

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE**  
**« HOUARI BOUMEDIENE »**

**FACULTÉ DE GÉNIE CIVIL**



## **MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de **MAGISTER**

Spécialité : Génie Civil Géotechnique

Par **SAOUDI NACIRA**

**Sujet**

**COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE  
DES BITUMES MODIFIES AU POLYMERE « NBR »  
« INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA  
RESISTANCE ET LE FLUAGE DES ENROBES  
BITUMINEUX »**

Soutenue le 07/04/2008, devant le jury composé de :

M <sup>me</sup> F. KHARCHI	Professeur, USTHB	Présidente
M <sup>f</sup> S. HADDADI	Maître de conférence, USTHB	Directeur de thèse
M <sup>f</sup> M. N. OUDJIT	Maître de conférence, USTHB	Examineur
M <sup>f</sup> B. MOUSSAI	Maître de conférence, USTHB	Examineur
M <sup>me</sup> K. AIT MOKHTAR	Maître de conférence, USTHB	Examinatrice

# *Dédicace*

*A ma très chère mère et à mon adorable père.*

*A Tassadite et Yabia*

*A mes frères, et sœur*

*A mes belles sœurs*

*A toute ma famille.*

*A tous mes amis.*

*A tous mes enseignants.*

*Sacudi Nacira*

**A la mémoire du Professeur**

**L  
A  
R  
A  
D  
I**

**NADIR**

إن لله ووان إله راجع عون

---

## Résumé

---

Ce travail est consacré à l'étude de l'influence de la poudrette de caoutchouc sur le comportement rhéologique des bitumes modifiés, dont le modifiant est un polymère de type Acrylonitrile Butadiène Rubber (NBR), et de l'influence de la température sur le comportement des enrobés au fluage.

L'étude résume que :

L'incorporation du NBR dans le bitume améliore ses caractéristiques intrinsèques (pénétrabilité, TBA, ductilité, susceptibilité thermique)

Nous montrons par une étude expérimentale, qu'il est nécessaire non seulement de déterminer les performances des liants modifiés mais leur incidence sur les performances de l'enrobé, la compacité et la résistance aux déformations de fluage.

Pour les bétons bitumineux modifiés à 2 et 3 % de NBR, les résultats montrent, une bonne résistance aux déformations permanentes aux différentes températures.

Le NBR est un déchet qui pourrait être prometteur en lui associant un composé aromatique.

**Mots clés :** Modification, Bitume, poudrette de caoutchouc, NBR, Enrobés bitumineux, Fluage, Température.

---

---

## Abstract

---

This work is devoted to the study of the influence of the rubber fine powder on behaviour rheological of the modified bitumens, of which modifying it is a polymer of the type Acrylonitrile Butadiene Rubber (NBR), and influence of the temperature of the behavior of the bituminen binders to creep.

The study summarizes that:

The incorporation of the NBR in the bitumen improves these intrinsic characteristics (penetrability, TBA, ductility, thermal susceptibility)

We show by an experimental study that it is necessary not only to determine the performances of the binders modified but their incidence on the performances of the bituminous mix, compactness and resistance to the deformations of creep.

For the modified asphaltic concretes with 2 and 3 % of NBR the results show, a good resistance to the permanent deformations at the various temperatures.

The NBR is a waste which could be promising one associating an aromatic compound to him.

**Key words:** Modification, Bitumen, rubber fine powder, NBR, bitumen Binders, Fluage, Température.

---

## ملخص

---

كرس هذا العمل لدراسة غبار المطاط حياله التصرف الريولوجي لزفت باستعمال الزفت المعدل. المعدل عبارة عن مكثف من نوع اكريلو نيتريل بوتديان رابـر NBR وتأثير الحرارة في تصرف الأفتعة الزفتية اتجاه ظاهرة تميع الأفتعة الزفتية. لخصت الدراسة في

إدخال ال (NBR) على الزفت تحسن خصائصه اللحظية النفاذية، الحرارة، الصلادة، القابلية الحرارية

نبيين بواسطة هذه الدراسة أن المهم ليس في اضهار فعالية الزفت المعدل فقط وإنما تأثير هذا الأخير على الأفتعة الزفتية، الرص و مقاومة التشوهات الناجمة عن التميع. بالنسبة لأفتعة المعدلة ب 2 و 3 % NBR النتائج تبين تحسن مقاومة التشوهات الدائمة لمختلف درجات الحرارة.

NBR عبارة عن فضلات التي يمكن أن تعيد بنتائج جيدة وذلك بإضافة لها مركب اروماتيك .

كلمات مفتاحية التـعديـل، الزفت، غبار المطاط، الأفتعة الزفتية، التميع، الحرارة .

NBR

---

# *Remerciements*

---

Je tiens à exprimer ici toute ma gratitude à Monsieur le Docteur **Haddadi Smail**, Maître de conférences à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, qui m'a enseignée, encadrée et guidée dans ce travail, conseillé et encouragé sans jamais ménager ses efforts tant intellectuels que morales. Son soutien était permanent ; Qu'il trouve ici mes sincères remerciements et ma profonde reconnaissance.

Je remercie Madame **F. KHARCHI**, professeur à l'USTHB Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, me faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire et de l'enrichir par sa contribution et son évaluation.

Ma reconnaissance va à Madame **Khedidja AIT MOKHTAR**, Maître de conférences à l'USTHB et Monsieur, **Mohamed Nadjib OUDJIT**, Maître de conférences à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, qui n'ont pas hésité à accepter de me faire l'honneur d'apporter leur contribution productif à la discussion des résultats de ce travail.

Je remercie vivement Monsieur Belkacem **MOUSSAI**, Maître de conférences à l'USTHB, qui a bien voulu être membre du jury, qu'il trouve ici toute ma gratitude et mes remerciements.

Je tiens aussi à adresser mes sincères remerciements à Monsieur **BENSAIBI M** et Ahmed **SOUILEM**, du Laboratoire du centre de travaux publics(LCTP) d'Hussein Dey, ainsi qu'à tous les responsables, ingénieurs et techniciens de ce laboratoire.

J'adresse également mes remerciements à madame **MEDDAD D** du (CTTP)

Grands remerciements à la famille laboratoire route Smail HADDADI, K Ait Mokhtar et D Bennour, un témoignage de leur amitié et sympathie qui m'a donnée la force de réaliser ce travail. Sans oublier ma sœur Ainsi que K Arroudj.

SAOUDI NACIRA

Merci.

# Sommaire

---

INTRODUCTION GENERALE .....	1
I BITUME.....	3
I-1 Historique.....	3
I-2 Origine.....	3
I-3 Fabrication.....	3
I-4 Composition chimique et structure des bitumes .....	3
I-4.1 Composition chimique :.....	3
I-4.2 Les différentes méthodes de séparation :.....	5
I-4.2.1 Séparation par précipitation : .....	5
I-4.2.2 Extraction aux solvants sélectifs :.....	5
I-4.2.3 Chromatographie d'adsorption.....	5
I-4.2.4 Chromatographie sur gel perméable (GPC) .....	6
I-4.2.5 Chromatographie liquides à hautes performance HPLC:.....	6
I-4.2.6 Chromatographie sur baguette de silice (IATROSCAN) :.....	6
I-4.3 Structure des bitumes : .....	6
I-5 Les grandes catégories de bitumes.....	7
I-5.1 Bitumes purs : issus après distillation directe ou par soufflage. ....	7
I-5.2 Bitumes spéciaux : non normalisés.....	7
I-5.3 Bitumes industriels ou oxydés : .....	7
I-5.4 Bitumes fluidifiés :.....	7
I-5.5 Bitumes fluxés :.....	7
I-6 Rhéologie et composition chimique des bitumes.....	7
I-6.1 La notion rhéologie .....	8
I-6.3 Classement Rhéologique.....	10
I-6.4 Etat Structuraux du bitume .....	12
I-6.5 Vieillessement des bitumes :.....	13
I-7 L'eau dans le bitume.....	14
I-8 Essais sur le bitume :.....	14
II POLYMERE .....	19
II-1 Introduction.....	19
II-2 Définition d'un polymère.....	19
II-3 Structures de polymère.....	20
II-4 Principaux polymères utilisés en génie civil .....	20
II-5 Classement des polymères selon les propriétés: .....	20
II-6 Les polymères utilisés pour la modification.....	21
II-7 Comportement Rhéologique des Polymères :.....	21
II-7.1 Mesure des propriétés rhéologiques des polymères :.....	22
II-7.2 Comportement élastique :.....	23

# Sommaire

---

II-7.3 Comportement élastoplastique :	23
II-7.4 Comportement caoutchoutique :	23
II-7.5 Equivalence temps température :	24
II-8 Solubilité des polymères :	25
II-9 Durabilité et vieillissement des polymères	25
II-10 Conclusion	25
III BITUMES MODIFIES	26
III-1 Introduction	26
III-2 Composition du polymère -bitume	26
III-3 Température critique :	27
III-4 Compatibilité polymère bitume	27
III-5 Additifs issus de la littérature	28
III-5.1 Bitume modifié par EVA	28
III-5.2 Les bitumes modifiés par SBS	28
III-5.3 L'ajout du noir de carbone commercial (NCc) :	28
III-5.4 L'ajout de la lignine dans les bitumes	29
III-5.5 Ajout du Noir de Carbone Pyrolytique (NCp)	29
III-6 Phénomène de gonflement :	29
III-7 Stabilité au stockage :	31
III-8 Propriétés des bitumes modifiées	31
III-8.1 Propriétés physiques ;	31
III-8.2 Propriétés mécaniques :	32
III-8.3 Propriétés rhéologiques :	33
III-9 Etude au vieillissement :	34
III-10 Conclusion	35
IV GRANULATS	36
IV-1 Caractéristiques et propriétés des granulats	36
a) La forme :	36
b) L'angularité :	37
c) Propreté :	37
d) Nature pétrographique :	37
IV-2 Influence des granulats sur l'enrobé	37
IV-3 Classification des granulats	37
IV-4 Adhésion liant- granulat :	38
IV-5 Essais sur Granulats	38
V- ENROBE BITUMINEUX	39
V-1 Différentes type de chaussées	39
V-2 Généralités sur les enrobés	39
V-3 Influence des actions appliquées à la chaussée	41

# Sommaire

V-4	Propriétés Mécanique des matériaux bitumineux.....	42
V-5	Caractérisation des propriétés rhéologiques dans domaine linéaire.....	42
V-5.1	Définition d'un corps viscoélastique.....	42
V-5.2	Fonction de retard (ou de fluage) et fonction de relaxation.....	42
V-5.3	Module complexe $E^*$ .....	43
V-5.4	Limite du domaine linéaire.....	46
V-5.5	Comportement viscoélastique non linéaire.....	47
V-6	Propriétés Rhéologiques des enrobés bitumineux.....	47
V-7	Essais sur Enrobé bitumineux.....	49
V-7.1	Essais MARSHALL.....	49
V-7.2	Essai Duriez (La tenue à l'eau) :.....	49
V-7.3	Essai de fluage :.....	50
V-7.4	Essai d'orniérage (NF P 98-253- 1).....	50
V-7.5	Essai CANTABRO.....	50
V-7.6	Essai de traction directe.....	50
V-7.7	Essai de retrait thermique empêché (AASHTO ,TP10-93).....	51
V-7.8	Essai de Rupture par Compression Diamétrale.....	52
V-7.9	Essai de détermination drainabilité.....	53
V-7.10	Essai de résistance au désenrobage.....	53
V-7.11	Essai de stabilité.....	53
V-7.12	Essai a la presse à Cisaillement Giratoire PCG.....	53
V-7.13	Essai de compression simple ou répété.....	54
VI-RESUME	DE QUELQUE TRAVAUX.....	55
VI-1	Travaux de S Chebil de l'université de Sherbrooke [89].....	55
VI-1.1	Origine des modifiant :.....	55
VI-1.2	Propriétés des matériaux utilisés (bitumes déchets granulats).....	55
VI-1.3	Résultats expérimentaux.....	56
VI-2	Travaux de F, OLARD l'institut de LYON [90].....	61
VI-2.1	Description des matériaux utilisés.....	61
VI-2.2	Les essais réalisés.....	61
VI-2.2.1	Essais du module complexe.....	61
VI-2.2.2	Test de fluage sur les liants (BBR) Rhéomètre à flexion de poutre, à trois températures différentes, dans un premier temps sur les dix bitumes non vieillis.....	64
VI-2.2.3	Essai de module complexe sur enrobés.....	65
VI-3	Travaux de S, Haddadi de l'université USTHB Algérie 2007 [91].....	68
VI-3.1	Matériaux utilisés.....	68
VI-3.2	Modification.....	68
VI-3.3	Essai Marshall.....	70
VI-3.4	Compression simple.....	71
VI-3.5	Essai de Fluage statique et de relaxation.....	72
VII- BITUME PUR.....		74
VII-1	Etude des Bitumes.....	74
VII-1.1	Caractérisation des bitumes.....	75
VII-1.2	Susceptibilité thermique.....	75

