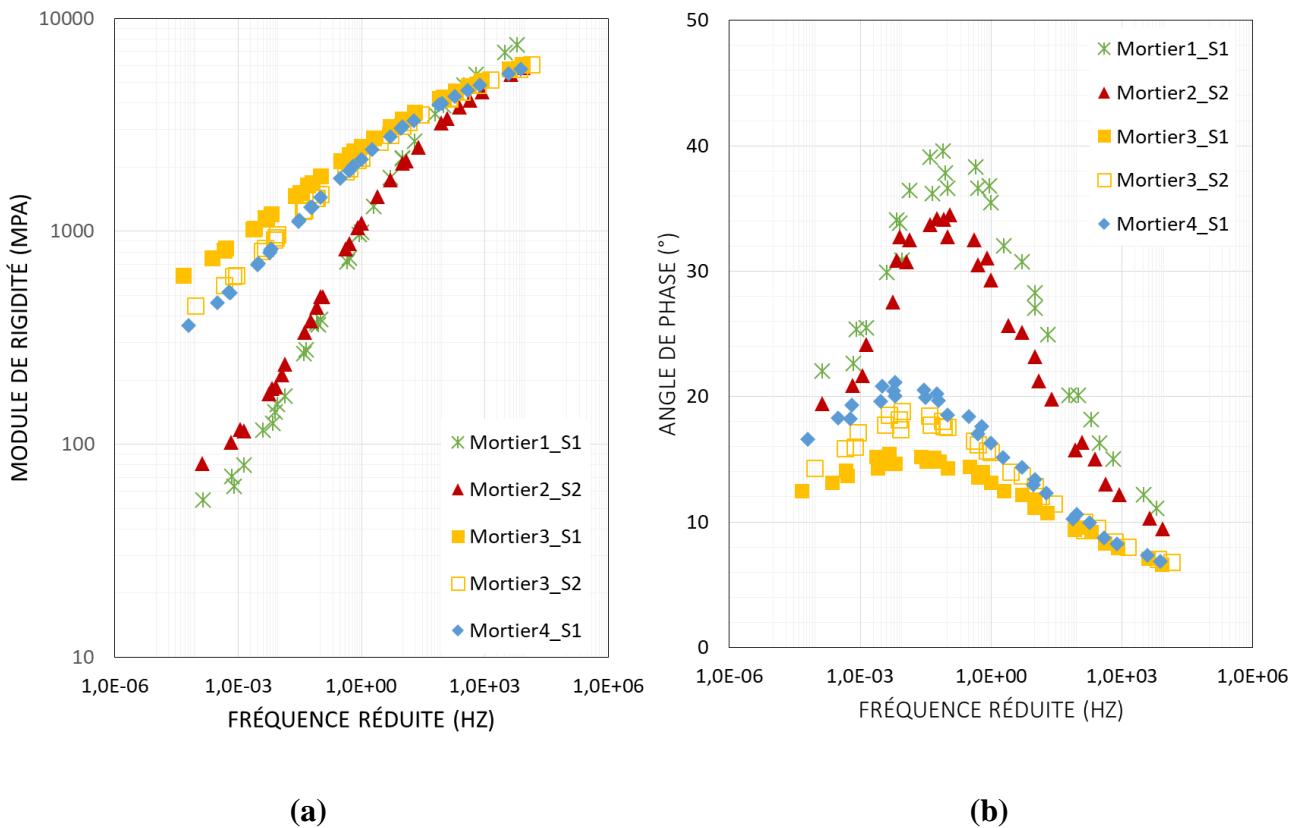


Figure 5. 4 - Courbe maîtresse : a) module de rigidité E_0 ; b) angle de phase ϕ (Tréf=25°C).

NB : Pour les éprouvettes Mortier1-S2 et Mortier2-S1 ne seront pas pris en compte dans l'analyse des résultats car les données expérimentales mesurées ne sont que partielles (seulement jusqu'à 35°C) et ne sont pas considérées comme crédibles.

5.2 Modélisation rhéologique du comportement VEL des mortiers bitumineux à froids à l'aide du modèle 2S2P1D-HY

5.2.1 Construction de modèles

La modélisation du comportement rhéologique est réalisée à l'aide du modèle 2S2P1D-HY, qui est décrit au chapitre 2. Le modèle est basé sur les paramètres suivants :

- ✓ E_e : Le module d'équilibre (statique) ;
- ✓ E_g : le module vitreux ;
- ✓ h et k sont des paramètres du modèle compris entre 0 et 1 représentant la pente de la courbe du modèle dans le plan de Cole-Cole ;
- ✓ δ paramètre régissant l'amplitude de la courbe modèle dans le plan Cole-Cole ;
- ✓ τ est le temps caractéristique ;
- ✓ β paramètre sans dimension et est principalement influencé par le vieillissement du liant.

Le modèle a été implémenté dans un tableur Excel qui permet de déterminer ses paramètres via une fonction « solveur » : le tableur utilise un processus numérique pour itérer en continu, en essayant de minimiser l'erreur des moindres carrés. Les erreurs considérées sont calculées en tenant compte de la distance, c'est-à-dire l'erreur de la série E1-E2 (Cole-Cole), l'erreur du module de raideur et l'erreur de l'angle de phase.

Cependant, le module vitreux E_g et le module d'équilibre E_e peuvent être déterminés au préalable graphiquement.

Afin d'estimer une valeur maximale du module vitreux E_g , la tendance des points expérimentaux dans le plan Black est extrapolée jusqu'à ce qu'ils coupent l'axe des y, comme le montre la Figure 5.4 a, de la même manière sur le diagramme de Cole-Cole, les

valeurs pour lesquelles les données expérimentales coupent l'axe des x sont estimées, valeurs qui représentent E_e , (Figure 5.4 b).

Pour chaque éprouvettes, les valeurs E^* mesurées ont été ajustées en utilisant le modèle WLF pour décrire la dépendance à la température des facteurs de translation. Ensuite, le comportement rhéologique des mortiers a été modélisé à l'aide du modèle 2S2P1D-HY, décrit dans le chapitre 2 dans la présente étude, la température de référence choisie pour le modèle était $T_{ref} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Pour chaque éprouvettes, le modèle 2S2P1D-HY a été initialement ajusté en choisissant la température d'essai réelle $T'_{ref} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$. Ensuite, le modèle Williams-Landel-Ferry (WLF) a été utilisé pour ajuster la dépendance à la température des facteurs de décalage (Ferry, 1980) :

$$\log a_{T'_{REF}}(T) = \frac{-C'_1 \cdot (T - T'_{REF})}{-C'_2 \cdot (T - T'_{REF})} \quad (5.1)$$

Où C_1 et C_2 sont des coefficients expérimentaux qui peuvent être calculés en utilisant une régression linéaire sur les valeurs expérimentales des facteurs de décalage [Emri, 2005]. L'équation 5.1 a été réarrangée en changeant la température de référence à la valeur unique $T_{ref} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Cela a nécessité de nouvelles valeurs pour les coefficients de régression qui ont été calculés comme suit d'après (Chailleux et al, 2006) :

$$C_1^{25} = \frac{C'_1 \cdot C'_2}{C_2^{25}} \quad (5.2)$$

$$C_2^{25} = C'_2 + 25 - T'_{25} \quad (5.3)$$

Les valeurs de C_1^{25} et C_2^{25} ont été utilisées pour obtenir les nouveaux facteurs de décalage $\alpha_{25}(T)$ à l'aide de l'équation 5.1.

Le tableau 5.1 montre les paramètres déduits de la modélisation du mortier, ainsi que les deux constantes C1 et C2 qui ont été utilisées pour modéliser la tendance des facteurs de déplacement en fonction de la température (Figure 5.4), selon l'équation de Williams Landel-Ferry.

Tableau 5. 1 - Paramètres des modèles 2S2P1D et Williams-Landel-Ferry (Tréf = 25°C)

Code d'éprouvettes	E_g (MPa)	E_e (MPa)	k (-)	h (-)	d (-)	beta (-)	Log τ (-)	$\varphi 0$ (°)	C1 (-)	C2 (°C)
Mortier1_S1	16200	46	0.192	0.548	2.636	1111	-2.663	0.514	17.1	144.0
Mortier1_S2*	16274	44	0.192	0.548	2.410	160	-2.772	0.821		
Mortier2_S1*	14209	222	0.155	0.449	2.553	602	-2.410	0.267	18.0	148.9
Mortier2_S2	12100	65	0.177	0.526	2.856	1815	-2.273	0.577		
Mortier3_S1	9136	400	0.175	0.383	3.660	3162	-0.004	1.280	16.9	131.9
Mortier3_S2	8676	295	0.175	0.383	2.371	1995	-0.821	1.087		
Mortier4_S1	8810	257	0.173	0.426	2.759	1296	-0.673	1.412	-	-

Les représentations des modèles sont indiquées dans l'espace Black (Figure 5.4 a) et le diagramme de Cole-Cole (Figure 5.4 b), ainsi que les courbes maîtresses de module de rigidité E_0 et l'angle de phase φ , à Tréf = 25 °C sont reportés sur la Figure 5.5 a et la Figure 5.5 b, respectivement.

Pour les différents mortiers, les deux constantes C1 et C2 du modèle *WLF* sont équivalentes, ce qui indique une dépendance similaire à la température des liants bitumineux utilisés pour fabriquer les mortiers.