# Sommaire

VII-1.3 Modules de rigidité des bitumes purs .....	77
VIII- POLYMERE .....	79
VIII-1 Identification du polymère : .....	79
VIII-1.1 Analyse en infrarouge à l'aide du spectroscope FTIR : .....	79
VIII-1.2 Densité du NBR : .....	81
La densité de poudrette est de 1.22 mesurée par rapport à l'éthanol dont la densité est de 0,79. ....	81
VIII-2 Analyses granulométriques .....	81
IX- BITUMES MODIFIES .....	82
IX-1 Consistance .....	82
IX-1.1 Introduction .....	82
IX-1.2 Influence du temps du malaxage et de la teneur en NBR sur la pénétrabilité .....	83
des liants à base des bitumes A et B. ....	83
IX-1.2.1 Influence du temps du malaxage sur la pénétrabilité. ....	85
IX-1.2.2 Influence de la teneur en NBR sur la pénétrabilité. ....	86
IX-1.2.3 Taux d'augmentation de la pénétrabilité des liants par rapport à leurs bitumes de base. ....	87
IX-1.3 Influence du temps de malaxage et de la teneur en NBR sur la température .....	88
bille anneau des liants à base des bitumes « A » et « B » .....	88
Nous avons utilisé l'appareil automatique (figure 9.6) pour la réalisation de l'essai de bille et anneau. ....	88
IX-1.3.1 L'influence du temps du malaxage sur la TBA. ....	90
IX-1.3.2 Influence de la teneur en NBR sur la TBA. ....	91
IX-1.3.3 Taux d'augmentation de la température bille anneau des liants par rapport à leurs bitumes de base. ....	92
III-1.4 Influence de temps de malaxage sur la ductilité des liants à base des bitumes « A » et « B » .....	93
IX-1.4.1 Influence de la teneur en NBR sur la ductilité. ....	94
IX-1.4.2 Influence du temps de malaxage sur la ductilité. ....	95
XI-2 Influence de la granulométrie du NBR .....	97
IX-2.1 Influence de la granulométrie « 2 » du polymère sur les liants à base de bitume (B). ....	97
IX-2.2 Influence sur la pénétrabilité des liants à base des granulométries « Gr1 et Gr2 » .....	99
IX-2.2.1 Influence de temps de malaxage sur la pénétrabilité. ....	99
IX-2.2.2 Influence de la teneur en NBR sur la pénétrabilité. ....	100
IX-2.3 Influence sur le point de ramollissement (bille et anneau) des liants à base des granulométries « Gr1 et Gr2 » .....	102
IX-2.3.1 Influence de temps de malaxage sur la TBA. ....	102
IX-2.3.2 Influence de la teneur en NBR sur la TBA. ....	103
IX-2.4 Influence sur la ductilité des liants à base des granulométries « Gr1 et Gr2 » .....	104
IX-2.4.1 Influence du temps de malaxage sur la ductilité des liants. ....	104
IX-2.4.2 Influence de la teneur en NBR sur la ductilité. ....	105
IX-2.5 Susceptibilité thermique .....	106
IX-2.6 Etude au vieillissement RTFOT .....	110
IX-2.6.1 Influence de la granulométrie du NBR sur le vieillissement essai « RTFOT » .....	110
IX-2.7 Détermination du pourcentage d'asphaltènes .....	115
a) Influence de la teneur en NBR. ....	116
b) Influence de temps de malaxage. ....	117
X- ETUDE DES GRANULATS .....	119
IX-1 Origines des granulats .....	119

# Sommaire

---

X-2	Analyse Chimique.....	119
X-3	Les essais effectués sur les granulats : .....	120
X-3.1	Analyse Granulométrique.....	120
X-3.2	Caractéristiques Intrinsèques.....	121
XI-	ENROBES BITUMINEUX.....	122
XI-1	Formulation de l'enrobé .....	122
a)	Courbe granulométrique du mélange.....	122
b)	Mélange optimal.....	122
c)	Mode de fabrication d'éprouvettes .....	123
d)	Résultats de l'essai MARSHALL (NFP 98-251-2).....	124
XI-2	FLUAGE STATIQUE .....	125
XI-2.1	Introduction.....	125
XI-2.2	Conditions d'essais .....	125
XI-2.2.1	Fabrication et préparation des éprouvettes : .....	126
XI-2.2.2	Mesure des diamètres et hauteurs.....	126
XI-2.2.3	Conservation de l'éprouvette .....	126
XI-2.2.4	Exécution de l'essai.....	127
XI-2.2.5	Contrainte appliquée .....	127
XI-2.3	Résultats de l'essai de fluage statique : Analyse et interprétation.....	128
XI-2.3.1	Influence de la température .....	128
XI-2.3.2	influence de la teneur en NBR .....	131
XI-2.3.3	Influence de la température sur les déformations.....	134
a)	Déformations totales.....	134
b)	Déformations initiales .....	135
c)	Déformations finales .....	136
d)	Déformations réversibles.....	137
e)	Déformations irréversibles .....	137
f)	Recouvrement viscoélastique.....	138
g)	Rapport de la déformation initiale à la déformation totale .....	139
XI-2.3.4	Influence de la teneur en NBR sur la compacité .....	140
XI-2.3.5	Influence de la température et de la teneur en polymère .....	141
	sur les modules de la Rigidité des liants modifiés.....	141
a)	Le module de rigidité totale.....	141
b)	Le module de rigidité initiale .....	141
c)	Le module de rigidité final. ....	142
	CONCLUSION GENERALE.....	145
	Références Bibliographiques .....	148

## Table des Figures.

### Etude Bibliographique

Fig 1.1.Coupe transversale de la structure des asphaltènes	4
Fig 1.2.Représentation du modèle de structure colloïdale du bitume	4
Fig 1.3.Modèle de Maxwell (a) et de Voigt-Kelvin (b)	8
Fig 1.4.Viscosité des bitumes sol gel en fonction du taux de cisaillement	9
Fig 1.5.Module de rigidité des Bitumes.	9
Fig 1.6.Représentation schématique des structures gel et sol	13
Fig 1.7.Schéma de pénétrabilité pour le bitume, Pénétromètres à aiguille	14
Fig 1.8.Appareillage, Schéma Essais RTFOT	16
Fig 1.9.Détermination de viscosité à partir d'essai de fluage et de relaxation	17
Fig 1.10.Essais de PAV19.	17
Fig 2.1.Structure linéaire, structure réticulée	20
Fig 2.2.Réponse d'un polymère à une sollicitation mécanique de fluage	22
Fig 2.3.Comportement élastique	23
Fig 2.4.Comportement élastoplastique	23
Fig 2.5.Comportement caoutchoutique	24
Fig 2.6.Courbe schématique des variations du module de relaxation avec le temps et la température	25
Fig 3.1.Microstructure d'un bitume plastomère à matrice bitume continue	26
Microstructure d'un bitume plastomère à matrice polymère continue	
Microstructure d'un bitume plastomère à matrice mixte	
Fig 3.2.Variation du taux de gonflement en fonction de la teneur en plastomère (Copolymère d'éthylène)	29
Fig 3.3.Influence de la teneur en polymère sur le taux de gonflement	30
Fig 3.4.Influence de la teneur en polymère sur TBA	31
Fig 3.5.Influence de la teneur en polymère sur la valeur de pénétration	32
Fig 3.6.Influence de la teneur en polymère sur les propriétés mécaniques de liant à base de bitume compatible à - 10°C	33
Fig 3.7.Influence de la modification du bitume sur la composante élastique	34
Fig 3.8.Isochrones du module complexe de bitumes à différentes teneurs en copolymère d'éthylène «EVA»	34
Fig 3.9 Isochrones de l'angle de phase de bitumes à différentes teneurs en copolymère d'éthylène «EVA» Enrobés	34
Fig 5.1.Expérience d'effacement et réponse du matériaux an contrainte	42
Fig 5.2.Essai de fluage - comportement à contrainte constante	42
Fig 5.3.Essai de relaxation - comportement à déformation constante	43
Fig 5.4. la courbe de Black pour des bitumes	45
Fig 5.5.a) Courbe de module complexe dans l'espace de Black b) Isothermes d'un bitume-polymère (thermorhéologiquement complexe)	
Fig 5.6.Courbe isochrone de $G^*$ à 1,5Hz dépendant de la teneur en polymère	45
Fig 5.7.Courbe isochrone de l'angle de phase à 1,5Hz dépendant de la teneur en polymère	46
Fig 5.8.Evolution de la norme du module complexe $S_m$ avec l'amplitude de déformation axiale	47
Fig 5.9.Résultats classiques pour l'essai de traction directe sur enrobés	51
Fig 5.10.Méthode d'estimation de la contrainte de rupture thermique	52
Fig 5.11.Principe du compactage a la PCG , Relation vides vs girations à la PCG	53
Fig 6.1.Pénétration a 25 °C en fonction des teneurs et des modifiants pour les deux bitumes	56
Fig 6.2.Température du point de ramollissement	57
Fig 6.3.Point de Fraass en fonction de la charge	57
Fig 6.4.Balayage en temps	58
Fig 6.5.Balayage en déformation	58
Fig 6.6.Isothermes de la viscosité complexe en fonction de la fréquence pour le bitume Shell 150/200 modifié avec 20 % de charbon.	59
Fig 6.7.Variation de la viscosité complexe (a) et de $G'$ (b) en fonction de la fréquence à 30°C pour	

Table des Figures.

le bitume Shell 150/200 modifié avec différentes charges de charbon pyrolytique	59
Fig 6.8.Courbes maîtresses de la viscosité complexe (a) et de $G'$ (b) pour le bitume Shell 150/200 modifié avec différentes charges de noir de carbone commercial NCc	60
Fig 6.9.Courbes maîtresses de la viscosité dynamique (a) pour le bitume Ultramar 80/100 modifié avec différentes charges de NCp	60
Fig 6.10.Module complexe des bitumes purs dans l'espace de Black	62
Fig 6.11.Module complexe des bitumes modifiés aux polymères dans l'espace de Black	62
Fig 6.12 procédure de construction de la courbe maîtresse du bitume 50/70 à $T_s=10^\circ\text{C}$ ( $a_T$ , connu)	62
Fig 6.13.Courbes maîtresses de $ G^* $ des bitumes à $T_s=10^\circ\text{C}$	63
Fig 6.14.Superposition des courbes maîtresses des dix liants bitumineux	64
Fig 6.15.Comparaison entre les facteurs de translation $a_T$ et $1/Bt$ pour les cinq bitumes ( $T_s=-24.5^\circ\text{C}$ )	64
Fig 6.16.Comparaison entre les données converties de module complexe et les données expérimentales obtenues à l'essai de fluage BBR des liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5	65
Fig 6.17.Diagrammes de Black des enrobés	66
Fig 6.18.Courbes maîtresses $[E^*]$ des enrobés à $T_s=15^\circ\text{C}$	66
Fig 6.19.Facteurs de translation $a_T$ des liants [10/20, 50/70, PMB1, PMB4, PMB5] et des enrobés à $T_s=10^\circ\text{C}$	67
Fig 6.20.Superposition des courbes maîtresses des enrobés	67
Fig 6.21 DSC du bitume, du NBR et des bitumes modifiés aux différentes teneurs	69
Fig 6.22 variation de la $T_g$ en fonction de teneur en NBR	69
Fig 6.23.Courbes d'ATG pour les différents éléments	69
Fig 6.24 Courbes d'ATG pour les différents éléments entre $190^\circ\text{C}$ et $210^\circ\text{C}$	69
Fig 6.25 Évolution du pourcentage d'asphaltène pour une heure de malaxage	70
Fig 6.26 Quotient Marshall en fonction de la teneur en poudrette	71
Fig 6.27.Compacité des différents mélanges	71
Fig 6.28.Courbes contrainte-déformation en compression simple pour les différents mélanges à $40$ et $60^\circ\text{C}$	71
Fig 6.29.Taux de fluage pour $0.25 \sigma_{\max}$	72
<b>Etude Expérimentale</b>	
Fig 7.1.Variation de la pénétrabilité des bitumes purs en fonction de la température	76
Fig 7.2.Variation de Module de rigidité des bitumes selon Van Der Poel	78
Fig 8.1.Le déchet sous forme de poudrette	79
Fig 8.2.Spectre FTIR du NBR	80
Fig 8.3.Courbe granulométrique de la poudrette du Polymère NBR « Gr1 » et « Gr2 »	81
Fig 9.1.Influence du temps de malaxage sur la pénétrabilité des liants modifiés à base de Bitume « A »	84
Fig 9.2.Influence du temps de malaxage sur la pénétrabilité des liants modifiés à base de Bitume « B »	84
Fig 9.3.Influence du temps de malaxage sur la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « A et B »	85
Fig 9.4.Influence de la teneur en NBR sur la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « A et B »	86
Fig 9.5.Comparaison, de taux de variation de la pénétrabilité des liants bitumineux en fonction de la teneur NBR	87
Fig 9.6.Appareil de l'essai bille et anneau	88
Fig 9.7.Influence du temps de malaxage sur la température bille anneau du liant modifiés a base d bitume « A »	89
Fig 9.8.Influence du temps de malaxage sur la température bille anneau du liant modifiés à base de bitume « B »	89
Fig 9.9.Influence du temps de malaxage sur la température bille anneau	

Table des Figures.

des liants à base du bitume « A » et « B »	90
Fig 9.10.Influence de la teneur en NBR sur la température bille anneau	
des liants modifiés à base du bitume « A » et « B »	91
Fig 9.11.le taux d'augmentation de la TBA en fonction de la teneur en polymère pour	
chaque temps de malaxage Bitume « A » et « B »	92
Fig 9.12.moule de l'éprouvette de ductilité	93
Fig 9.13.Influence du temps de malaxage sur la ductilité à 25 °C	
des liants modifiés à base de bitume « A »	93
Fig 9.14.Influence du temps de malaxage sur la ductilité à 25 °C des liants	
modifiés a base de bitume « B »	93
Fig 9.15.Ductilité des liants à base de bitume « A » et « B ».en fonction	
de la teneur en polymère	94
Fig 9.16.Ductilité des liants à base bitume « A » et « B ».en fonction du temps de malaxage	95
Fig 9.17.Influence du temps de malaxage sur pénétrabilité à 25 °C des	
liants modifiés à base de bitume (B) granulométrie « 2 »	98
Fig 9.18.Influence du temps de malaxage sur la température bille et anneau	
des liants modifiés à base de bitume (B) granulométrie « 2 »	98
Fig 9.19.Influence du temps de malaxage sur la Ductilité à 25°C des liants modifiés	
à base de bitume (B) Granulométrie « 2 »	99
Fig 9.20.Influence de la granulométrie « 1 et 2 »sur la pénétrabilité des liants modifiés	
à base de bitume (B) en fonction de temps de malaxage	100
Fig 9.21.Influence de la granulométrie « 1 et 2 »sur la pénétrabilité	
des liants modifiés à base de bitume (B)	101
Fig 9.22.Influence de la granulométrie « 1 et 2 »sur la TBA	
des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction de temps de malaxage	102
Fig 9.23.Influence de la granulométrie « 1 et 2 »sur la TBA	
des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction de teneur en NBR	103
Fig 9.24.Influence de la granulométrie « 1 et 2 »sur la ductilité	
des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction du temps de malaxage	104
Fig 9.25.Comparaison de l'influence de la granulométrie « 1 et 2 »sur la ductilité des liants	
modifiés à base de bitume (B) en fonction de teneur en NBR	105
Fig 9.26.Variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de Bitume B « Gr1 »	
en fonction de la température	107
Fig 9.27.Variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume B« Gr2 »	
en fonction de la température	108
Fig 9.28.Comparaison entre les courbes de tendance des deux granulométries	109
Fig 9.29.Coefficient A et indice IP en fonction de teneur en NBR	109
Fig 9.30.pénétrabilité des liants modifiés a base du bitume « B »granulométrie (Gr1)	
avant et après vieillissement RTFOT	111
Fig 9.31.pénétrabilités des liants modifiés a base du bitume « B »granulométrie (Gr2)	
avant et après vieillissement RTFOT	112
Fig 9.32.Evolution de la température TBA au vieillissement des liants modifiés	
à base du bitume « B » granulométrie (Gr1)	113
Fig 9.33.Evolution de la température TBA au vieillissement des liants modifiés à base	
du bitume « B »Granulométrie (Gr2)	113
Fig 9.34.pénétrabilité restante après l'essai de vieillissement RTFOT	114
Fig 9.35.taux d'augmentation de la TBA des liants modifiés après essai RTFOT	114
Fig 9.36.teneur en asphaltènes en fonction de teneur en polymère et de temps de malaxage	116
Fig 9.37.variation de pourcentage d'asphaltènes en fonction de la teneur en NBR	117
Fig 9.38.température TBA et l'évolution des asphaltènes	118
Fig 10.1.Courbes Granulométriques des Fractions 0/3, 3/8 et 8/15	120
Fig 11.1.Courbe Granulométrique du mélange Granulaire et fuseau	