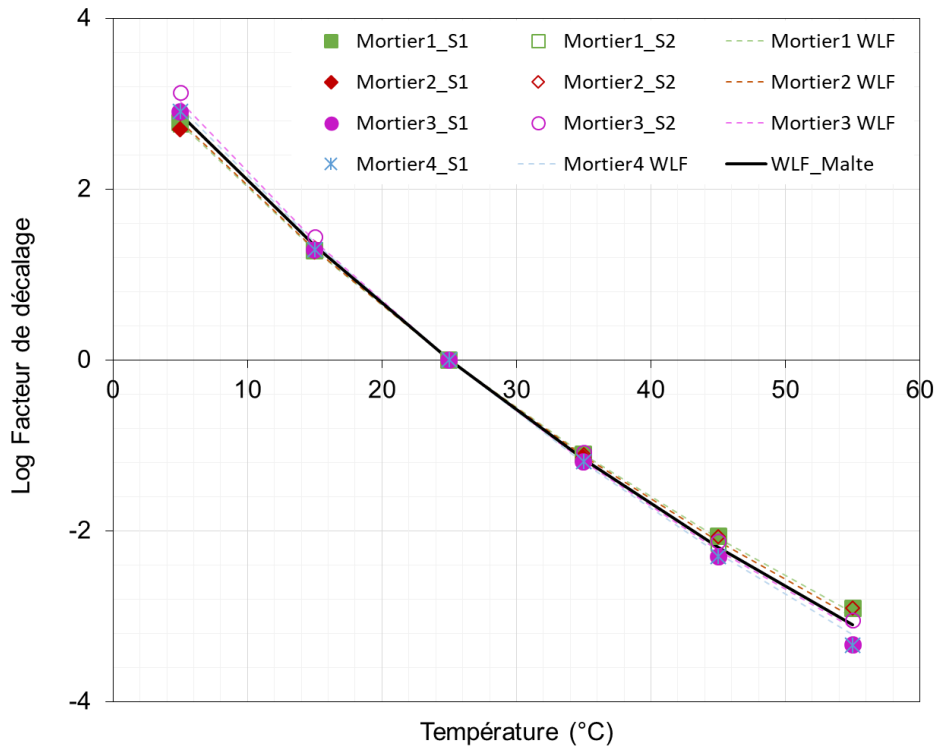
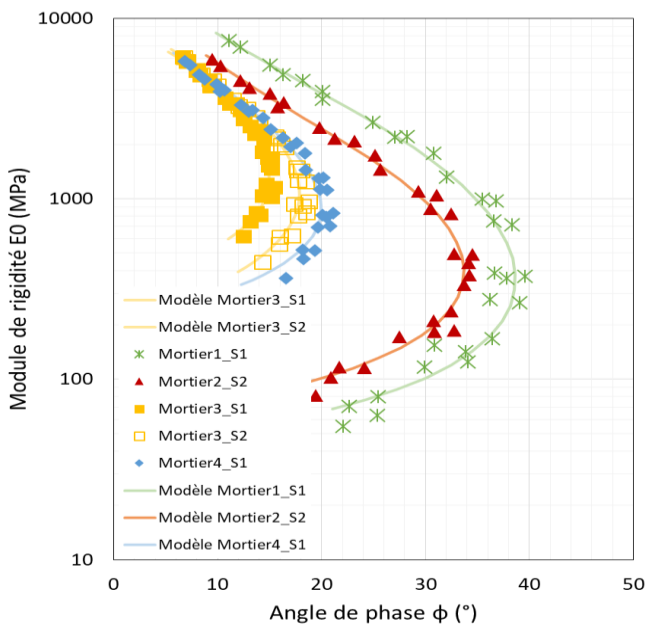
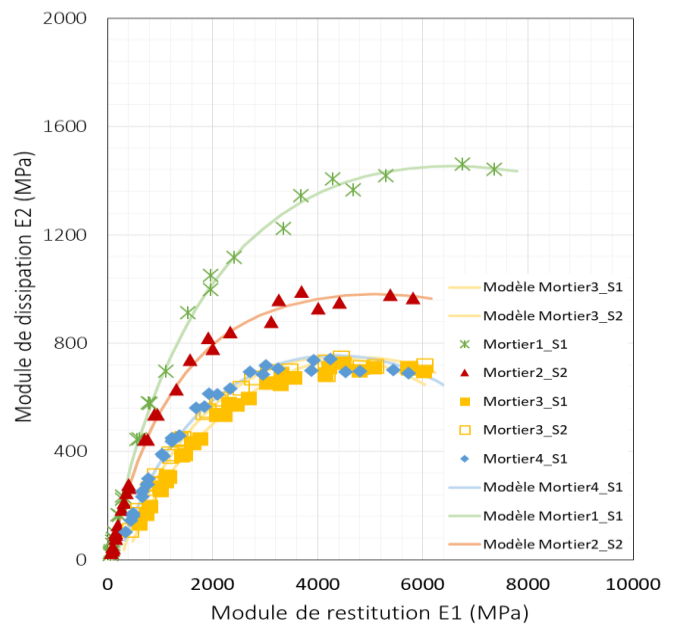


Figure 5. 5- Facteurs de décalage et modèle WLF



(a)



(b)

Figure 5. 6 - Données expérimentales et modèle des courbes maîtresses (Tréf =25°C) : a) module de rigidité ; b) angle de phase.

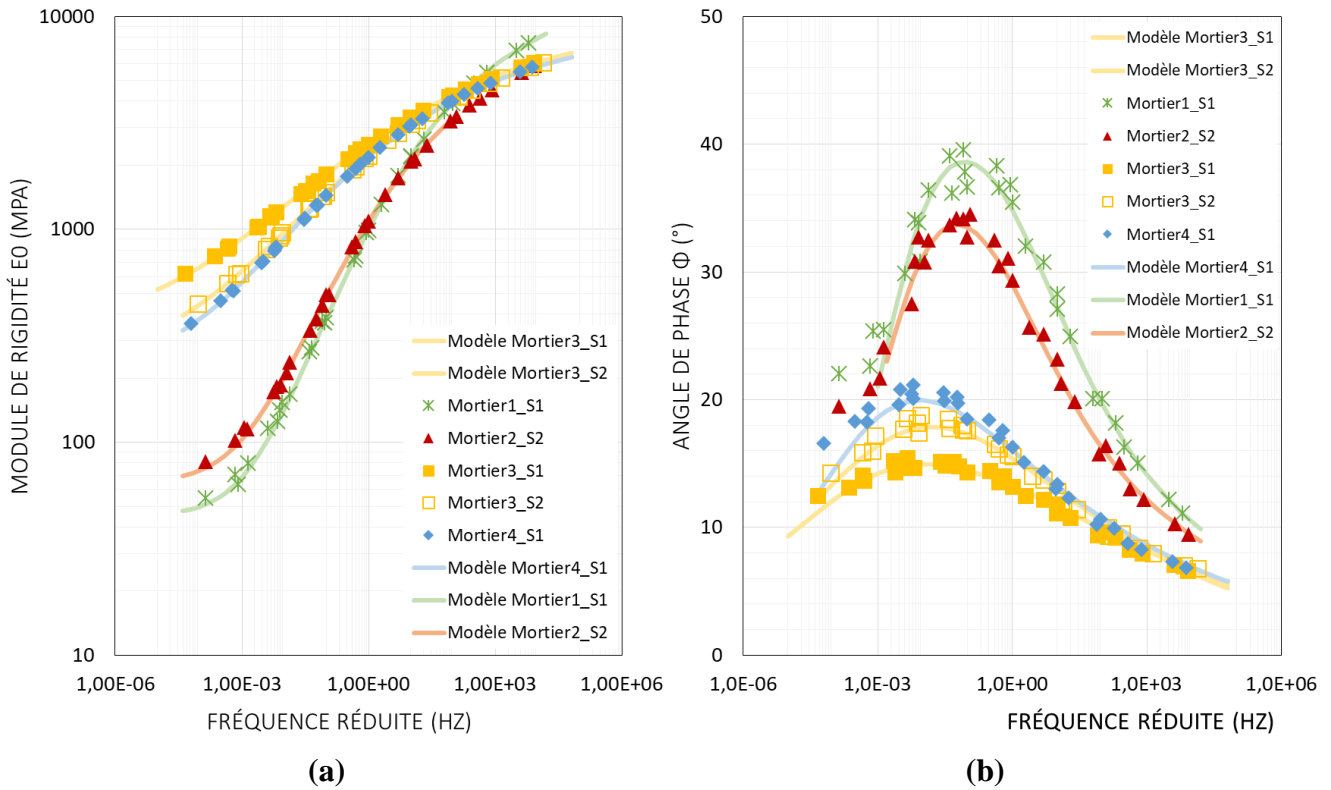


Figure 5. 7 - Données expérimentales et modèle des courbes maîtresses (Tréf =25°C) : a) module de rigidité ; b) angle de phase.

L'écart normalisé entre les valeurs observées et modélisées du module de rigidité est illustré à la figure 5.6, qui a été obtenu à l'aide de l'équation suivante :

$$devE0 = \frac{E0, mis - E0, mod}{E0, mod} \quad (5.4)$$

Où $E0, mis$ et $E0, mod$ sont les valeurs du module de rigidité mesurées et obtenues en appliquant le modèle 2S2P1D, respectivement.

DevE0 est généralement inférieur à 6% à toutes les fréquences réduites, ce qui dénote l'efficacité du modèle 2S2P1D-HY pour prédire le module de rigidité des mortiers.

La figure 5.8 montre la différence entre les valeurs d'angle de phase mesurées (φ_{mis}) et celles obtenues par le modèle (φ_{mod}). Cette différence est généralement de $\pm 2^\circ$, ce qui indique que le modèle 2S2P1D-HY estime efficacement l'angle de phase.