Table des Figures.

de référence LCPC des bétons bitumineux 0/14	122
Fig 11.2.Etuve	122
Fig 11.3.Malaxeur	122
Fig 11.4.Entonnoir	122
Fig 11.5.Dame de compactage	132
Fig 11.6.Démouleur D'éprouvettes et pied à coulisse	124
Fig 11.7.Essai de fluage Statique, contrainte de compression appliquée et la repense de la déformation enregistré durant le temps de chargement et déchargement	128
Fig 11.8.Fluage statique à 25 °C des enrobés à base du Bitume pur et les liants modifiés	129
Fig 11.9.Fluage statique à 40 °C des enrobés à base du Bitume pur et les liants modifiés	129
Fig 11.10.Fluage statique à 60 °C des enrobés à base du Bitume pur et les liants modifiés	130
Fig 11.11.Fluage statique des enrobés à base du Bitume pur aux températures 25,40et 60°C	131
Fig 11.12.Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 1% NBR aux températures 25.40et 60°C	132
Fig 11.13.Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 2% NBR aux températures 25.40et 60°C	132
Fig 11.14.Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 3% NBR aux températures 25,40et 60°C	133
Fig 11.15.Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 4 % NBR aux températures 25.40et 60°C	133
Fig 11.16.Variation des déformations totales des liants modifiés	135
Fig 11.17.Variation des déformations initiales des enrobés modifiées	136
Fig 11.18.Variation des déformations finales des enrobés modifiées	137
Fig 11.19.Variation des déformations réversibles des liants modifiés	137
Fig 11.20.Variation des déformations irréversibles des enrobés modifiés	138
Fig 11.21.Variation du recouvrement viscoélastique des enrobés pur et modifiés	139
Fig 11.22.Variation du rapport (déformation initiale à la déformation totale) des enrobés	140
Fig 11.23.Variation de la compacité des enrobés modifiée en fonction de la teneur en polymère NBR	141
Fig 11.24.Variation du module de rigidité totale en fonction de la température et de la teneur en NBR	141
Fig 11.25.Variation du module de rigidité Initiale en fonction de la température et de la teneur en NBR	142
Fig 11.26.Variation du module de rigidité finale en fonction de la température et de la teneur en NBR	143
Fig 11.27.Influence de la charge et de la durée d'application	144
Fig 11.28. Phases de déformation en fonction de la contrainte	144

## Liste des Tableaux

### Étude Bibliographique

Tableau 1.1	Caractérisation des granulats.	38
Tableau 6.1	Caractéristiques des bitumes utilisés.	55
Tableau 6.2	SARA des bitumes utilisés	56
Tableau 6.3	Composition chimique des additifs	56
Tableau 6.4	Granulométries des additifs	56
Tableau 6.5	Résultats des essais	61
Tableau 6.6	Caractéristiques des bitumes	68
Tableau 6.7	Caractéristiques des granulats.	68
Tableau 6.8	Température correspondant à 5% de perte.	69
<b>Étude expérimentale</b>		
Tableau 7.1	Caractéristiques des bitumes et spécifications.	75
Tableau 7.2	TBA, pénétrabilité et Indice de pénétration IP des bitumes purs	76
Tableau 7.3	module de rigidité des bitumes selon Van Der Poel	77
Tableau 9.1	Désignation des liants modifiés	83
Tableau 9.2	Pénétrabilités des liants modifiés à base de bitume « A » en fonction du temps de malaxage	83
Tableau 9.3	Pénétrabilités des liants modifiés à base de bitume « B » en fonction du temps de malaxage	83
Tableau 9.4	Variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume (B) Granulométrie (Gr1) en fonction de la température	106
Tableau 9.5	Variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume (B) Granulométrie (Gr2) en fonction de la température	107
Tableau 9.6	L'indice IP en fonction de teneur en NBR	109
Tableau 9.7	Evolution de la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume (B) granulométrie (Gr1) a l'essai de vieillissement	111
Tableau 9.8	Evolution de la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « B » granulométrie (Gr2) a l'essai de vieillissement	111
Tableau 9.9	Evolution de la température bille anneau des liants modifiés granulométrie (Gr1) a l'essai de vieillissement	112
Tableau 9.10	Evolution de la température bille anneau des liants modifiés granulométrie (Gr1) a l'essai de vieillissement	113
Tableau 10.1	Résultats de l'analyse chimique des granulats	120
Tableau 10.2	Caractéristiques des fractions granulaires.	121
Tableau 11.1	Composition de la formule utilisée	123
Tableau 11.2	Résultats de l'essai Marshall du mélange étudié.	125
Tableau 11.3	Condition de l'essai de fluage statique.	126
Tableau 11.4	Les déformations réversibles, irréversibles et initiales en fonction du %NBR	134
Tableau 11.5	Taux de variation des déformations réversible aux déformations totales	138
Tableau 11.6	Variation des déformations initiales rapportées aux déformations totales en fonction de la température et la teneur en NBR	139
Tableau 11.7	Variation de la compacité en fonction de la teneur en NBR	140
Tableau 11.8	Contraintes appliquées	143

## Table des Indices

---

RPE : résonance paramagnétique électronique

GPC : chromatographie sur gel perméable

CES : chromatographie d'extrusion stérique

$\eta_0$  : viscosité limite à fréquence nulle ou cisaillement nul dynamique

SBS : styrène butadiène styrène

EVA éthylène vinyle acétate

PVN : Pénétration Viscosity Number

T : température

Tg : température de transition vitreuse

$C_1$  et  $C_2$  sont des constantes universelles  $C_1$  et  $C_2$ , dépendent de la température de référence.

WLF : Williams Landel et Ferry.

R : la constante des gaz

As : Asphaltènes Ar : Aromatique S : saturé R : résine

$\varphi$  : Angle de retard ou angle de perte

$G'$  : partie réelle du module complexe (module de conservation)

$G''$  : partie imaginaire du module complexe (module de perte)

$S^*$  : norme de module complexe qui caractérise la rigidité

$M_n$  : masse moléculaire moyenne en nombre

$M_p$  : masse moléculaire moyenne en poids

$T_s$  :  $T_0$  température de référence

$a_T$  : facteur de translation entre la température de référence  $T_s$  et T

$T_0$  : température de référence

f : fréquence

$\omega$  : fréquence angulaire (rad/s)

$\alpha$  : le coefficient de dilatation/contraction thermique

ATG : analyse thermogravimétrique

$\sigma$  : contrainte

$\mu$  : coefficient de poisson

$\rho$  : masse volumique

$j(t)$  : fonction de fluage du matériau



*Introduction*  
*Générale*

### INTRODUCTION GENERALE

Suite à l'apparition de la société de consommation, l'homme sans se rendre compte affecte et modifié son milieu par les ressources naturelles, mais aussi par les ressources secondaires (papier, verre, plastique, pneus, etc.).

De plus en plus, d'énormes quantités de déchets, après usage sont envoyés dans les lieux d'élimination ou à la combustion, et posent des problèmes particuliers de pollution du sol, de l'eau et de l'air.

C'est dans le génie de développement de la société, que de "techniques nouvelles de valorisation des déchets s'inscrivent et apportent une solution approximativement complète pour la plupart des "déchets".

Ces techniques permettent la récupération des produits de la chimie ou des produits solides, qui vont être modifiés en des produits à multiples fonctions possédant d'énergie d'amélioration et d'économie de nos ressources naturelles.

L'objectif de cette présente étude est de montrer la possibilité d'amélioration des liants bitumineux classiques par des produits solides générés. Bien que ce procédé a pu faire ces preuves avec une multitude de déchets, on s'intéressera lors de cette étude, au polymère Nitrylacrilo Butadien Rubber.

La route à toujours été un élément fondamental de la civilisation .Aujourd'hui nous vivons à l'heure ou la coopération internationale et le transport constituent une condition requise pour le progrès de l'humanité.

Les pays du monde entier ont besoin d'atteindre un niveau approprié de développement routier. C'est pour cela que les routes ne doivent pas être seulement considérées sous le seul aspect économique mais aussi un élément essentiel de l'intégration des populations dans la société.

Et comme partout dans le monde, et notamment en Algérie, la contrainte rigoureuse du climat et la croissance sans cesse du trafic routier et le type des véhicules causent des problèmes assez sérieux tels que la perte de consistance des matériaux à des températures élevées, la fissuration et la perte d'adhésion qui est due, soit à l'une ou à la combinaison des actions du au climat ou au trafic.

Ce processus de dégradation nous pousse à nous intéresser au phénomène des déformations permanentes et à l'étude de la résistance au fluage des enrobés bitumineux.

Plus précisément notre travail consiste à étudier l'influence de température, et des paramètres de formulation (nature et quantité du modifiant, action d'une sollicitation chimique) sur le comportement des enrobés bitumineux, par un essai directement lié aux déformations permanentes à savoir l'essai de fluage statique uniaxial.

Ce mémoire est scindé en deux parties une première partie porte essentiellement sur la bibliographie, posant le cadre de notre étude et un résumé de quelques résultats des travaux de recherche sur la rhéologie et la modification des bitumes modifiés et des enrobés.

Par ailleurs, lors de ce rapport et dans la première partie à caractère bibliographique, nous exposerons les généralités sur les liants bitumineux, les additifs possibles, et les enrobés. Cette étude nous permettra entre autres, de présenter une synthèse des essais technologiques classiques et actuels qu'on effectue sur les bitumes routiers et sur le squelette d'enrobés ou corps de chaussés.

La deuxième partie axée sur les caractéristiques rhéologiques (campagne expérimentale)

- Le premier point est consacré à la détermination des caractéristiques des bitumes utilisés, puis nous présentons les résultats des essais d'analyse de polymère
- Deuxièmement, une partie est consacrée à la modification du bitume, déterminer les caractéristiques des bitumes modifiés à savoir : la consistance, l'influence de la granulométrie du polymère, étude au vieillissement et analyse chimique en analysant l'évolution des asphaltènes.
- Troisièmement, cette partie consacrée à la formulation de l'enrobé bitumineux et d'étudier l'influence des bitumes modifiés sur les enrobés par le biais de l'essai mécanique « essai de fluage statique »

Dans ce travail la caractérisation des comportements rhéologiques se fait uniquement sous forme expérimentale par des essais de pénétrabilité, ramollissement, ductilité et de fluage

*Partie :*  
*Etude*  
*Bibliographique*

## I BITUME

### I-1 Historique

Utilisé dès la plus haute antiquité, époque des Sumériens et Babylone (exemple les Égyptiens, l'utilise pour la conservation de leurs momies), le bitume naturel et la roche calcaire sous forme d'asphalte ont été utilisés dans certaines parties des constructions soit comme enduit en bâtiment ou pour des chemins piétonniers.

Il est d'abord nécessaire de faire la distinction entre les mots français "asphalte" et "bitume" et leur homologue anglais "bitumen" et "asphalt". Le terme anglais Américain "asphalt" désigne ce que l'on nomme bitume dans les pays francophones (contraction de l'expression officielle "asphalt cement")

### I-2 Origine

Les bitumes sont des produits issus de la distillation des pétroles bruts (riche en produit lourds asphalténiques). Divers modes de fabrication sont possibles. Après passage par la distillation atmosphérique on l'obtient soit par soufflage, distillation sous vide ou le désasphaltage.

### I-3 Fabrication

Après décantation, le pétrole étant chauffé à une température élevée (350-380°C), le résidu est recueilli puis traité selon l'utilisation

- La distillation sous vide : permet d'éliminer les constituants volatiles sans modification importantes de la structure chimique.
- Le soufflage : se fait à une température d'environ (240-250°C) avec introduction de l'air en présence de ( $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), et n'est pas utilisé comme bitume routier
- L'extraction ou « désasphaltage au solvant » : séparation physique des constituants des résidus.

### I-4 Composition chimique et structure des bitumes

**I-4.1 Composition chimique :** les bitumes sont des mélanges complexes. Ils contiennent des métaux lourds comme le nickel, le vanadium, le silicium, le fer, des hétéroatomes comme le soufre, l'azote et l'oxygène à savoir:

- carbone de 82 à 85 %, hydrogène de 8 à 11 %.
- oxygène, soufre, azote et autres de 2 à 3 %.