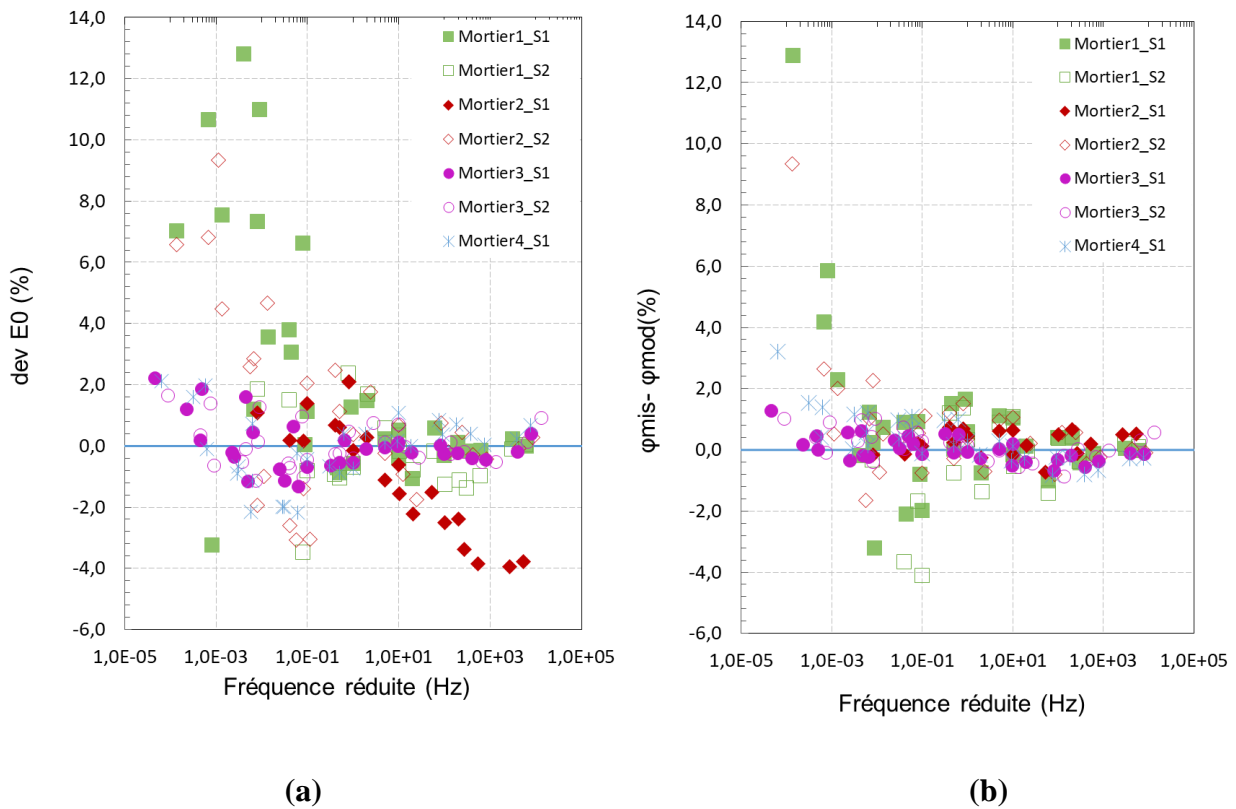


Figure 5. 8 - a) écart du module de rigidité normalisé ; b) écart de l'angle de phase.

5.3 L'essais de linéarité

Les résultats des essais de linéarité, présentées à la tableau 5.2, ont été créées pour l'éprouvette Mortier1_S1, en distinguant les données obtenues à une fréquence d'essai de 1Hz et de 10Hz, pour les différents niveaux de déformation considérés. En outre, les valeurs des quantités calculées (E_0 , φ , E_1 et E_2) ont été tracées en fonction de l'amplitude de la déformation, mettant en évidence les lignes de tendance respectives (Figure 5.7). A partir de cette analyse, il est possible d'obtenir la pente de la ligne de tendance des différentes grandeurs (E_0 , φ , E_1 et E_2) et par extrapolation les valeurs théoriques correspondant à une déformation de $0 \mu\text{m/m}$.

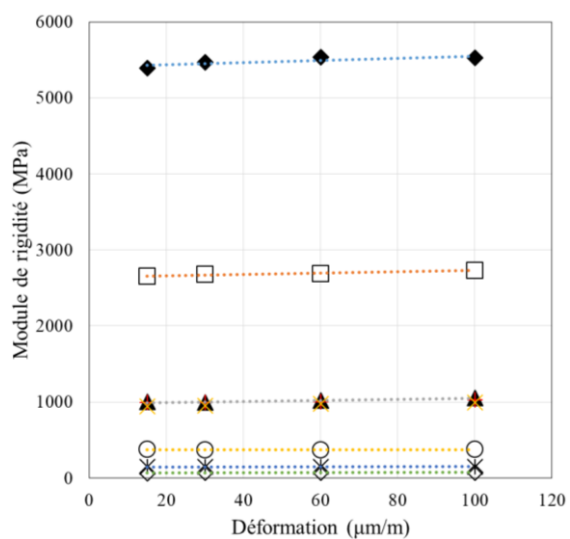
Chapitre 5 : Influence du module complexe sur le comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froid.

Tableau 5. 2- les résultats des essais de Linéarité : (a)1Hz et (b) 10Hz pour Mortier1_S1

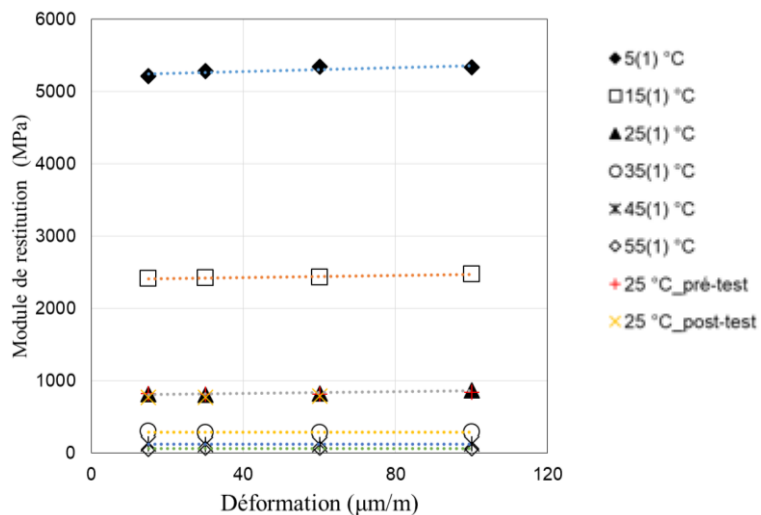
	Température [°C]	fréquence [hz]	E1 [Mpa]	E2 [Mpa]	E [Mpa]	d_E [°]	d_Ecorr [°]	Teff. [°C]	réduit fréqu. [hz]
5 °C	5	10	7360	1443	7500	11,41	11,10	5,0	6187,099827
	5	5	6755	1461	6911	12,36	12,20	5,0	3093,549914
	5	1	5289	1418	5476	15,04	15,01	5,0	618,7099827
	5	0,5	4680	1366	4875	16,29	16,27	5,0	309,3549914
	5	0,1	3346	1224	3563	20,09	20,09	5,0	61,87099827
15 °C	15	10	4285	1406	4510	18,48	18,17	15,0	198,7472668
	15	5	3676	1345	3914	20,25	20,09	15,0	99,37363339
	15	1	2403	1117	2650	24,97	24,94	15,0	19,87472668
	15	0,5	1954	998	2194	27,08	27,06	15,0	9,937363339
	15	0,1	1114	697	1314	32,02	32,02	15,0	1,987472668
25 °C	25	10	1954	1050	2218	28,57	28,26	25,0	10
	25	5	1532	912	1783	30,92	30,76	25,0	5
	25	1	810	577	994,4	35,47	35,44	25,0	1
	25	0,5	604	448	751,8	36,61	36,59	25,0	0,5
	25	0,1	310	231	386,3	36,65	36,65	25,0	0,1
35 °C	35	10	776	580	968,8	37,12	36,81	35,0	0,892293505
	35	5	564	446	718,6	38,48	38,32	35,0	0,446146752
	35	1	287	223	363,5	37,88	37,85	35,0	0,08922935
	35	0,5	223	163	276,8	36,21	36,19	35,0	0,044614675
	35	0,1	132	79	153,7	30,86	30,86	35,0	0,008922935
45 °C	45	10	286	237	371	39,88	39,57	45,0	0,08016553
	45	5	207	168	266	39,24	39,08	45,0	0,040082765
	45	1	118	79	142	33,88	33,85	45,0	0,008016553
	45	0,5	101	58	117	29,89	29,87	45,0	0,004008277
	45	0,1	57	27	63	25,39	25,39	45,0	0,000801655
55 °C	55	10	135	100	168	36,74	36,43	55,0	0,013644678
	55	5	103	70	125	34,26	34,10	55,0	0,006822339
	55	1	72	34	80	25,49	25,46	55,0	0,001364468
	55	0,5	65	27	71	22,64	22,62	55,0	0,000682234
	55	0,1	51	21	55	22,07	22,07	55,0	0,000136447

Chapitre 5 : Influence du module complexe sur le comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froid.

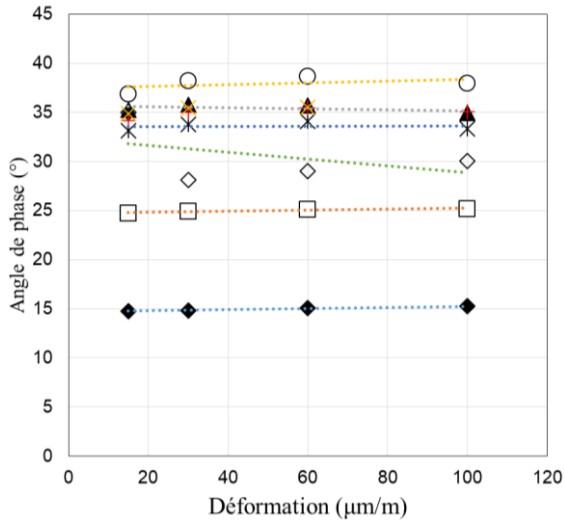
25 °C_pré-test	25	10	1933	1041	2195	28,62	28,31	25,0
	25	5	1509	897	1756	30,89	30,73	25,0
	25	1	801	565	979,9	35,25	35,22	25,0
	25	0,5	607	439	749,1	35,89	35,87	25,0
	25	0,1	321	225	391,9	35,12	35,12	25,0
25°C_aprè-test	25	10	1848	1021	2111	28,92	28,92	25,0
	25	5	1463	884	1709	31,13	31,13	25,0
	25	1	768	549	944,1	35,57	35,57	25,0
	25	0,5	573	425	713,3	36,54	36,54	25,0
	25	0,1	286	218	360	37,28	37,28	25,0



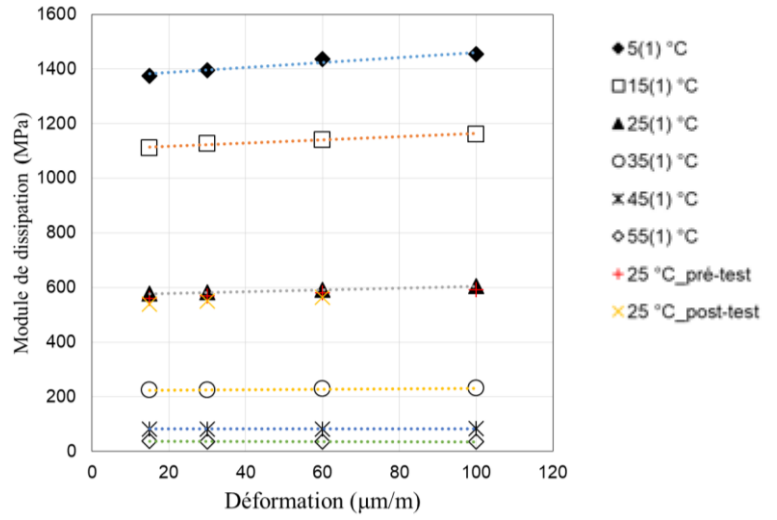
(a)



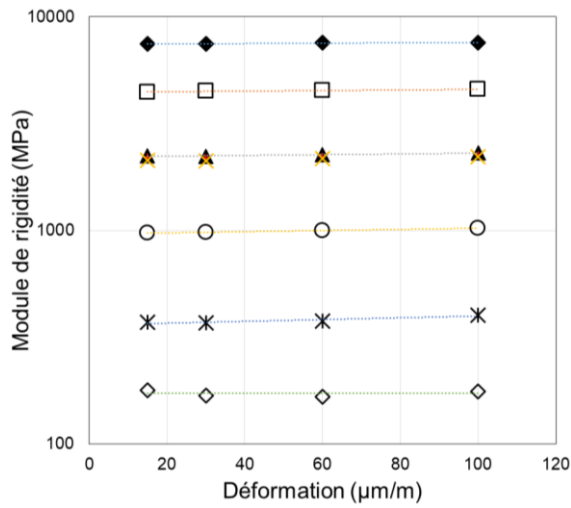
(b)



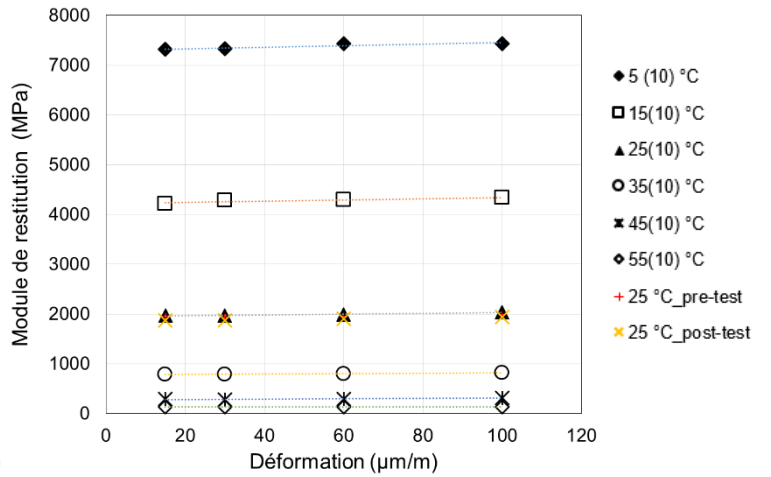
(c)



(d)



(e)



(f)

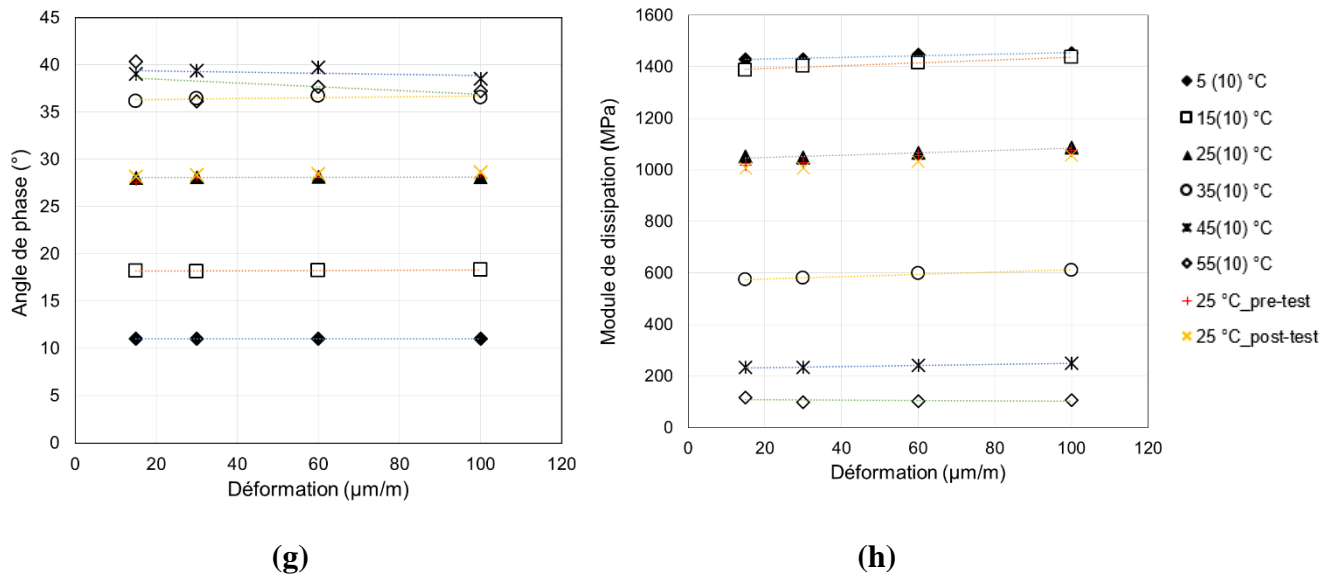


Figure 5. 9- En fonction de l'amplitude de la déformation : a) E0 ; b) E1 ; c) ϕ ; d) E2 pour une fréquence de 1 Hz ; e) E0 ; f) E1 ; g) ϕ ; h) E2 pour 10 Hz, (Mortier 1_S1).

Pour l'étude de linéarité, les directions le long desquelles il y a une variation du module et de l'angle de phase en fonction de l'amplitude de la déformation ont été analysées.

Ces directions ont été mises en évidence en dessinant des lignes de tendance sur le plan de l'Espace Black (Figure 5.8 et 5.10). En parallèle, la même analyse a été réalisée en considérant le diagramme de Cole-Cole et en vérifiant les directions dessinées par la variation d'E1 et E2 (Figure 5.9 et 5.11). La figure 5.8 et la figure 5.9 montrent, avec les résultats des essais de linéarité, les modèles obtenus en analysant les essais de module complexe à la déformation de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$.

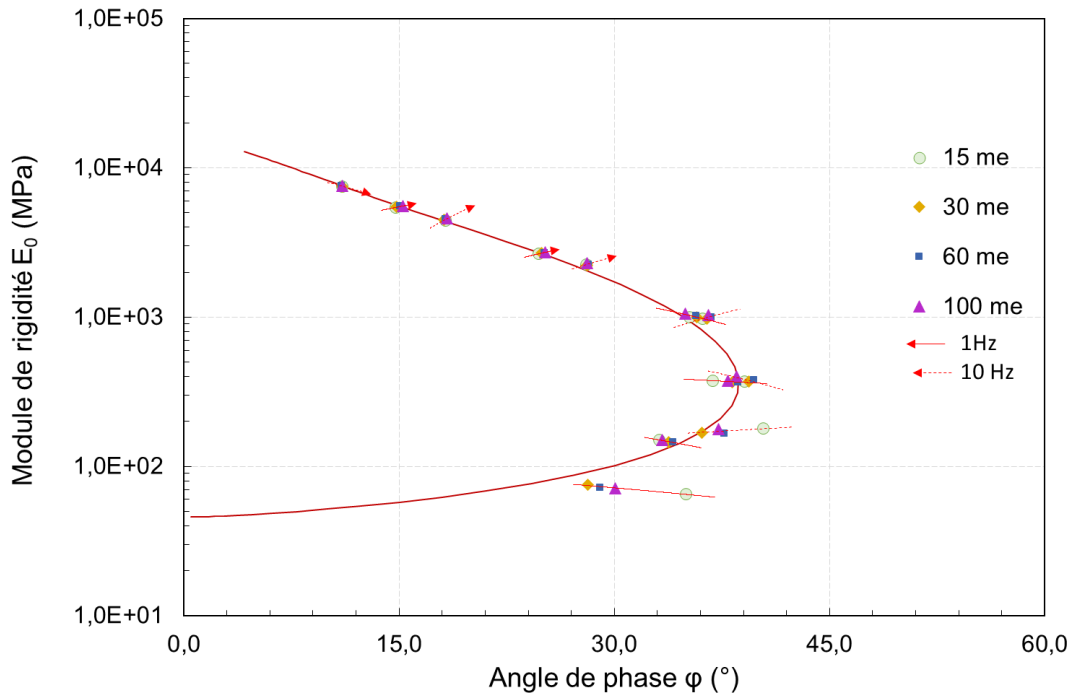


Figure 5. 10- Directions de non-linéarité sur l'espace Black, pour Mortier1_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$.