Il est de pratique de regrouper les différents constituants au sein de grandes familles chimiques. Ce sont les asphaltènes, résines, saturés et aromatiques

*Bitume = Asphaltènes + Maltènes (Saturés + Aromatiques + Résines)*

## 1) Les asphaltènes

Ce sont des solides amorphes noirs ou bruns, qui contiennent du Carbone, de l'hydrogène, de l'azote du soufre et de l'oxygène. Ce sont des matériaux aromatiques complexes très polaires (masse moléculaire entre 1000 et 100000 g/mole dans la majorité des cas). Leur taille varie de 5 à 30 nm. La teneur varie de 5 à 25 % du bitume total. Le rapport (hydrogène/carbone) H/C est de 1,1 [2].

## 2) Les maltènes

Les molécules de maltènes peuvent être encore séparées par chromatographie en trois familles :

a) **Les résines** : Solides ou semi solides bruns noirs, solides comme les asphaltènes. Ils sont composés de carbone, d'hydrogène, de faibles quantités d'oxygène, de soufre et d'azote. de nature très polaires (masse moléculaire entre (500 et 50000 g/mole). Le rapport H/C est de 1,3 à 1,4. Dans les bitumes routiers, la teneur habituelle des résines est de 13 à 25 % [2].

b) **Les aromatiques** : Ce sont des liquides visqueux bruns noirs. Ce sont des composés naphthéniques aromatiques de faible masse moléculaire (300 à 2000 g/mole) constitués de chaînes carbonées non polaires. Ils constituent 40 à 65 % du bitume total, le rapport C/H est de l'ordre de 0,7, la teneur en soufre peut atteindre 2 à 3 %.

c) **Les saturés** : Sont constitués d'hydrocarbures aliphatiques. Ce sont des huiles visqueuses non polaires de couleur blanche ou paille. La masse moléculaire est similaire aux aromatiques. Elle représente 5 à 20 % du bitume [2]. Le rapport atomique C/H est de 0,5 [74]. La proportion des différentes familles dépend de l'origine du brut, du mode de fabrication. D'une façon significative de la méthode de séparation, de grade et l'état de vieillissement du bitume.

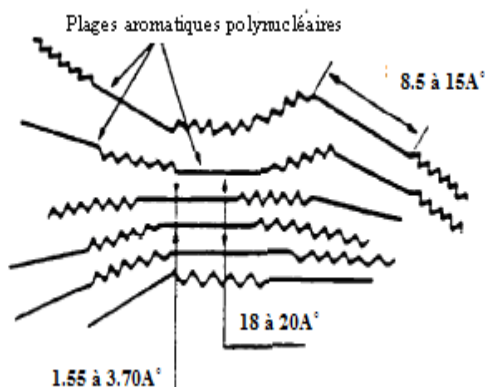


Fig 1.1 Coupe transversale de la structure des asphaltènes Yen [1]

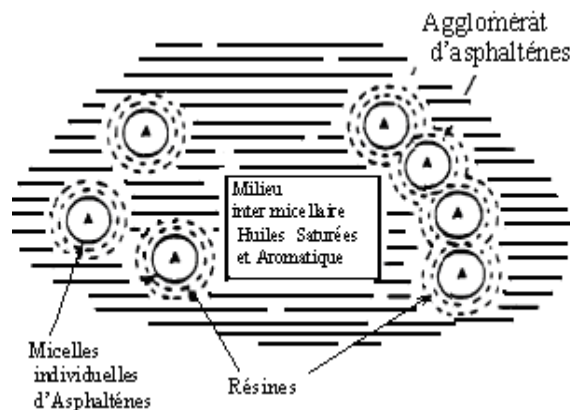


Fig 1.2 Représentation du modèle de structure colloïdale du bitume

**I-4.2 Les différentes méthodes de séparation** : grâce à des méthodes spécifiques, on peut caractériser et connaître profondément la structure des bitumes [75]. Parmi ces méthodes, on distingue :

- précipitation dans des solvants sélectifs;
- fractionnement par chromatographie sur colonne ou sur baguette;
- dosage des éléments en carbone. Hydrogène, oxygène, azote, soufre et métaux comme le Nickel et le Vanadium.
- spectroscopie infrarouge pour la connaissance des fonctionnalités et de la nature des produits chimiques essentiels.
- résonance paramagnétique électronique (RPE) pour le suivi de l'oxydation des vanadyles porphyrines au cours du vieillissement des bitumes;
- chromatographie sur gel perméable (GPC) pour la distribution des masses;
- séparation par voie chimique de ROSTLER et STERNBERG.

Une technique qui a toujours été utilisée pour l'analyse chimique des bitumes est la méthode de chromatographie sur baguettes de silice (IATROSCAN).

**I-4.2.1 Séparation par précipitation** : permet de séparer les bitumes en asphaltènes (partie insoluble dans les solvants de type n-alcanes) [6,7] et en maltènes (partie soluble. séparée en résine, hydrocarbures aromatiques et saturés)

**I-4.2.2 Extraction aux solvants sélectifs** : Consiste à traiter le bitume avec des solvants de polarité croissante qui précipitent des fractions de polarité décroissante. Le procédé est appelé Schweyer et Trader

On ajoute au mélange un solvant dont le rôle est de dissoudre une partie de ce mélange afin d'obtenir deux fractions de composition chimique plus simple. La séparation se fait généralement à froid. Cette technique d'épuisement, de lavage se fait jusqu'à ce que ce dernier ne dissolve plus rien. Les solvants les plus fréquemment utilisés sont ; l'eau, les alcools, l'éther éthylique, l'éther de pétrole, l'acétone, le benzène et le chloroforme.

#### **I-4.2.3 Chromatographie d'adsorption**

Le fractionnement par chromatographie est généralement précédé d'une séparation initiale du bitume en asphaltènes et maltènes par précipitation sélective dans des alcanes à faible poids moléculaire tels que le propane, le butane, le pentane, l'hexane et l'heptane. La procédure de fractionnement a été mise au point par Corbett [76].

La quantité d'asphaltènes dépend du solvant et du rapport de dilution. Plus le solvant est de poids moléculaire faible, plus la quantité d'asphaltènes précipitée est importante. Le solvant le plus utilisé est le n-heptane. Après évaporation du solvant, les maltènes se

présentent sous forme d'un liquide noir visqueux. La phase stationnaire qui est souvent utilisée est l'alumine.

#### **I-4.2.4 Chromatographie sur gel perméable (GPC)**

Cette technique est aussi appelée chromatographie d'extrusion stérique (CES) car elle est basée sur un fractionnement selon la taille moléculaire ou le volume hydrodynamique des molécules, et correspond à la phase stationnaire est gel, c'est-à-dire l'élution des molécules de soluté est retardés par leurs pénétrations dans les pores du gel remplis du solvant.

**I-4.2.5 Chromatographie liquides à hautes performance HPLC:** Elle utilise le même type d'appareil que le CES (chromatographie d'extrusion stérique), mais en pratique le solvant est injecté sous une pression de quelques MPa « 3 à 7 » pour accélérer le processus.

**I-4.2.6 Chromatographie sur baguette de silice (IATROSCAN) :** C'est une technique qui est fréquemment utilisée pour déterminer la composition chimique des bitumes. Cette technique d'analyse donne des résultats reproductibles, ce qui permet d'établir des comparaisons efficaces entre les bitumes.

Le support se présente sous forme d'une baguette de silice. Une goutte de mélange est disposée sur la baguette près de son extrémité puis on met le cadre verticalement dans un récipient contenant le premier éluant. Puis après un premier séchage, l'opération est répétée avec un deuxième éluant.

**I-4.3 Structure des bitumes :** Le modèle le plus connu et le plus utilisé est le modèle tridimensionnel proposé par YEN. En observant les asphaltènes solides par diffusion des rayons X (feuillet aromatiques reliés entre eux par des liaisons d'hydrogène ou par des ponts S et O) l'empilement des feuillets sont formés de particules. Ces particules s'associent en particules colloïdales soit sous la forme de micelles ou paquets de micelles que l'on appelle agglomérats.

Le caractère colloïdale du bitume peut être apprécié et quantifié par un indice appelé

$$\text{« indice d'instabilité colloïdales } I_c = \frac{[A_s + S]}{[A_r + R]} [20].$$

Cet indice prend les valeurs proches de 1 pour un bitume dans un état gel et près de 0.25 à l'état sol.

## **I-5 Les grandes catégories de bitumes**

### **I-5.1 Bitumes purs** : issus après distillation directe ou par soufflage.

Le soufflage (parfois renforcé par le chlorure ferrique ou acide phosphorique, etc.), il conduit à des bitumes ayant des points de ramollissement plus élevés que ceux obtenus par distillation. Il désydogénéise le résidu, conduit à une oxydation et polycondensation, forme de nouveaux asphaltènes à partir des phases maltènes.

Les grades habituels contiennent « 8 à 15 % d'asphaltènes » (produit par distillation) et ceux obtenus par soufflage « 15 à 20 % d'asphaltènes » pour les routiers (semi soufflé) et de 20 à 30 % d'asphaltènes pour les bitumes industriels (oxydés)

### **I-5.2 Bitumes spéciaux : non normalisés.**

**a) Bitumes durs** : Ils sont de grades 5/10, 10/20,15/25,25/35, ils sont généralement employés en couche de base ou de liaison. Ils permettent d'éviter les déformations par fluage.

**b) Bitumes multigrades** : ont un très large intervalle de température d'emploi que les bitumes purs normalisés, présentent un indice de pénétrabilité élevé (0 à +2) et une résistance importante aux déformations de type orniéage.

**c) Bitumes pigmentables** : Ce sont des bitumes pauvres en asphaltènes, qui ne peuvent être obtenus qu'à partir des bruts légers. Ils sont employés le plus souvent en enrobés à chaud.

**I-5.3 Bitumes industriels ou oxydés** : obtenus par soufflage, dont le point de ramollissement peut atteindre 100°C à 115°C et la pénétrabilité très faible (inférieure à 10 [1/10mm]). La teneur en asphaltènes est en générale supérieur à 20 %.

**I-5.4 Bitumes fluidifiés : constitué par ajout d'une coupe pétrolière fluide \_ de type** Kérosène à un bitume mou de type 100/120 ou 70/100. On obtient différents grades classés selon leurs viscosités à 40°C (Cut back)

**I-5.5 Bitumes fluxés** : le fluxant est une huile de houille ou une huile de pétrole, on l'obtient en fonction de la pseudo viscosité à 40 °C.

## **I-6 Rhéologie et composition chimique des bitumes**

La rhéologie est la science de la déformation et de l'écoulement de la matière. Certains matériaux, parfaitement élastiques, obéissent à la loi de Hooke (la contrainte de cisaillement est alors proportionnelle au gradient de la déformation).

D'autres, purement visqueux, obéissent à la loi de viscosité de Newton (la contrainte de cisaillement est proportionnelle au taux de cisaillement).

**I-6.1 La notion rhéologie** est associée directement aux lois de comportement mécanique des matériaux.

Cependant, il existe des matériaux qui ont un comportement intermédiaire. Ce sont les matériaux viscoélastiques, tels que les bitumes et les polymères, qui ont donc un comportement rhéologique plus complexe. Ce dernier est qualitativement bien représenté par le modèle de Maxwell pour l'état liquide et par le modèle de Kelvin-Voigt pour l'état solide. Ces deux modèles sont présentés à la figure ci après.

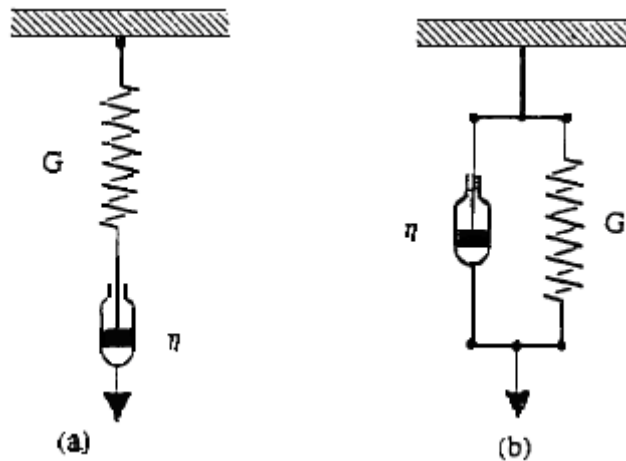


Fig 1.3 Modèle de Maxwell (a) et de Kelvin-Voigt (b)

## I-6.2 Propriétés rhéologiques

Les propriétés rhéologiques des bitumes ont suscité un grand nombre d'études et ce, depuis fort longtemps.

### a) Viscosité

Les propriétés rhéologiques d'un bitume dépendent de façon importante de la teneur en asphaltènes. A température constante, la viscosité du bitume s'accroît, lorsque la concentration en asphaltènes augmente surtout s'ils sont sphériques.

Lorsque la température augmente la viscosité diminue avec la disparition des associations formées. Si la température décroît le bitume présente un caractère plus en moins non newtonien.

**Viscosité dynamique** : réalisable à des températures élevées à taux de cisaillement contrôlé,  $\eta$  étant le rapport de contrainte de cisaillement ( $F/S$ ) au taux de cisaillement ( $v/e$ ) donnée

$$v ; \text{ vitesse linéaire de l'écoulement } \frac{F}{S} = \eta \left( \frac{v}{e} \right)$$

$e$  : épaisseur de la couche cisailée

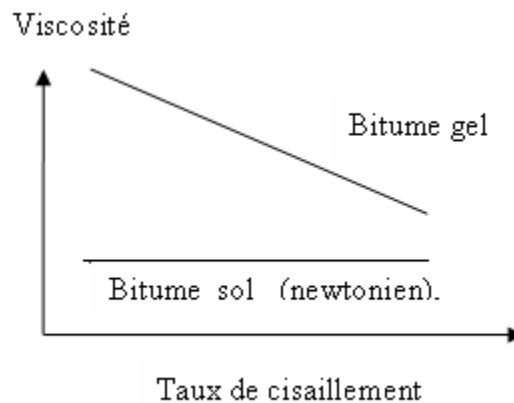
**Viscosité cinématique :** ( $\nu$ ) rapport de la viscosité dynamique à la masse volumique donnée

$$\nu = \left( \frac{\eta}{\mu} \right) [m^2 s^{-2}] \quad \mu : \text{masse volumique.}$$

**b) Viscoélasticité :**

Les bitumes de type sol-gel (usuels) manifestent un caractère viscoélastique. C'est à dire que le comportement est élastique pour des temps de charge courts, et tend vers un comportement visqueux si le temps de l'application se prolonge.