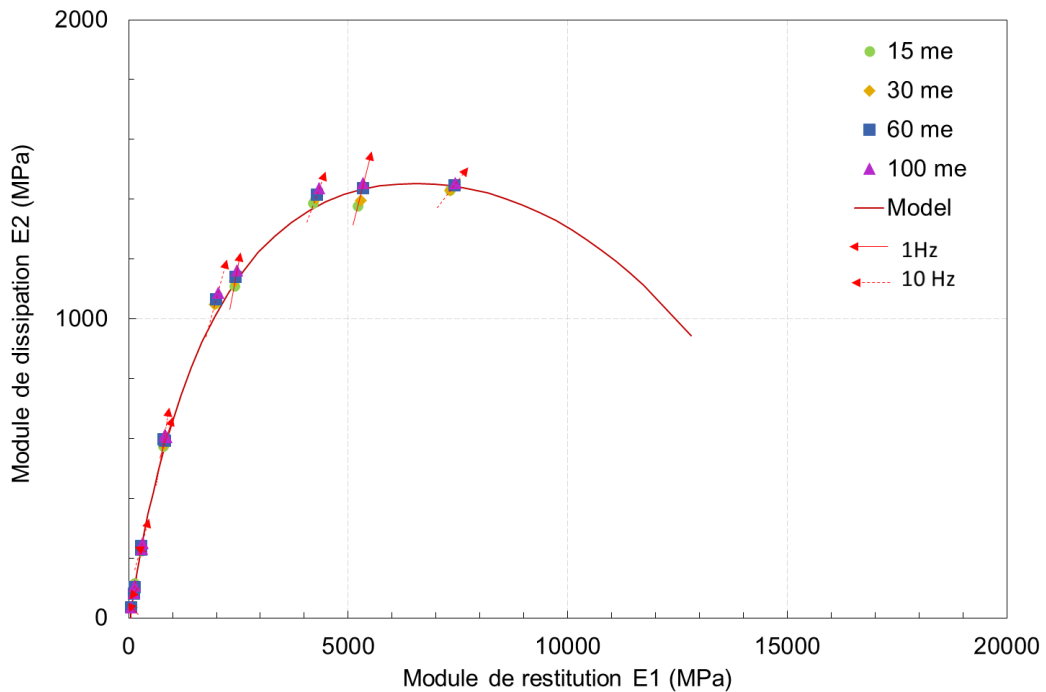


Figure 5. 11 - Directions de non-linéarité sur le diagramme de Cole pour Mortier1_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m}/\text{m}$.

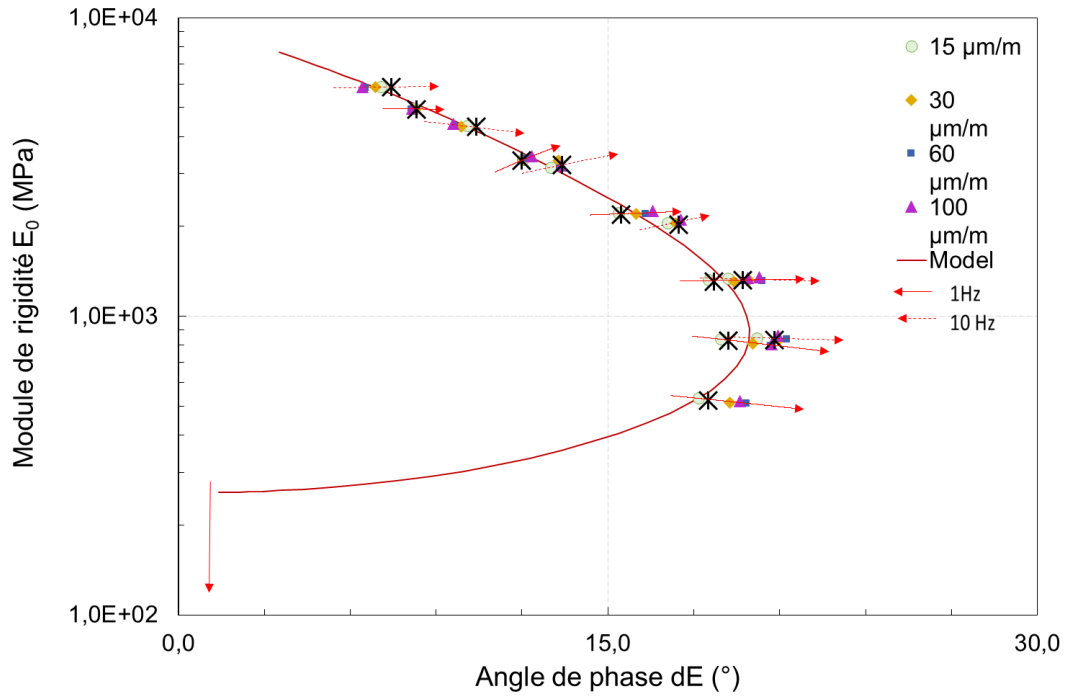


Figure 5. 12- Directions de non-linéarité sur l'espace Black, pour Mortier4_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m/m}$.

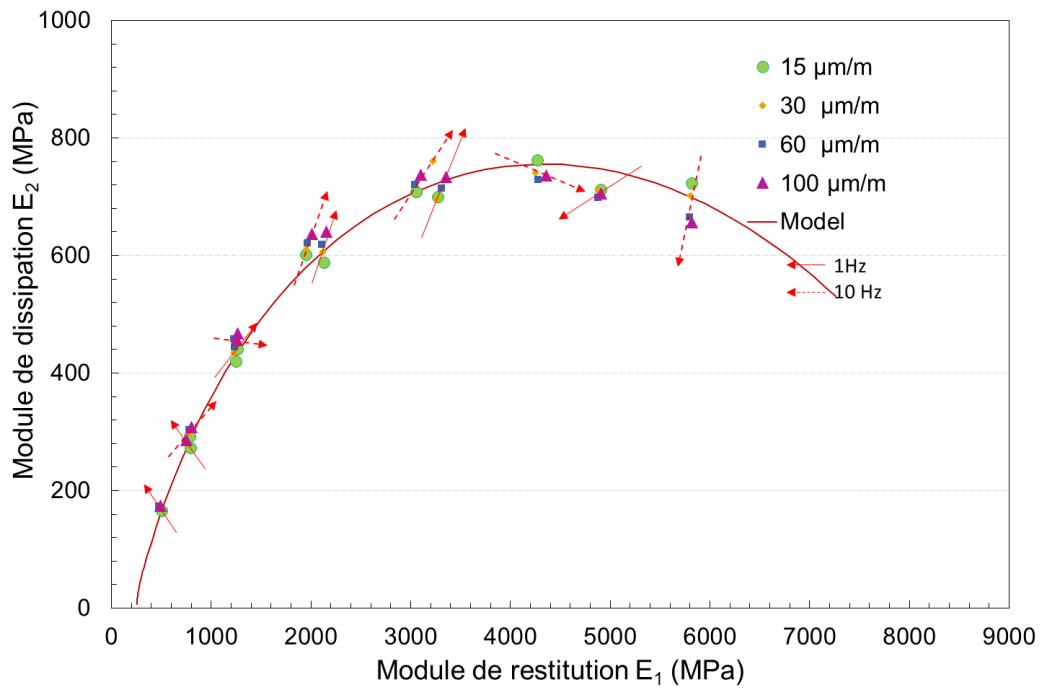


Figure 5. 13- Directions de non-linéarité sur le diagramme de Cole pour Mortier4_S1 et le modèle 2S2P1D-HY correspondant à la déformation d'essai de 30 $\mu\text{m/m}$.

Si le matériau avait été testé à un niveau de déformation différent de celui choisi, l'orientation des lignes de tendance impliquerait la direction et le sens du déplacement, que le matériau afficherait dans ses résultats expérimentaux.

5.4 Conclusion

L'objectif principal visé dans ce chapitre étant l'étude du comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froid et la caractérisation de la réponse mécanique des mortiers produits avec différents types d'émulsion de bitume et différents types de granulats. La réaction rhéologique de ces matériaux dépend fortement de leur composition en termes de dosage en liant bitumineux et cimentaire, du comportement rhéologique du liant bitumineux et du vieillissement. L'objectif est donc d'évaluer les effets que les différents types d'émulsion et la nature minéralogique différente des agrégats provoquent sur le comportement rhéologique des mortiers. Dans une première partie de l'expérience, des essais de module complexe ont été réalisés afin d'analyser la réponse à la déformation du matériau par la construction de courbes maîtresses. En utilisant le modèle rhéologique 2S2P1D-HY, les modèles rhéologiques de tous les mortiers étudiés ont également été construits.

Dans la deuxième partie du programme expérimental, des tests de linéarité ont été effectués pour étudier la dépendance ou non du module complexe par rapport à l'amplitude de la déformation appliquée dans le domaine linéaire viscoélastique (LVE).

Les conclusions suivantes ont pu être tirées des résultats des tests :

- ✓ Les mortiers testés ont un comportement dépendant de la température et de la fréquence. En outre, ils sont thermorhéologiquement simples et le principe de superposition temps-température peut être considéré comme valide.
- ✓ Les valeurs de module rigidité pour tous les mortiers bitumineux étudiés sont supérieures à 50 Mpa (55 - 7600 Mpa). Il est possible de distinguer deux groupes de matériaux caractérisés par des comportements rhéologiques distincts : le mortier 1 et le mortier 2, produits avec du sable de quartz, sont caractérisés par une dépendance à la température et des variations d'angle de phase plus élevées dans le domaine de température et de fréquence étudié que le mortier 3 et le mortier 4, produits avec du sable

calcaire. Ainsi, les deux premiers mortiers présentent un comportement plus visqueux, plus proche de celui des matériaux bitumineux traditionnels, tandis que les deux derniers mortiers ont un comportement plus élastique, plus proche de celui des matériaux cimentaires.

✓ Le modèle 2S2P1D a bien simulé le comportement LVE des mélanges testés. Les résultats de la simulation montrent que le principe d'équivalent temps-température est bien respecté pour tous les mélanges étudiés. Les points expérimentaux forment une courbe unique, ce qui prouve que le modèle 2S2P1D est un outil puissant pour l'étude des matériaux bitumineux dans le domaine viscoélastique linéaire. Le modèle 2S2P1D-HY, qui modifie le modèle traditionnel 2S2P1D pour prendre en compte les phénomènes dissipatifs dus à la présence de liaisons cimentaires et les phénomènes de friction interne, permet de modéliser de manière satisfaisante le comportement rhéologique des mortiers étudiés.

✓ Les paramètres renvoyés par la modélisation rhéologique permettent de confirmer les observations précédentes : les mortiers 1 et 2 présentent des rigidités plus élevées à basse température (hautes fréquences) que les mortiers 3 et 4, qui au contraire enregistrent une rigidité plus élevée à haute température (basses fréquences) que les deux premiers. En outre, les mortiers 1 et 2 confirment un comportement rhéologique plus visqueux que les mortiers 3 et 4.

✓ La caractérisation rhéologique des mortiers étudiés n'a pas révélé d'effets significatifs liés au type d'émulsion. Au contraire, la distinction de ces deux groupes de matériaux est fondamentalement liée à la nature de l'agrégat. L'approfondissement et l'interprétation de ces résultats nécessiteraient des investigations spécifiques supplémentaires sur la microstructure des mortiers, afin d'évaluer clairement l'interaction des agrégats avec l'émulsion.

✓ Les tests de linéarité ont permis d'identifier de petits effets de non-linéarité. En revanche, la composante élastique du module complexe augmente avec l'amplitude de la déformation, ce qui indique une tendance à accumuler des déformations permanentes. Ceci indique que pour caractériser rhéologiquement les mortiers froids, il serait plus correct d'effectuer des essais en traction-compression au lieu du régime de compression seule comme ceux considérés.

6. Conclusions générales et perspectives

Ce travail de recherche a été préparé et réalisé dans sa phase expérimentale à l'école polytechnique de Marche (Italie), par le biais d'une bourse PNE accordée par le ministère de l'enseignement supérieur. Les travaux réalisés rentrent dans le cadre des essais inter laboratoires organisés au sein du groupe de travail 1 de RILEM TC 280-CBE, visant à établir un lien entre les propriétés de l'émulsion de bitume et les mélanges pour les couches structurales. L'objectif principal était d'étudier le comportement de durcissement de quatre mortiers d'émulsion de bitume caractérisés par la composition volumétrique de référence et préparés avec différentes émulsions et sables. Les fractions volumiques des constituants de base (émulsion, sable, eau absorbée, filler, ciment et vides) ont été obtenues en utilisant des hypothèses spécifiques sur la composition du mortier. La composition gravimétrique a ensuite été dérivée de la densité des constituants. Le modèle adopté est flexible et peut être ajusté pour prendre en compte des constituants supplémentaires, comme des ajouts minéraux ou de l'eau de pré-mouillage.

En utilisant la composition de référence et en suivant le protocole de mélange établi dans le cadre des essais inter laboratoires RILEM, les éprouvettes des quatre mortiers testés ont pu être correctement démoulées immédiatement après le compactage et leur résistance et la traction indirecte a pu être mesurée à partir d'un jour de durcissement à 25 °C. Les deux mortiers (mortier 1 et préparés avec du sable de quartz (ont montré un écoulement d'eau non négligeable à la fin du compactage et leur comportement au compactage était significativement différent de celui des mortiers préparés avec du sable calcaire. Ces différences étaient liées à des propriétés géométriques différentes des particules de sable et à leur compatibilité différente avec les émulsions cationiques considérées.

Les différentes investigations effectuées tout au cours de ce travail de recherche nous ont permis d'aboutir aux résultats suivants :

- Le comportement de durcissement des mortiers a été comparé sur la base de l'évolution de la perte d'eau par évaporation et de la résistance à la traction indirecte. Les résultats ont montré que l'augmentation de la résistance était directement liée à l'évaporation de l'eau, ce qui suggère que la rupture de l'émulsion s'est produite principalement par le mécanisme de formation de film. La méthodologie proposée a mis en évidence la compatibilité

différente des trois émulsions avec les deux types de sable et l'effet de l'ajout de latex SBS aux émulsions. Ceci est extrêmement prometteur du point de vue des essais inter laboratoires et de la pré-normalisation ultérieure de la caractérisation du comportement technique des différentes émulsions sur la base des résultats d'essais de mortiers normalisés.

- Le comportement rhéologique des mortiers bitumineux à froid et la caractérisation de la réponse mécanique des mortiers produits avec différents types d'émulsion de bitume et différents types de granulats. La réaction rhéologique de ces matériaux dépend fortement de leur composition en termes de dosage en liant bitumineux et cimentaire, du comportement rhéologique du liant bitumineux et du vieillissement.
- Des essais de module complexe ont été réalisés afin d'analyser la réponse à la déformation du matériau par la construction de courbes maîtresses. En utilisant le modèle rhéologique 2S2P1D-HY, les modèles rhéologiques de tous les mortiers étudiés ont également été construits.
- Des tests de linéarité ont été effectués pour étudier la dépendance ou non du module complexe par rapport à l'amplitude de la déformation appliquée dans le domaine des enrobés à viscosité linéaire (LVE).
 - ✓ Les mortiers testés ont un comportement dépendant de la température et de la fréquence. En outre, ils sont thermoréologiquement simples et le principe de superposition temps-température peut être considéré comme valide.
 - ✓ Les valeurs de module rigidité pour tous les mortiers bitumineux étudiés sont supérieures à 50MPa (55 - 7600 MPa). Il est possible de distinguer deux groupes de matériaux caractérisés par des comportements rhéologiques distincts : le mortier 1 et le mortier 2, produits avec du sable de quartz, sont caractérisés par une dépendance à la température et des variations d'angle de phase plus élevées dans le domaine de température et de fréquence étudié que le mortier 3 et le mortier 4, produits avec du sable calcaire. Ainsi, les deux premiers mortiers présentent un comportement plus visqueux, plus proche de celui des matériaux bitumineux traditionnels, tandis que les deux derniers mortiers ont un comportement plus élastique, plus proche de celui des matériaux cimentaires.
 - ✓ Le modèle 2S2P1D a bien simulé le comportement LVE des mélanges testés. Les résultats de la simulation montrent que le principe d'équivalent temps-température est bien respecté pour tous les mélanges étudiés. Les points expérimentaux forment une courbe unique, ce qui confirme que le modèle 2S2P1D est un outil puissant pour l'étude des

matériaux bitumineux dans le domaine viscoélastique linéaire. Le modèle 2S2P1D-HY, qui modifie le modèle traditionnel 2S2P1D pour prendre en compte les phénomènes dissipatifs dus à la présence de liaisons cimentaires et les phénomènes de friction interne, permet de modéliser de manière satisfaisante le comportement rhéologique des mortiers étudiés.

✓ Les paramètres renvoyés par la modélisation rhéologique permettent de confirmer les observations précédentes : les mortiers 1 et 2 présentent des rigidités plus élevées à basse température (hautes fréquences) que les mortiers 3 et 4, qui au contraire enregistrent une rigidité plus élevée à haute température (basses fréquences) que les deux premiers. En outre, les mortiers 1 et 2 confirment un comportement rhéologique plus visqueux que les mortiers 3 et 4.

✓ La caractérisation rhéologique des mortiers étudiés n'a pas révélé d'effets significatifs liés au type d'émulsion. Au contraire, la distinction de ces deux groupes de matériaux est fondamentalement liée à la nature de l'agrégat. L'approfondissement et l'interprétation de ces résultats nécessiteraient des investigations spécifiques supplémentaires sur la microstructure des mortiers, afin d'évaluer clairement l'interaction des agrégats avec l'émulsion.

✓ Les tests de linéarité ont permis d'identifier de petits effets de non-linéarité. En revanche, la composante élastique du module complexe augmente avec l'amplitude de la déformation, ce qui indique une tendance à accumuler des déformations permanentes. Ceci indique que pour caractériser théologiquement les mortiers froids, il serait plus correct d'effectuer des essais en traction-compression au lieu du régime de compression seule comme ceux considérés.

Perspectives :

Les matériaux utilisés dans le cadre de cette étude pour la préparation de quatre mortiers sont tous issues de carrières étrangères (sable quartzueux d'Allemagne et sable calcaire d'Italie).

Les émulsions de bitumes A, B et C de caractéristiques possèdent les mêmes caractéristiques que celles produites par l'entreprise Naphtal (Algérie).

Dans la perspective de bien étudier les mortiers à émulsion de bitume à froid en Algérie :

1. Il y a lieu de procéder à l'élaboration d'un guide pratique de renforcement Algérien incluant les performances des mortiers d'émulsions de bitume à froid avec ajout de

polymères modifiés, permettant de compléter les travaux insuffisants sur le guide de renforcement des enrobés bitumineux publié par le ministère des travaux publics (Direction des Routes), Juin 1992.

2. Valorisation des sables d'origine calcaires existants existants en grande quantité dans la frange Nord d'Algérie pour l'utilisation des mortiers à émulsion de bitume..

3. Utilisation de différentes variantes d'émulsions de bitume modifié dans l'amélioration des performances mécaniques des mortiers à émulsion de bitume à froid dans l'entretien routier et les couches de liaison des infrastructures routière telles que :

- Modifiés par des polymères du type SBS (styrène butadiène styrène)
- Modifiés par des polymères : poudres de caoutchouc (recyclage des pneus)
- Projeter des essais de simulation sur le vieillissement des mortiers à émulsion de bitume à froid en comparaison à d'autres essais aux enrobés bitumineux (à chaud ou à froid) .