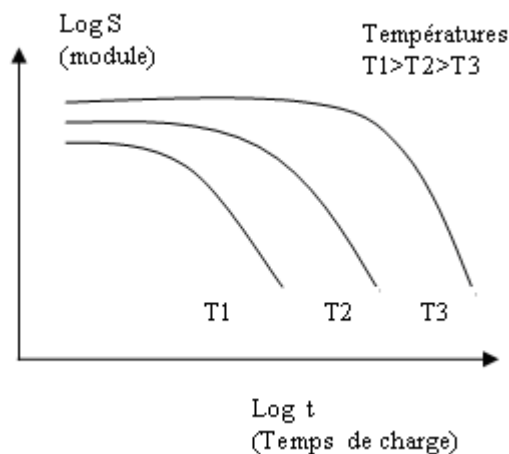
Ces deux propriétés sont en lien direct avec la consistance du bitume et sa susceptibilité thermique.



**Fig 1.4** Viscosité des bitumes sol gel en fonction du taux de cisaillement [5].

Ce comportement est caractérisé par le module de rigidité (figure 1.5), désigné par  $S$  (rapport de  $\sigma / \varepsilon$ ). Où

- il est constant en fonction du temps de charge pour un matériau solide élastique idéal.
- linéaire en coordonnées log-log pour un corps essentiellement visqueux.



**Fig 1.5** Module de rigidité des Bitumes [5].

c) **Module Complexe**: illustré par l'application d'une sollicitation sinusoïdale à un matériau, en traction –compression ou en cisaillement. Il représente le rapport des amplitudes de la contrainte sinusoïdale appliquée et de la déformation correspondante.

$$S^* = \frac{\sigma}{\varepsilon} e^{i\varphi}$$

$\varphi$  : Angle de retard ou angle de perte

$S^*$  : norme de module complexe qui caractérise effectivement la rigidité

En général le module complexe en traction est noté  $E^*$ ,  $G^*$  module en cisaillement

$$E^*(\omega) = (E'^2 + E''^2)^{1/2}$$

$$E^* = E' + iE''$$

$E'$  : cette partie réelle est appelée module élastique. Elle correspond à la partie de l'énergie emmagasinée dans le bitume et susceptible d'être restitué en fin de sollicitation.

$E''$  : module de perte : il correspond à la dissipation de l'énergie par frottement

On définit l'angle de perte

$$\tan \varphi = \frac{E''}{E'}, \quad E'' = E^* \sin \varphi \quad E' = E^* \cos \varphi$$

- Corps purement élastique  $\varphi = 0$  et  $E'' = 0$

- Un corps purement visqueux, newtonien ( $\varphi = \pi / 2$  et  $E' = 0$ ).

La valeur  $\varphi = \pi/4$  il sépare le domaine à caractère visqueux du domaine à caractère élastique.

Un matériau à 60 °C, présentant un angle  $\varphi < \pi / 4$ , manifeste majoritairement un comportement élastique. L'angle de phase est donc un paramètre important servant à décrire les propriétés viscoélastiques des matériaux.

### I-6.3 Classement Rhéologique

La variation de la consistance du bitume avec la température c'est à dire la susceptibilité thermique (A) lui attribue un caractère viscoélastique. En mesurant la pénétrabilité à différentes températures, les différents points s'alignent en coordonnées logarithmiques

selon l'expression :

$$A = \frac{\log(\text{pen}(T_1)) - \log(\text{pen}(T_2))}{T_1 - T_2}$$

A l'aide de cette droite de pénétration il est possible de déterminer la susceptibilité thermique, et l'indice de pénétrabilité IP ou « "Pénétration Viscosity Number" » PVN [14]

Le PVN, est défini à partir des mesures de pénétration à 25 °C et de la viscosité cinématique à 135 °C de la manière suivante:  $IP = (20 - 500A)/(1 + 50A)$

A : diffère selon les écoles : LCPC mesure la pénétrabilité à cinq températures pour vérifier la linéarité de la loi.

$$PVN = \left( \frac{4.258 - 0.7967 \log P - \log X}{0.7951 - 0.1858 \log P} \right) - 1.5$$

Avec P: pénétration à 25°C et X: viscosité cinématique à 135 °C.

Pfeifer et Van Doormaal utilisent la pénétrabilité à 25°C et la température de ramollissement TBA en estimant à 800 [1/10mm] la pénétrabilité du bitume à cette température.

IP	état	Cas da bitume
IP<-2	très susceptible	
IP très faible très proche de zéro	moyennement susceptible	Les bitumes de distillation directe.
Nettement positif	peu susceptibles	La plupart des bitumes soufflés

À l'heure actuelle, les bitumes sont caractérisés par leur pénétration à 25 °C ou par leur viscosité à 60 °C.

La susceptibilité thermique des bitumes Chambard et al 2003 [32] est définie par l'indice de pénétrabilité  $IP = (20 - 500d)/(1 + 50d)$

d : est obtenue à partir de pénétrabilité à 25°C est la température TBA en admettant qu' à cette température la pénétration est de 800 [1/10mm]

$$d = \frac{(\log 800 - \log pen)}{TBA - 25}$$

À la température Fraas la déformation maximale subie par le bitume avant rupture était de 1,64% .généralement on admet pour les bitumes routiers à cette température, qu'ils ont un module de 100 MPa et la pénétrabilité de 1,25 est dixième de millimètre [5].

Dans le cas des bitumes et des polymères non réticulés à faible masse moléculaire, le facteur de translation  $a_T$  peut être calculé en utilisant l'expression suivante, développée à

partir de la théorie de Rouse [8]  $a_T = \frac{\eta T_0 \rho_0}{\eta_0 T \rho}$

Où  $(\eta, \eta_0)$  et  $(\rho, \rho_0)$  sont respectivement les coefficients de viscosité et les masses volumiques aux températures T et  $T_0$ . Par ailleurs, le coefficient  $a_T$  dépend de la température et cette dépendance peut être modélisée de deux manières différentes:

Williams Landel et Ferry (WLF) du côté de hautes températures, au dessous de point de ramollissement TBA propose la formule suivante pour décrire l'influence de la température sur la viscosité [9].

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

Où les constantes  $C_1$  et  $C_2$  sont respectivement égales à 8,86 et 101.6 pour une température de référence  $T_0$  qui doit être déterminée et qui est une caractéristique de chaque bitume.

Cette relation est applicable dans le cas des polymères pour des températures comprises entre  $T_g$  et  $T_g + 100^\circ \text{K}$  ( $T_g$  : température de transition vitreuse). Certains auteurs, dans le cas des bitumes, ne considèrent cette équation qu'au-dessus de la température de ramollissement. En dessous de  $T_0$ , les constantes  $C_1$  et  $C_2$  n'ont plus la même valeur.

par l'équation de type Arrhenius : 
$$\log a_T = \frac{\Delta H}{2.303R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)$$

Où  $\Delta H$  est assimilé à une énergie d'activation de l'écoulement et  $R$  est la constante des gaz parfaits (8.31j/mole $^\circ\text{K}$ ).

Cette relation est applicable pour les polymères à des températures supérieures à  $T_g + 100^\circ \text{K}$  et elle est utilisée en dessous de  $T_0$  pour les bitumes. Cette théorie développée pour les polymères, mais divers travaux ont montré que ces équations sont applicables aux bitumes tout au moins dans la zone de viscoélasticité linéaire [10, 11, 12,13].

En ce qui concerne la zone de viscoélasticité non linéaire, la rhéologie des bitumes aux températures ambiantes et intermédiaires est donnée par le degré d'association des asphaltènes et par la proportion relative des autres composants dans le système afin de stabiliser cette association.

#### I-6.4 Etat Structuraux du bitume

Trois types de structures sont à considérer : selon Dron, Bestougef, Voinovitch [21] qui prennent en compte les transitions entre les divers états en plus de la température (figure 1.6).

- a) **Structure GEL** : caractérisée par l'agglomération de micelle d'asphaltènes formant ainsi un réseau continu. Ces bitumes sont riches en asphaltènes et ont une phase maltènes, pauvre en hydrocarbures aromatiques, ils ont un comportement élastique.
- b) **Structure SOL** : caractérisée par une péptisation totale des micelles d'asphaltènes par les résines. Ces bitume à phase maltène riche en aromatiques ont un comportement VISQUEUX (newtonien)

c) **Structure Sol – Gel** ; situation intermédiaire, la majorité des bitumes routiers ont cette structure, ils ont un comportement VISCOELASTIQUE.

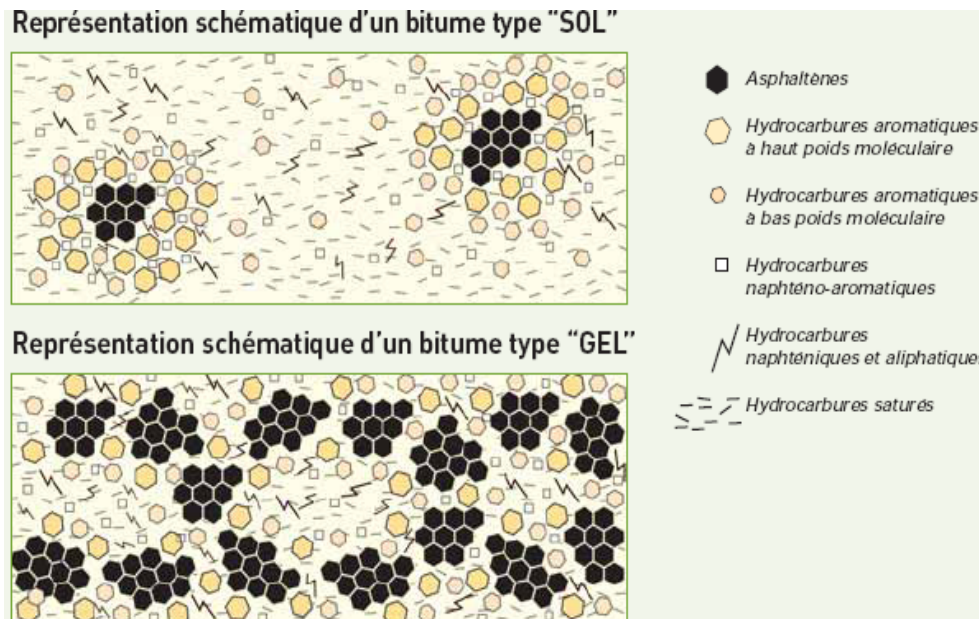


Fig 1.6 Représentation schématique des structures gel et sol [2]

### I-6.5 Vieillessement des bitumes :

Le vieillissement se manifeste le plus couramment par un accroissement de la viscosité ou une diminution de la pénétrabilité.

Le bitume doit être caractérisé adéquatement pour prédire son comportement aux températures de service, à l'action de l'eau, l'air, la lumière et les agents chimiques.

En présence d'eau et d'éléments nutritifs et énergétiques, les micro-organismes peuvent se développer et biodégrader le bitume. Si certaines conditions de salinité, de PH (<12), de température (<70°C) et de pression sont respectées dans un stockage profond, il ne faut pas exclure le développement de bactéries [16].

Il s'agit d'évaluer l'effet de vieillissement à court et à long terme et de le contrôler à hautes températures (résistance aux déformations) et à basses températures (résistance aux fissurations).

On distingue en effet :

- Le vieillissement physique : qui se traduit par deux processus
- Processus réversible, le refroidissement du bitume et la présence des paraffines qui se cristallisent à froid.
- Processus irréversible qui est dû à l'évaporation de substances volatiles (variation des propriétés rhéologiques d'une façon significative et permanente).

- Vieillesissement chimique : se manifeste par une diminution de pénétrabilité, très complexe du à des réactions d'oxydation et de polymérisation. L'oxydation est un phénomène irréversible. Il conduit soit à la formation d'asphaltènes soit à la formation de groupements polaires.

### I-7 L'eau dans le bitume

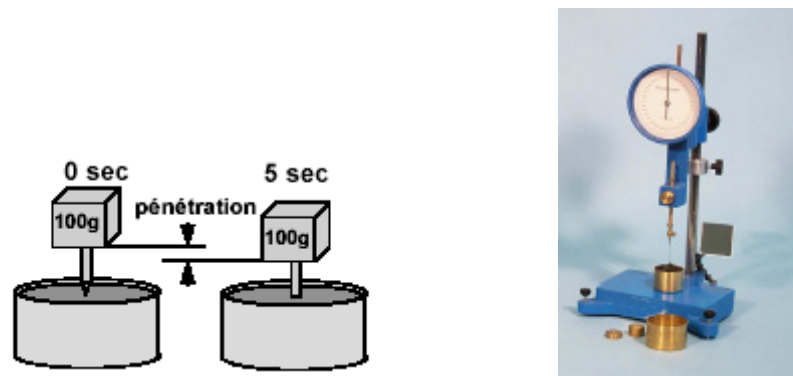
L'eau à l'état liquide ou gazeux favorise la dégradation du bitume.

La solubilité de l'eau dans le bitume pur est de l'ordre de 0,001 à 0,01 %, la valeur la plus élevée attribuée dans la littérature est de 0,5%. (Si cette eau atteint les agrégats, une absorption lente a été observée pour des agrégats poreux à une humidité relative de 40-50% [28], l'équilibre à l'interface bitume agrégat peut être déstabilisé.

### I-8 Essais sur le bitume :

#### I-8.1 Essai de pénétrabilité à l'aiguille (NFT66 004)

L'essai consiste à mesurer l'enfoncement d'une aiguille normalisée (sous l'effet d'une charge de 100g) au bout d'un temps de 5 secondes, dans une coupelle de bitume à une température de  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ . La valeur de la pénétration est d'autant plus grande que le bitume est mou. Cette valeur est donnée par la profondeur, exprimée en  $[1/10 \text{ mm}]$  (figure 1.7).



**Fig 1.7** Schéma de pénétrabilité pour le bitume et Pénétrömètre à aiguille

**I-8.2 Essai bille anneau (NFT66 004) :** L'essai consiste à déterminer la température notée (TBA) à laquelle un bitume subit une déformation irréversible pour des contraintes bien définies. Ou un anneau rempli de bitume chauffe jusqu'à ce que le bitume se déforme sous le poids d'une bille d'acier normalisée.