7. Références bibliographiques

- Addala, F. (1989). Etude du comportement rhéologique des bitumes à moyenne et basse température. Mise au point d'un nouvel essai de torsion-compression d'éprouvette creuse (T.E.C.). Thèse présentée à l'institut National de Sciences Appliquées.
- Afnor, (2004) .NF T66-066, Liants hydrocarbonés - Détermination de l'indice d'acide d'un bitume - Méthode potentiométrique.
- Afnor, (2007) .NF EN 1426, Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille.
- Afnor, (2007). NF EN 1427, Bitumes et liants bitumineux - Détermination du point de ramollissement - Méthode Bille et Anneau.
- Afnor, (2012). Norme NF EN 12697-26 : Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud : module de rigidité.
- Afnor, (2014). Norme NF P 98-121, Assises de chaussées - Grave émulsion - Définition - Classification - Caractéristiques - Fabrication - Mise en oeuvre. *Airfield Pavement. Asphalt Professional*, 58(4), 18-24.
- Anderson. D.A, Marasteanu, M.O, Champion-Lapau. L, LE .Hir. Y. Martin. D. Planche J-P (2000). ‘ ‘ Lo –temperture thermal cracking of asphalt binders as ranked by strength and fracture properties.’ ’. 2nd EuropeenEurobitume and Euroasphalt C. Barcelone .Congress.
- Article de Wikipédia, l'encyclopédie libre.
- Asphalt Academy, (2002). The design and use of foamed bitumen-treated materials. *Interim Technical Guideline No. 2*, Pretoria, South Africa, 2002.
- Baumgardner, G.L. (2006). Asphalt emulsion manufacturing today and tomorrow, *Asphalt Emulsion Technology*, 16-25.
- Becher, P. (1965). *Emulsions theory and practice*, 2nd edition, Reinhold Publ. (Corp. Chapman & Hall, New York London).
- Béghin, A., et al. (2012). Comportement et étude des graves-émulsion - Coopération public-

- privé - Mûrissement et évolution temporelle des propriétés de l'enrobé et des caractéristiques du 186 liant. R.G.R.A., no. n°902, pp. 54–62.
- Bennert, T., Reinke, G., Mogawer, W., & Mooney, K. (2010). Assessment of workability and compatibility of warm-mix asphalt. *Transportation research record*, 2180(1), 36-47.
- Bérubé, M.A. (2019). Évaluation de l'impact des fines sur la résistance à l'arrachement des traitements de surface et caractérisation des mastics bitumineux des matériaux à base d'émulsion de bitume. Thèse de doctorat. (École de technologie supérieure université du Québec, Montréal).
- Bitumen, S. (1990). *The Shell bitumen handbook* (p. 232). Shell Bitumen UK.
- Brosseaux, Y. (2008). Warm asphalt - overview in France," *Warm-mix Asph. (Int. Conf. Nashville, USA)*.
- Buttlar, W.G., Bozkurt, D., Alkhateeb, G.G., Waldhoff, A.S., (1999): "Understanding asphalt mastic behaviour through micromechanics". *Transportation Research Record*, vol 1681, 1999 .pp 157-169.
- Chen, J.S., Peng, C.H. (1998): "Analyses of Tensile Failure Properties of Asphalt-Mineral Filler Mastics". *Article. Journal of Materials in Civil Engineering*. pp 256-262.
- Čížková, Z., Valentin, J., Suda, J., Krpálek, O., Simnofske, D., & Batista, F. (2014). Report on Durability of cold-recycled mixes: Test procedures for stiffness determination. no. September.
- Cominsky, R. J., Huber, G. A., Kennedy, T. W., & Anderson, M. (1994). *The Superpave mix design manual for new construction and overlays* (No. SHRP-A-407). Washington, DC: Strategic Highway Research Program.
- Corté, J. F., & Di Benedetto, H. (Eds.). (2004). *Matériaux routiers bitumineux : description et propriétés des constituants*. Lavoisier.
- Cours de chimie organique, minérale et structurale, <http://www.ac-nancy-metz.fr/enseign/Physique/chim/jumber/default.htm>.

- Cupa-Pagano . M.D'andra . A. Cantisani. G .(1997) ‘‘The role of filler in bituminous mastics and concretes’’. *Mechanical Tests for Bituminous Materials* . Di Benedetto and Francken (eds) .P 485-492.
- De La Roche, C and Serfass, J.P. (2012).Comportement et étude des graves-émulsion - Acquis, perspectives et suites proposées,’’ *R.G.R.A.*, no. N°902.
- De la Roche, C., Van de Ven, M., Planche, J. P., Van den Bergh, W., Grenfell, J., Gabet, T., ... & Ruot, C. (2013). Hot recycling of bituminous mixtures.In *Advances in Interlaboratory Testing and Evaluation of Bituminous Materials* (pp. 361-428).Springer, Dordrecht.
- Des Essarts, A. F. (2016). Etude du comportement des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre. Thèse de doctorat. (Doctoral dissertation, Université Paris-Est).
- Durand , A. Sutton, O. Morel ,J. Muller . G.(1997) :’’ Investigation on bitumen polymer filler interactions and rheological properties of mastics ‘’,*Mechanical Tests for bituminous Materials* .Proceeding of the 5th International RILEM symposium .Lyon 14-16 mai 1997 , pp 173-178.
- Durrieu, F. (1977). Contribution à l'étude de la tensio-activité cationique des bitumes routiers, rapport de recherche LPC n°66, Editions Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.
- El Beze, L. (2008). Recyclage à chaud des agrégats d'enrobés bitumeux: identification de traceurs d'homogénéité du mélange entre bitume vieilli et bitume neuf d'apport. Thèse de doctorat. (Doctoral dissertation, Aix-Marseille 3).
- Eurobitume. (2015). *The bitumen industry - A global perspective* (3e éd.). Lexington, KY: Asphalt Institute.
- Fang, X. (2016). A Fundamental research on cold mix asphalt modified with cementitious materials. Thèse de doctorat. (Doctoral dissertation, ETH Zurich).
- Ferry, J. D. (1980). *Viscoelastic properties of polymers* (3rd ed.). New York, NY: JohnWiley.
- Francqueville G. *La Technologie du Béton*. Degussa Construction Chemicals France Guf\Formation\Béton\Technobeton, V05, 111 p.

- Gaudefroy, V., Gros, A., Chailleux, E., Bouron, S., & Laguerre, L. (2013). Utilisation de la technique par propagation d'ondes ultrasonores pour l'évaluation de la rigidité de matériaux bitumineux routiers. *Revue des composites et des matériaux avancés*, 23(1), pp-139.
- Godenzoni, C. (2017). Multiscale Rheological and Mechanical characterization of Cold Mixtures (Université Politecnica Delle Marche, Italie).
- Godenzoni, C., Graziani, A., & Corinaldesi, V. (2016). The influence mineral additions on the failure properties of bitumen emulsion mortars. In 8th RILEM International Conference on Mechanisms of Cracking and Debonding in Pavements (pp. 327-333). Springer, Dordrecht.
- Goyer, S. Dauvergne, M. Wendling, L. Fabre, J. c. De La Roche, C and Gaudefroy, V. (2012). Environmental evaluation of gravel emulsion," *Int. Symp. Life Cycle Assess. Constr.*, no. 2, pp. 170–178.
- Graziani, A., Godenzoni, C., Cardone, F., Bocci, E., & Bocci, M. (2017). An application of the Michaelis–Menten model to analyze the curing process of cold recycled bituminous mixtures. *International Journal of Pavement Research and Technology*, 10(1), 62–74. <https://doi.org/10.1016/j.ijprt.2016.09.002>.
- Grilli, A., Bocci, M., & Tarantino, A. M. (2013). Experimental investigation on fiber-reinforced cement-treated materials using reclaimed asphalt. *Construction and Building Materials*, 38, 491-496.
- Grilli, A., Graziani, A., & Bocci, M. (2012). Compatibility and thermal sensitivity of cement–bitumen-treated materials. *Road Materials and Pavement Design*, 13(4), 599-617.
- Gubler, R., Hugener, M., Partl, M.N., Angst, C. (1997): "Comparison of different approaches in standardization and characterisation of bituminous binders". Mechanical tests for bituminous Materials. Recent Improvements and Future Prospects. Proceedings of the 5th International RILEM Symposium. Lyon 1997.
- Guide des renforcements (1992) : "Fascicule 2 : Technique de renforcement". Ministère de l'équipement, Direction des routes (Algérie).

- HMDB: Showing metabocard for 1,3-Diaminopropane (HMDB000002), <http://www.hmdb.ca/metabolites/HMDB000002>.
- Hornych, P., Gaudefroy, V., Geffard, J. L., & Goyer, S. (2009). Study of the mechanical behaviour of gravel-emulsions using triaxial tests. In *Advanced Testing and Characterization of Bituminous Materials, Two Volume Set* (pp. 655-666). CRC Press.
- James, A. (2002). Cold mix design in North America. Rep. No.CME-02, Akzo Nobel, 701.
- James, A.D. (2008). Phosphoric acid in emulsions, présentation.
- Jenkins, K. J. (2000). Mix design considerations for cold and half-warm bituminous mixes with emphasis of foamed bitumen. Thèse de doctorat. (Doctoral dissertation, Stellenbosch: Stellenbosch University).
- Jensen, O. M., & Hansen, P. F. (2001). Water-entrained cement-based materials - I. Principles and theoretical background. *Cement and Concrete Research*, 31(4), 647–654. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00463-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00463-X).
- Kettab .R (2007) :''Contribution à la valorisation du sables de dunes''. Thèse de Doctorat d'état en Génie Civil .Ecole Nationale Polytechnique d'Alger (Algérie).
- Kim, Y., & Lee, H. D. (2006).Development of mix design procedure for cold in-place recycling with foamed asphalt. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 18(1), 116-124.
- La Roche, C. D. (1996). Module de rigidité et comportement en fatigue des enrobés bitumineux: expérimentations et nouvelles perspectives d'analyse .Thèse de doctorat. (Doctoral dissertation, Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris).
- Lambert, M. (2018). Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation. Thèse de doctort. (Doctoral dissertation, Limoges).
- Larpent, C. (1995). Tensioactifs, n°K 342, Editions techniques de l'ingénieur.
- Le Coroller, A., (1999). Emulsion Caters To Roads Around The World. *Routes Road -PIARC Magazine*, No. 304, pp. 88-91.