En relation avec la pénétration, le point de ramollissement permet d'évaluer la susceptibilité d'un bitume à la variation de température et sa consistance relative dans un enrobé.

**I-8.3 Viscosité absolue**

Elle mesure la consistance ou la résistance à l'écoulement d'un bitume à la température maximale que peut généralement atteindre un revêtement bitumineux, c'est à dire 60 °C. Il existe une corrélation entre cette résistance et les phénomènes de déformation des revêtements en béton bitumineux, particulièrement celui de l'orniérage. Ainsi, un bitume de viscosité absolue élevée minimisera la déformation de l'enrobé dont il fait partie.

**I-8.4 Viscosité cinématique**

Le but de cette expérience est de déterminer la résistance à l'écoulement d'un bitume routier à haute température (135°C). Plus elle est élevée, plus la fluidité est faible. La viscosité permet d'évaluer indirectement la fluidité d'un bitume à l'enrobage.

**I-8.5 Détermination du point de flamme et point d'éclair en vase ouvert (NF T 60-118)**

Le résultat en degrés Celsius, indique la température à laquelle ou au-dessus de laquelle le liant bitumineux risque de prendre feu instantanément; c'est au fait celle où certaines précautions doivent être prises.

**I-8.6 Détermination de la recouvrance élastique (NF EN 13398)**

Le but est de mesurer les propriétés d'élasticité d'un bitume modifié par l'ajout d'un additif. Avec un bitume polymère par exemple, la recouvrance (ou la récupération) élastique dépasse généralement 60%, alors qu'elle est presque nulle avec un bitume classique.

**I-8.7 Détermination de la force de ductilité**

À cet effet, on mesure la force d'étirement d'un bitume en fonction de son élongation. Les résultats servent surtout à tracer les courbes illustrant les contraintes en fonction de la déformation.

**I-8.8 Stabilité au stockage**

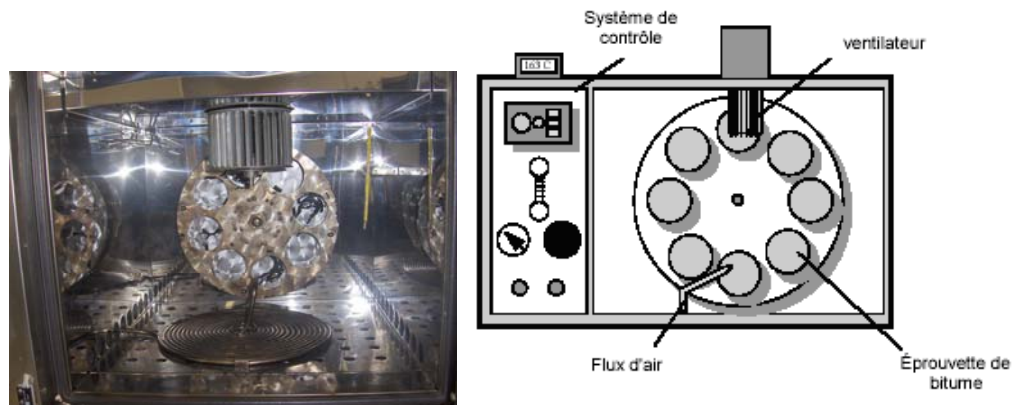
Ce test sert à vérifier la démixtion de l'additif (généralement utilisé pour les polymères) avec le bitume lors d'un entreposage à chaud. On mesure le point de ramollissement des parties supérieure et inférieure d'un échantillon de bitume soumis aux conditions d'entreposage.

**I-8.9 Test de vieillissement (RTFOT) Rolling Thin Film Oven Test (NF T 66-032)**

Cet essai vise à évaluer quantitativement la tendance d'un bitume à s'oxyder et à durcir sous l'influence de la chaleur. On tente ainsi de caractériser les liants après un vieillissement artificiel rappelant les conditions d'utilisation dans une centrale d'enrobage.

L'évaporation des huiles légères contribue au durcissement du bitume par dessiccation.

De plus, l'augmentation de la dureté déterminée par la pénétrabilité, reflète la susceptibilité du bitume à l'oxydation. Retenons que le RTFOT est l'essai le plus représentatif du vieillissement des bitumes dans les centrales d'enrobage. A l'enrobage, les granulats chauffés aux environs de  $160^{\circ}\text{C}$  sont mis en contact avec le bitume chaud qui se répartit en film mince autour du granulat, favorisant ainsi un vieillissement du liant. L'oxydation chimique est violente car l'apport énergétique est intense (température et oxygène de l'air).



**Fig 1.8** Appareillage et schéma d'essais RTFOT

Pour l'essai RTFOT, dans des conditions d'essai précises, le bitume, placé en film mince, est régulièrement exposé à un flux d'air chaud dont le débit est contrôlé. On mesure ensuite les propriétés habituelles sur le liant vieilli : pénétrabilité et température de ramollissement bille et anneau. Ces valeurs, dites après RTFOT, sont alors comparées aux valeurs initiales. Elles sont plus proches de celles du liant extrait de l'enrobé, que de celles obtenues sur le bitume d'origine.

#### I-8.10 Essai de fluage et viscosité à taux zéro

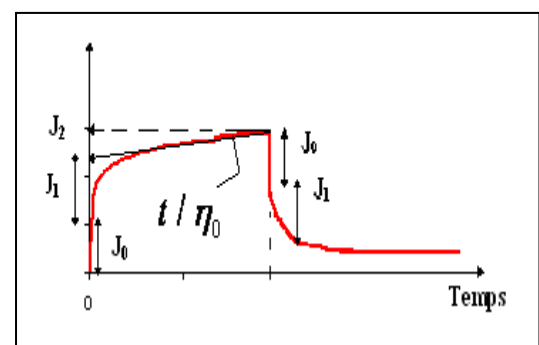
C'est un essai de fluage suivi d'un essai de relaxation [26]. La fonction de fluage  $j(t)$  d'un fluide viscoélastique se décompose en trois contributions, aussi bien en fluage qu'en relaxation de courte durée :

Une composante élastique instantanée  $J_0$

Une composante élastique différée  $J_1$

Une composante visqueuse de dissipation  $J_2$ .

L'appareillage préconisé pour cet essai est un rhéomètre à contrainte contrôlé muni d'un système régulateur de température afin d'assurer une bonne homogénéité.



**Fig 1.9** : Détermination de  $\eta_0$  à partir des essais de fluage et de relaxation.

### I-8.11 Température de fragilité FRAASS (NF T 66-006)

La température de fragilité Fraass correspond à la température à laquelle un film mince de bitume rompt sous l'effet d'une flexion, dans des conditions opératoires de fabrication.

Cet essai empirique donne une indication sur les propriétés d'un bitume aux basses températures.

Ramond et Such (1990) précisent que, par expérience, on sait que la zone critique où se présentent les phénomènes de fissuration correspond à des liants bitumineux dont [22]

- la pénétration est inférieure à 20 1/10 mm.
- la température de ramollissement est supérieure à 70°C.

### I-8.12 L'essai PAV "Pressure Aging Vessel" (AASHTO)

L'essai permet de caractériser le vieillissement des bitumes in-situ (après 3 à 5 années de service). Le résidu de l'essai RTFOT est chauffé et versé dans des plateaux métalliques (coupelles contenant environ 50g de liant) qui constituent les éprouvettes de l'essai PAV. Ces plateaux sont rangés dans un rack qui sera placé dans un récipient dans une enceinte thermique. A la température de l'essai (100°C), une pression d'air de 300psi (psi=20bars=2MPa) est appliquée dans le récipient. Après une durée de vingt heures (qui constitue un avantage important de l'essai), la pression est diminuée lentement (8 à 10 minutes). Les plateaux d'éprouvettes sont placés ensuite dans un four à 163°C pendant 30 minutes.

On mesure alors les propriétés habituelles du liant, pénétrabilité et température de ramollissement bille et anneau. Ces valeurs, dites après PAV, sont alors comparées aux valeurs initiales et aux valeurs obtenues après RTFOT. Une schématisation de cet essai est présentée (figure 1.11)

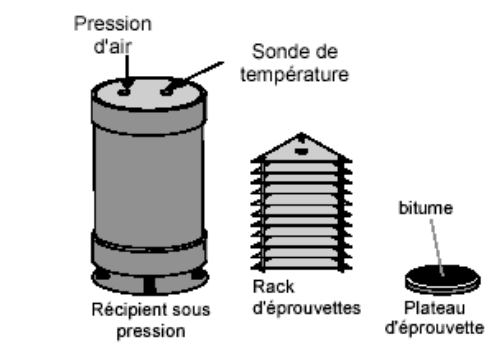


Fig 1.10 Essais de PAV (droite)

### I-8.13 Essais des caractéristiques intrinsèques

Afin de caractériser l'évolution du comportement du bitume depuis l'état liquide à l'état solide viscoélastique, l'essai de mesure de module complexe est le plus approprié. Huet [46], Christensen et Anderson [13] Ramond et al [22] ont permis de déterminer les caractéristiques intrinsèques du matériau (module et angle de phase)

Il est possible de connaître les propriétés du bitume à n'importe quelle température par construction de sa courbe maîtresse [32], si les liants vérifient le principe d'équivalence temps température (PETT) [37].

#### Essai de module complexe

Il s'agit d'appliquer à une éprouvette de bitume pour une température  $\theta$  donnée, une sollicitation sinusoïdale de fréquence ( $f = \omega / 2\pi$ ) dans le domaine des petites déformations, dans le cas de comportement viscoélastique linéaire, la réponse à une telle sollicitation est également une sinusoïde mais déphasée d'un angle  $\delta$  [37],

Une déformation de type  $\varepsilon^*(t, \omega, \theta) = \varepsilon \sin(\omega t)$  est appliquée à une éprouvette de bitume et la réponse en contrainte est  $\sigma^*(t, \omega, \theta) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta)$

Le module complexe est définie par le rapport de  $\sigma^*(t, \omega, \theta)$  et  $\varepsilon^*(t, \omega, \theta)$

### I-8.14 Essai au "Bending Beam Rheometer"[71]

Ou encore appelé rhéomètre poutre en flexion. Le programme américain SHRP (Strategic Highway Research Program) a permis de mettre en place un ensemble de méthodes d'essais et de spécifications).

Il s'agit d'un essai de fluage à basses températures par flexion sur barreau de bitume.

Pour conduire l'essai, le barreau de bitume est immergé dans un bain dont la température est maintenue au niveau requis pour l'essai. Une charge constante de 100 grammes est appliquée sur la poutre pendant 240 secondes, période pendant laquelle la déflection est mesurée

### Conclusion

Ce corps viscoélastique présente des structures diverses et variées. Les applications routières exigent, des qualités qui dépassent les limites possibles de tous les bitumes. Des additifs ont alors été utilisés pour améliorer leurs propriétés d'usage et notamment des polymères.

## II POLYMERE

### II-1 Introduction

Des recherches ont été effectuées depuis les années soixante, afin d'améliorer les performances des bitumes, faire face à l'accroissement des contraintes, afin de réaliser des revêtements plus résistants (bitume idéal). Parmi les méthodes de modification employées citons [3].

-Modification chimique par ajout de soufre, réactions avec de l'acide chlorhydrique ou de l'anhydride maléique [4].

-Mélange du bitume conventionnel avec du bitume soufflé.

-Ajout de latex.

-Ajout de résidus de plastique (PET et HDPE), de polymères et de caoutchouc.

-Ajout de poudrette de caoutchouc provenant de pneus usés.

-Ajout de lignine.

-Ajout de noir de carbone commercial;

-Ajout de noir de carbone pyrolytique provenant de pneus usés.

L'ajout de polymères, de noir de carbone et l'utilisation de bitumes soufflés, sont de loin les techniques les plus utilisées de nos jours.

Pour éviter une forte hétérogénéité et pour obtenir de bonnes propriétés mécanique et physique du bitume, la chimie macromoléculaire et les producteurs de liants bitumineux présentent une large gamme de produits (polymères).

### II-2 Définition d'un polymère

Le polymère est une substance constituée de macromolécules dont la structure est caractérisée par un grand nombre de répétitions de groupement d'atomes appelés unités structurales, ou motifs monomères [5].

La masse moléculaire moyenne ainsi que la distribution des masses moléculaires influent sur la mise en forme et les caractéristiques (module d'élasticité, résistance à la rupture et au chocs) des polymères.

Pour pouvoir déterminer le degré d'hétérogénéité on définit :

La masse moléculaire moyenne en nombre  $\overline{Mn}$  et la Masse moléculaire moyenne en poids  $Mp$  [5] où

$$\overline{Mn} = \frac{\sum n_i M_i}{\sum n_i} \qquad \overline{Mp} = \frac{\sum \overline{n_i} M_i^2}{\sum n_i M_i}$$

$n_i$  ; nombre de molécule de degré de polymérisation  $i$ .

$M_i$  ; masse moléculaire de la molécule de degré de polymérisation

L'indice de molécularité :  $I = \frac{M_p}{M_n}$   $I=1$  pour les polymères iso moléculaire [5].

### II-3 Structures de polymère

On distingue : les polymères à structure linéaire (figure 2.1 a), qui ont la propriété de se ramollir quand on les chauffe, de manière réversible à cause de l'individualité des macromolécules (matériaux thermoplastiques). Les polymères tridimensionnels réticulés (figure 2.1 b) qui n'ont pas d'individualité, ont un comportement thermo rigide.