- Lesueur ,D., Little, D.N , Shashidar ,N., Shenoy, A., (1999):'Effect of hydrated lime on rheology,fracture, and aging of bitumen''. Transportation Research Record .Vol.1661 .pp 93-105.
- Lesueur, D. (2009). The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and the mechanisms of bitumen modification, *Advances in Colloid and Interface Science*, 145 (1-2), 42-82.
- Lesueur, D., & Potti, J. J. (2004). Cold mix design: A rational approach based on the current understanding of the breaking of bituminous emulsions. *Road Materials and Pavement Design*, 5(January), 65–87. <https://doi.org/10.1080/14680629.2004.9689988>.
- Little, D. N., & Petersen, J. C. (2005). Unique effects of hydrated lime filler on the performance-related properties of asphalt cement: physical and chemical interactions revisited. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 17(2), 207-218.
- Little, D. N., Button, J. W., & Epps, J. A. (1983). Structural properties of laboratory mixtures containing foamed asphalt and marginal aggregates. *Transportation Research Record*, 911, 104-113.
- Maccarrone, S. Holleran, G and. Ky, A (1994). Cold asphalt systems as an alternative to hot mix," *Proceedings of the 9th AAPA international Asphalt conference*. Australia: AAPA.
- Maccarrone, s., holleran, g., leonard, d. J., & hey, s. (1994). Pavement recycling using foamed bitumen. In *17th arrb conference, gold coast, queensland, 15-19 august 1994; proceedings; volume 17, part 3*.
- Macnaughton, J., Landers, S., & Gunter, M. (2012). Development of a Sustainable Road Surfacing Policy for Provincial Highways in New Brunswick. In *2012 conference and exhibition of the transportation association of Canada-transportation: innovations and opportunities*.
- Miljković, M. (2015). Influence of bitumen emulsion and reclaimed asphalt on mechanical and pavement design-related performance of asphalt mixtures. Thèse de doctorat. (Doctoral dissertation, LehrstuhlfürVerkehrswegebau der Ruhr-Universität Bochum).

- Miller, J. E. (1987). Chip Sealing in New Brunswick. Transportation Research Record (TRB), (1115).
- Ministry of Transportation, (1972). TRH 7: The Use of Bitumen Emulsion in Road Construction and Maintenance. Road maintenance. Pretoria, South Africa, 1972
- Molenaar.J.M.M. Voskuilen. J.L.M., Bothmer .J.J., ‘ Effects of filler aggregate on rheological properties of mastics ‘. Mechanical Tests for Bituminous Materials.Proceeding of the 5th International Rilem Symposium .Lyon 14-16 mai 1997.pp. 173 -178.
- Nagelm, H. a., & Al-Busaltan, S. (2013). Fast Curing Cold Mix Asphalt for Highways and
- Nassar, A. I., Mohammed, M. K., Thom, N., & Parry, T. (2016).Mechanical, durability and microstructure properties of Cold Asphalt Emulsion Mixtures with different types of filler. Construction and Building Materials, 114, 352-363.
- Needham, D. (1996). Developments in bitumen emulsion mixtures for roads. Thèse de doctorat .(Doctoral dissertation, University of Nottingham).
- Nguyen, D.T. (2006). Prédiction des déformations permanentes des couches de surface des chaussées bitumineuses » thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Ojum, C. K. (2015). The design and optimisation of cold asphalt emulsion mixtures. Thèse de doctorat.(Doctoral dissertation, University of Nottingham).
- Oke, O. O. (2011). A study on the development of guidelines for the production of bitumen emulsion stabilised RAPs for roads in the tropics. Thèse de doctorat.(Doctoral dissertation, University of Nottingham).
- Olard, F., & Di Benedetto, H. (2003). General “2S2P1D” model and relation between the linear viscoelastic behaviours of bituminous binders and mixes. Road materials and pavement design, 4(2), 185-224.
- Ouyang, J., Meng, Y., Tang, T., Miljković, M., & Tan, Y. (2021). Characterization of the drying behaviour of asphalt emulsion. Construction and Building Materials, 274. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122090>.

- Peltier, R., & Rumpler, A. H. (1959). Manuel du laboratoire routier. Dunod.
- Pincon.M.A (1967) “ Etude granulométrique et essai de classification du sable.Revue Générale des routes et aérodromes .N°442, 3 Juin 1967 Paris , p 63-76.
- PUCCT, T. (2000). Approche prévisionnelle de la fissuration par sollicitation thermique des revêtements bitumineux, (Thèse de doctorat EPFL Lausanne).
- Ramond.G ; LaradiN ,Pastor M .(2000) :“ Caractéristiques de bitume utilisés en Algérie “ .Bulletin des Laboratoires de Ponts et Chaussées 225 –Mars –Avril 2000 –REF 4245.
- Raschia, S., Perraton, D., Graziani, A., & Carter, A. (2020a). Influence of low production temperatures on compactability and mechanical properties of cold recycled mixtures. *Construction and Building Materials*. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117169>.
- Redelius, P., Östlund, J. A., & Soenen, H. (2016). Field experience of cold mix asphalt during 15 years. *Road Materials and Pavement Design*, 17(1), 223-242.
- Roberts, F. L., Engelbrecht, J. C., & Kennedy, T. W. (1984). Evaluation of recycled mixtures using foamed asphalt. *Transportation Research Record*, 968, 78-85.
- SABITA, (1993). Manual 14: GEMS – The design and use of granular emulsion mixes. Roggebaai, South Africa.
- Salomon, D.R. (2006). Asphalt emulsion technology. Transportation Research Board, Washington, D.C.
- Serfass, J. P. (2002). Emulsion cold mixes specific features and a new design method. In *Symp.Emuls.-based cold Mix.3rd world Congr.Emuls.Lyon, Fr., p. p (pp. 93-111)*.
- Serfass, J. P., Poirier, J. E., Henrat, J. P., & Carbonneau, X. (2004). Influence of curing on cold mix mechanical performance. *Materials and structures*, 37(5), 365-368.
- SFERB. (1988). Syndicat des Fabricants d'Émulsions Routières de Bitume: Les émulsions de bitume - généralité, application (2 éd.). Lyon, France: Union des syncatsdel'industrie routière française.

- Sunarjono, S. (2008). The influence of foamed bitumen characteristics on cold-mix asphalt properties. Thèse de doctorat.(Doctoral dissertation, University of Nottingham).
- Syndicat Français des Emulsions Routières de bitume (SFERB) (2006), Les émulsions de bitume - généralités, applications, Editions Revue Générale des Routes et des Aérodrômes (RGRA).
- Thanaya, I. N. A. (2003).Improving the Performance of Cold Bituminous Emulsion Mixtures (CBEMs): Incorporating Waste Materials (Doctoral dissertation, University of Leeds (School of Civil Engineering)).
- Thanaya, I. N. A. (2007). Review and recommendation of cold asphalt emulsion mixtures CAEMS design. *Civil Engineering Dimension*, 9(1), 49-56.
- Thanaya, I. N. A., Zoorob, S. E., & Forth, J. P. (2009, February).A laboratory study on cold-mix, cold-lay emulsion mixtures.In *Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Transport* (Vol. 162, No. 1, pp. 47-55).Thomas Telford Ltd.
- TRIQUIGNEAUX, J. P., & VALERY, L. (2004). Biochape®-Grave-émulsion de recyclage innovante. Une expérimentation réalisée en Haute-Garonne. *Revue générale des routes*, (833), 63-68.
- Triquigneaux, J. P., Wendling, L., Odie, L., Claudel, D., & Gaudefroy, V. (2012). Comportement et étude des graves-émulsion : Coopération public-privé : Essai Duriez : teneurs en vides, performances mécaniques, sensibilité à l'eau et caractérisation des liants extraits. *Revue générale des routes et de l'aménagement*, (901), 62-65.
- Valentin, J. Snížek, V Hradil, J and Engels, M (2012). Guide for using suitable eco-balance tools to evaluate the environmental compatibility of cold recycling CEDR : Recycling : Road construction in a," pp. 1–30, 015.
- Van Wijk, A. D. R. I. A. A. N., & Wood, L. E. (1983).Use of Foamed Asphalt In Recycling of an Asphalt Pavement. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 911, 96-103.

- Wang, Z., & Sha, A. (2010). Microhardness of interface between cement asphalt emulsion mastics and aggregates. *Materials and Structures*, 43(4), 453-461. doi: 10.1617/s11527-009-9502-2.
- Wendling, L., et al. (2012). Comportement et étude des graves-émulsion - Coopération public-privé - Compactabilité des enrobés à l'émulsion de bitume. R.G.R.A., no. n°901, pp. 39-44,.
- Wendling, L., et al., (2012). Comportement et étude des graves-émulsion - Coopération public-privé - Chantier expérimental de la RD44 ; Suivi du comportement dans le temps. R.G.R.A., no. n°899, pp. 18-21
- Wendling, L. et al. (2012). Comportement et étude des graves-émulsion - Coopération public-privé - Compactabilité des enrobés à l'émulsion de bitume," R.G.R.A., no. n°901, pp. 39-44.
- Zealand, T. N. (2005). *Chipsealing in New Zealand* (1ière éd.). Wellington, New Zealand.
- Ziyani, L. (2016). Étude des phénomènes physico-chimiques à l'interface émulsion de bitume/substrat minéral - Application à la formulation de Bétons Bitumineux à l'Émulsion (Thèse de doctorat, Université Nantes Angers Le Mans, Nantes, France).