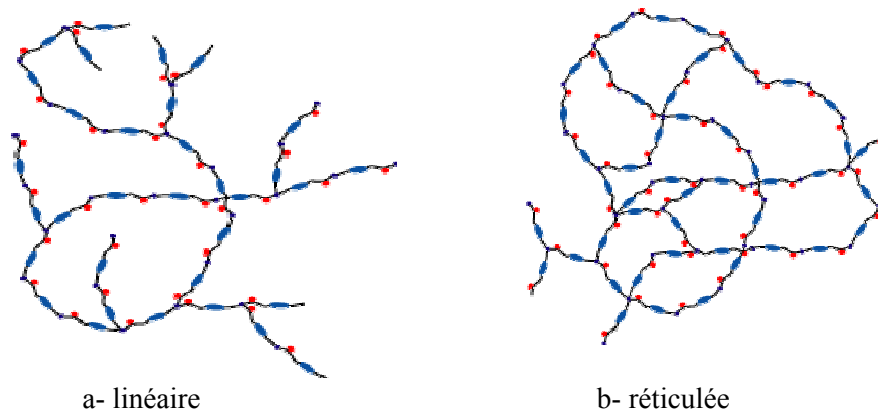


Fig 2.1 structures des polymères

### II-4 Principaux polymères utilisés en génie civil

Les principaux polymères utilisés en génie civil sont :

- polychlorure de vinyle ou chlorure de polyvinyle ou PVC
- thermo rigide manufacture (aminoplaste, phénoplaste, polystère)
- polyoléfines (polyéthylène et polypropylène) PEHD, PEPD, PP.
- polystyrène PS et PSE
- polyméthacrylates PMMA etc

On trouve aussi les résines époxydes, les silicones les élastomères de la famille EVA

### II-5 Classement des polymères selon les propriétés:

**a) Les thermodurcissables** : terme provenant de plasturgie (opposé de thermoplastique). L'enchaînement de leurs molécules forme un réseau tridimensionnel qui s'oppose à toute mobilité thermique, ils durcissent d'une façon irréversible.

**b) Les thermoplastiques :** malléables sous l'effet de la température de façon réversible. Ils sont combinés au bitume à une température élevée. Les thermoplastiques sont tous les polysulfures, polyisoprènes, polyoléfinés du type polyéthylène, polypropylène et leurs copolymères. Ils sont subdivisés en deux familles : les élastomères et les plastomères.

**c) Les élastomères et les plastomères** se distinguent, aux températures d'usage par des comportements différents de point de vue (rigidité, déformabilité, résilience).

- pour les plastomères, la déformation élastique s'accompagne d'une déformation permanente qui peut être relativement importante.

- les élastomères, présentant l'élasticité du caoutchouc à la température ambiante. résistent bien à l'influence des huiles, les essences et à l'oxygène. Ils sont sensibles à l'eau.

## **II-6 Les polymères utilisés pour la modification**

Les polymères les plus utilisés pour la modification des caractéristiques des bitumes sont :

### **II-6.1 Les copolymères Éthylène Acétate de Vinyle (EVA)**

La principale propriété de ces copolymères réside en leur excellente compatibilité avec le bitume, selon leur teneur en acétate de vinyle, ainsi que leur résistance à la craquelure en flexion et à la vibration répétée, leur stabilité thermique et leur coût raisonnable.

La température de transition  $T_g$  pour les EVA est voisine de  $-40\text{ }^\circ\text{C}$ .

**II-6.2 Les copolymères Styène- Butadiène- Styène (SBS) :** ces polymères sont encore plus utilisés que les EVA. Présentant un comportement élastique dans les conditions d'usage, à hautes températures, le SBS se comporte comme un corps plastique et élastique à plus basse température est donc totalement réversible.

Ce styène de deux phases à température ambiante (le polybutadiène à une  $T_g = -90\text{ }^\circ\text{C}$  et le polystyrène à une  $T_g$  d'environ  $100\text{ }^\circ\text{C}$  devient homogène au dessus de  $90\text{ }^\circ\text{C}$ .

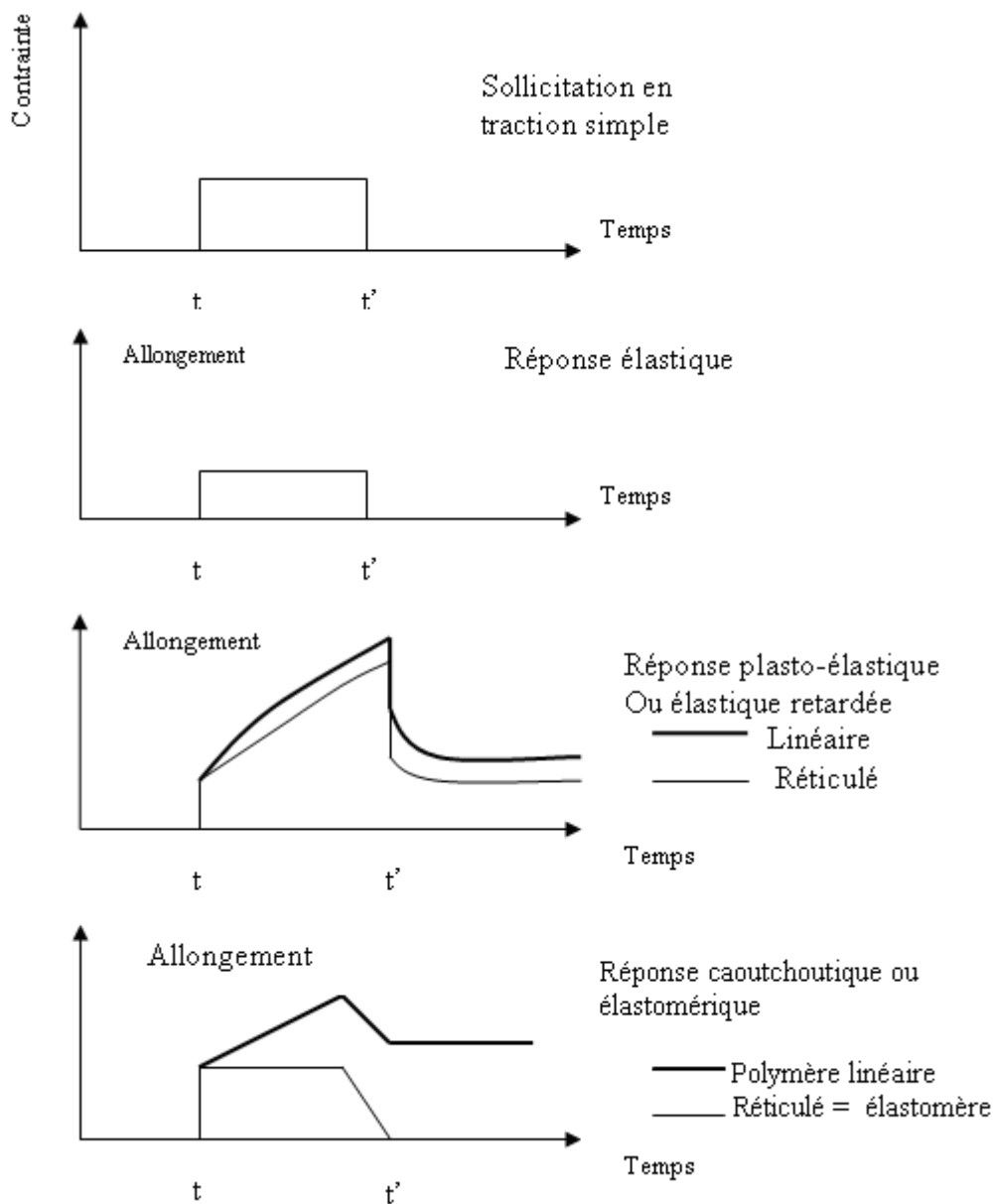
Les meilleures caractéristiques mécaniques sont obtenues à température ordinaire. Les SBS ont connu un grand essor de par leur structures et leur propriétés qui leur ont permis d'avoir de nombreuses applications dans plusieurs domaines : chaussés 67%, adhésifs 9%, modification des bitumes 14%, et de plastiques 6 %.

**II-7 Comportement Rhéologique des Polymères :** Les polymères sont des matériaux aux propriétés rhéologiques complexes au sens où ils présentent des propriétés à la fois visqueuses et élastiques (viscoélastiques) sous différentes conditions de contrainte, de déformation et de température. Le meilleur exemple est le mastic qui laissé au repos sous l'action du temps et de la gravité s'écoule comme un fluide ou comme une pâte pour former une flaque. Si le matériau est roulé en boule lancé comme une balle, il rebondit comme un

solide élastique. Enfin, s'il est étiré rapidement il casse proprement comme s'il s'agissait d'un morceau de plastique.

**II-7.1 Mesure des propriétés rhéologiques des polymères :** elle est faite la plupart du temps sur des solutions diluées de polymères ou sur des polymères fondus. Cette mesure permet de déterminer la masse moléculaire, la distribution de masse moléculaire et le degré de branchements.

Pour caractériser le comportement rhéologique du matériau on le soumet à un essai de fluage. Cet essai permet aussi de décrire les différents comportements (figure 2.2):



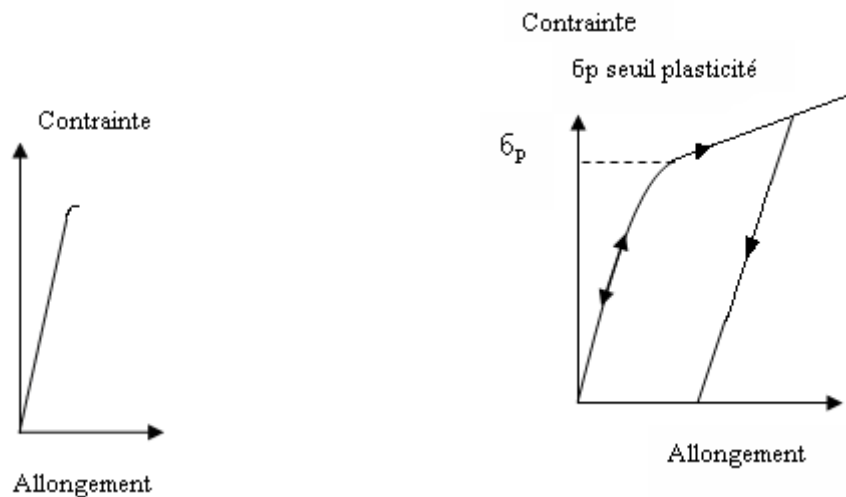
**Fig 2.2** Réponse d'un polymère à une sollicitation mécanique de fluage

**II-7.2 Comportement élastique :** Comportement commun à tous les polymères à basse température, la courbe de traction présente une partie linéaire (figure 2.3) correspondant à une déformation élastique réversible, le module d'élasticité est élevé (de l'ordre de  $10^3$  à  $10^4$  MPa) alors que l'allongement à la rupture est faible. Ce comportement concerne les polymères linéaires.

**II-7.3 Comportement élastoplastique :** sous l'effet de la sollicitation en traction le polymère est susceptible de passer par un état où les chaînes ont tendance à glisser les unes sur les autres.

Sa courbe de traction débute par une partie linéaire (élasticité) et se termine en un point appelé seuil de plasticité (figure 2.4). Deux phénomènes se superposent : une déformation élastique retardée faisant intervenir l'état conformationnel des molécules, donc réversible, et une déformation plastique irréversible, accompagnée souvent d'un durcissement du matériau. Il s'agit d'un comportement plastique, ou plutôt élastoplastique.

Lorsqu'on supprime la contrainte avant la rupture du matériau, ce dernier récupère uniquement la partie élastique de son allongement, évidemment pas sa déformation plastique. Les polymères qui manifestent ce comportement sont appelés les plastomères.



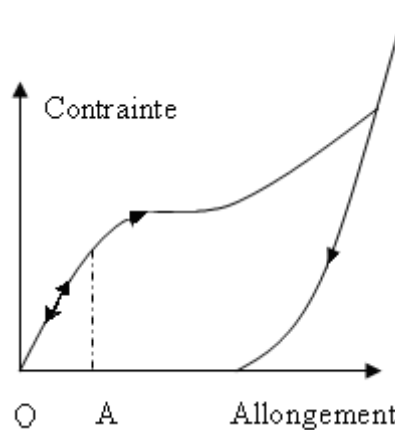
**Fig 2.3** Comportement élastique

**Fig 2.4** Comportement élastoplastique.

**II-7.4 Comportement caoutchoutique :** ce comportement met en jeu l'équilibre conformationnel des macromolécules, car l'étirement de caoutchouc se traduit par un échauffement.

On constate que le retour élastique ne se fait pas exactement selon la courbe d'étirement mais avec un retard et dissipation de chaleur. Les polymères qui manifestent ce comportement sont appelés élastomères.

OA : cette partie correspond au faible niveau de contrainte, lors de petites déformations.



**Fig 2.5** Comportement caoutchoutique

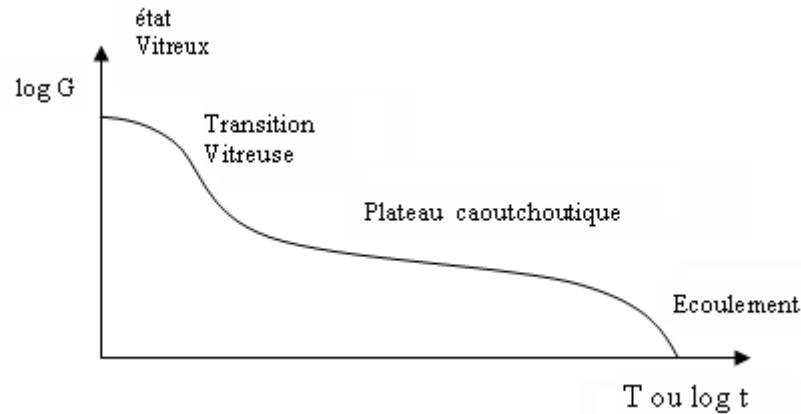
**Cas des polymères réticulés :** l'existence de segment reliant les chaînes entre elles crée des forces de rappel qui confèrent aux polymères réticulés des comportements sensiblement différents.

**II-7.5 Equivalence temps température :** les différents comportements sont obtenus à une vitesse donnée de traction et à différentes températures.

Cette double dépendance des propriétés mécaniques en fonction du temps et de la température peut être représentée par la figure ci après (module de relaxation en fonction du temps d'application d'une contrainte ou de la température).

Le choix des polymères pour modifier le bitume est restreint à quelques familles chimiques, essentiellement les plastomères et les élastomères [17]. Dans le cas de bitume fortement modifié par un ajout de polymère, le PETT n'est généralement plus suivi (les points représentatifs ne s'alignent plus sur une courbe unique).

Dans la zone de transition vitreuse se manifestent les caractéristiques viscoélastiques des polymères, un caractère d'un liquide visqueux aux températures élevées et pour des temps de sollicitation longs.



**Fig 2.6** Courbe schématique des variations du module de relaxation avec le temps  $t$  et la température  $T$ .

**II-8 Solubilité des polymères :** Cette notion peut être définie comme la possibilité pour un solvant de s'associer avec le soluté, avoir une seule phase au cours de l'essai. Les paramètres de solubilité des polymères compatibles sont compris entre  $(16,6 \text{ et } 17,7)(\text{j}/\text{cm}^3)^{0,5}$  [5].

### II-9 Durabilité et vieillissement des polymères

Toute évolution lente est irréversible. Les mécanismes de vieillissement sont :

- ✓ vieillissement physique : avec ou sans transfert de masse (actions des solvants, diffusion, déplastification)
- ✓ vieillissement chimique : par coupure de chaînes dépolymérisation, réticulation, réactions avec les adjuvants ou des impuretés.

### II-10 Conclusion

Dans le domaine routier on retient essentiellement l'utilisation des copolymères d'éthylène

EVA ; copolymère d'éthylène d'acétate de vinyle

EMA : copolymère d'éthylène d'acrylate de méthyle

EBA : copolymère d'éthylène d'acrylate de butyle

A noter que leurs décompositions chimiques ne sont pas toxiques puisque il s'agit de l'acide acétique, méthanol et le butanol respectivement.

### III BITUMES MODIFIES

#### III-1 Introduction

Les liants hydrocarbonés jouent un rôle fondamental dans la durabilité d'un revêtement routier. Leurs caractéristiques intrinsèques assurent la flexibilité et une résistance à la fissuration, à la fatigue et à l'arrachement des enrobés.

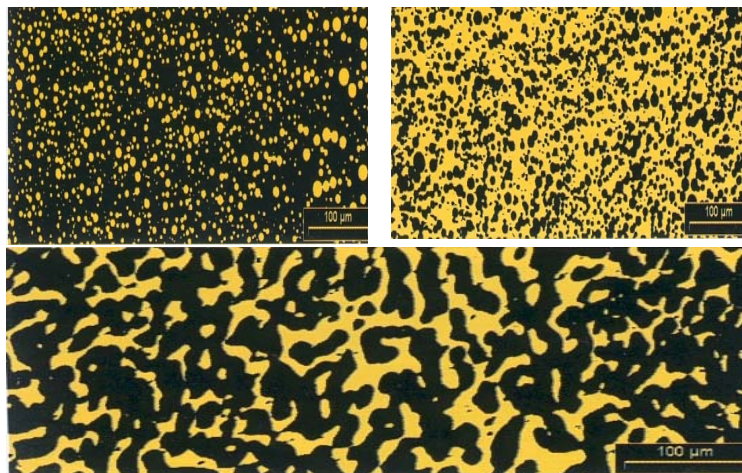
On peut prédire que la dispersion du polymère dans le bitume provoque soit la formation d'un mélange biplastique (bitume polymère miscible), soit la fixation du polymère sur la matrice bitumineuse par réticulation chimique.

Notons que tous les phénomènes chimiques et physiques, qui surviennent alors ne sont possibles que s'il y a compatibilité entre le polymère et le bitume utilisé, on ne peut pas utiliser n'importe quel bitume pour en faire un bitume polymère.

#### III-2 Composition du polymère -bitume

Les plus couramment utilisés en construction routière sont les SBS (Styrène-Butadiène-Styrène) qui font partie des élastomères, et les EVA (Ethylène Acétate de Vinyle) plastomères. D'autres agents de catégories des élastomères SB (styrène –butadiène) ainsi que le PIB (polisobutylènes) et le caoutchouc sont aussi utilisés.

A l'échelle de la microstructure les systèmes présentent deux phases sont représentées sur la figure 3.1 :



**Fig 3.1** Microstructure d'un bitume plastomère à matrice bitume continue en haut à gauche  
Microstructure d'un bitume plastomère à matrice polymère continue en haut à droite  
Microstructure d'un bitume plastomère à matrice mixte en bas [87]

- a) une phase riche en polymère contient une partie de maltènes du bitume absorbée par le polymère et le polymère.
- b) une phase riche en asphaltènes contenant tous les constituants du bitume qui n'ont pas été absorbés par le polymère en particulier les asphaltènes [78].

Concernant le volume des deux phases : les copolymères d'éthylène et les SBS peuvent absorber des constituants du bitume jusqu'à environ 9 fois leur volume, mais cette capacité d'absorption décroît avec l'augmentation de la concentration.

Deux phases continues entremêlées sont observées autour d'une teneur de 5% en polymères, « teneur en polymère moins de 5 % c'est une phase bitume continue avec un polymère dispersé, plus de 5 %, phase polymère continue avec une phase riche en asphaltènes dispersés » [23].

**III-3 Température critique :** elle dépend de nombreux paramètres, pour les bitumes elle est principalement déterminée par les asphaltènes et dans une moindre mesure par le pouvoir de solvation des maltènes. Il y a une température au dessus de laquelle une seule phase existera et en dessous de laquelle il y aura deux phases.

- pour les SBS cette température est comprise entre (160 °C à 170°C)
- pour les EVA, elle est plus élevée et l'on ne peut pas obtenir de système uniphasique à une température acceptable.

### III-4 Compatibilité polymère bitume

**III-4.1 De point de vue convenance :** attachée à la performance du produit et à la faisabilité sur le terrain, elle correspond à la situation où le bitume et le polymère peuvent se combiner, se comporter comme un système uniphasique. Où possibilité de collage des matériaux dont la tension superficielle est faible.

La compatibilité est possible que si le liant organique peut être dissous ou gonflé en surface par un solvant de dépôt et  $T_g < T_{\text{application}}$ , qui repose sur les critères thermodynamiques (compatibilité entre adhérent et adhérent) et cinétiques (mobilité macromolécules pour pouvoir s'enchevêtrer par reptation sous l'effet de faibles pressions).

La diffusion n'intervient pas dans le cas des composites à matrice polymère

**III-4.2 De point de vue chimique microstructure :** solubilité du polymère dans le bitume, ils forment une seule phase, cette dernière dépend de la quantité, du type d'asphaltènes, de la solubilité et de la fraction des maltènes. La quantité d'asphaltènes ne doit pas être trop élevée. Par exemple l'ordre de grandeur des masses moléculaires des polymères utilisées pour la modification des bitumes va de (50000 à 300000 g/mole).

La fraction maltènes : est un mélange de différents produits hydrocarbonés d'espèces paraffiniques à des produits aromatiques ayant des paramètres de solubilité respectivement de 16 à 18 (j/cm<sup>3</sup>)<sup>0.5</sup>.

Notons qu'il est prouvé que le PVC « chlorure de polyvinyle » se disperse mal dans les bitumes, car sa fraction maltènes est d'environ 19 (j/cm<sup>3</sup>)<sup>0.5</sup>

Solubilité modèle = principe du collage par diffusion ou colles thermo-fusibles, applicable que si les molécules sont suffisamment mobiles. Le phénomène de diffusion est impossible dans les polymères réticulés et est fonction du taux de cristallinité dans thermoplastiques.

### **III-5 Additifs issus de la littérature**

#### **III-5.1 Bitume modifié par EVA**

Les bitumes modifiés par addition d'EVA s'avèrent avoir parmi les inconvénients une fatigue longitudinale considérable. Leurs avantages sont en général:

- une augmentation de la cohésion dans une gamme de température élargie et plus particulièrement dans la gamme de température de service;
- un accroissement de la consistance et du module aux températures élevées entraînant une amélioration de la résistance à la déformation;
- une meilleure flexibilité à froid et une meilleure résistance à la fatigue;
- une susceptibilité thermique diminuée.

#### **III-5.2 Les bitumes modifiés par SBS**

Les bitumes modifiés par addition de SBS ont les propriétés suivantes:

- susceptibilité thermique très faible dans le domaine des températures de service,
- consistance à chaud permettant une utilisation dans les conditions d'emploi,
- cohésion plus élevée dans une gamme de température plus grande.
- forte capacité d'allongement avant rupture, même à basse température; meilleur comportement à la fatigue.

Brion [24] a montré sur une étude des mélanges de 10 % de SBS l'influence de la composition génériques des phases bitume et polymères sur la compatibilité du mélange : amélioration des liants dont le bitume de base à une composition générique voisine de celle de la phase polymère du mélange.

**III-5.3 L'ajout du noir de carbone commercial (NCC) :** Rostler et coll[25], ont étudié en 1977 les effets des fines particules "microfiller" de noir de carbone commercial

sur les liants. Leurs études ont démontré que le meilleur pourcentage d'incorporation de NCc varie de 11 à 15 % en poids.

D'autre part, des tests rhéologiques ont montré [77, 27] qu'à basse température, le NCc ne modifie pas la viscosité du bitume. Par contre, à haute concentration (15-20%), il réduit sensiblement le phénomène d'orniérage.

### III-5.4 L'ajout de la lignine dans les bitumes

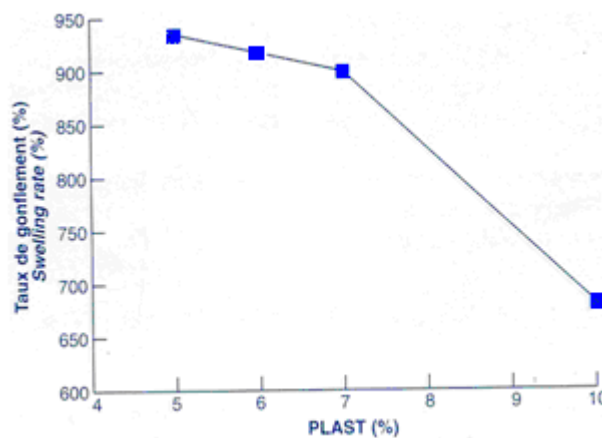
L'introduction de la lignine dans les enrobés bitumineux a été expérimentée aux USA et en ex URSS (1977-80). La lignine est très bien mouillable par des hydrocarbures et stable jusqu'à des températures supérieures à celle de l'enrobage.

### III-5.5 Ajout du Noir de Carbone Pyrolytique (NCp)

La faisabilité technique de l'adjonction du noir de carbone pyrolytique a été envisagée par Chaala et coll. [18]. Ce NCp qui provient de la pyrolyse sous vide des pneus (500 °C et 20 KPa) est ajouté au bitume sans traitement préalable. Les résultats ont été prometteurs. Ce produit interagit physiquement et chimiquement avec les asphaltènes et les maltènes du bitume, réduit sensiblement la susceptibilité thermique du liant et améliore à haute température ses propriétés viscoélastiques. D'autre part, à basse température, ce bitume modifié s'avère plus résistant au craquage.

## III-6 Phénomène de gonflement :

**III-6.1 Teneur en polymère :** l'augmentation progressive de la teneur en polymère conduit à une phase polymère continue, cette transition s'accompagne d'une modification importante des propriétés physiques qui tendent vers celle du polymère. Cette inversion est observée lors de dépassement de la concentration critique qui est comprise entre 4 à 6 % de polymère [15].

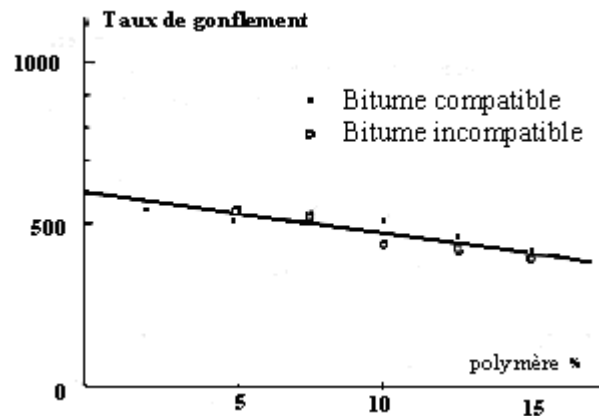


**Fig 3.2** Variation du taux de gonflement en fonction de la teneur en plastomère (Copolymère d'éthylène) [87]

### III-6.2 Taux de gonflement

**Brion** a déterminé un taux de gonflement par des tests de centrifugation, ce qui lui a permis de montrer sur six mélanges des bitumes différents avec un pourcentage de 10 % de SBS, que la composition n'a pas d'influence sur le taux de gonflement.

Le taux de gonflement varie légèrement et en sens inverse de la teneur en « styrène du polymère » mais est indépendante de sa masse moléculaire (figure 3.3).



**Fig 3.3** Influence de la teneur en polymère sur le taux de gonflement [24].

### III-6.3 Température et énergie

Selon Brion, Le taux de gonflement varie légèrement avec la température d'élaboration, l'augmentation de cette dernière accroît par ailleurs la finesse de la microstructure et la polydispersité, allant même jusqu'à la dégradation du polymère [24].

Le taux de gonflement maximal était obtenu au bout de 10 minutes de malaxage Brion, cette étape est suivie de la dispersion de polymère qui dépend de l'énergie mise en jeu.

**III-6.4 Taux de dispersion /gonflement :** trois paramètres influent sur le taux de dispersion d'un copolymère [29].

-La taille des particules : plus elles sont petites, plus la surface d'échange est importante et grande est la vitesse de diffusion du bitume dans les particules.

-Le cisaillement : les chaînes moléculaire deviennent plus mobile (étape de gonflement du bitume par le polymère et étape de dispersion ultérieure par cisaillement) ont été rompues.

-La température : la vitesse de diffusion du bitume dans les particules de polymères augmente avec la température.

### III-7 Stabilité au stockage :

On cite parmi les auteurs qui ont abordé ce problème par un essai de décantation Zenk, Kraus, Rollman [30,29]. Ce phénomène est observé lors du transport ou d'attente, ou le liant est maintenu à haute température pour un bout de temps.

La stabilité au stockage peut varier d'un liant à un autre et est fonction de la composition du bitume [31].

Durée : elle peut durer plusieurs semaines voir même des mois pour les mélanges stables mais même pas quelques minutes pour des mélanges instables.

Pour une situation rationnelle, l'expérience a montré qu'il est préférable de stocker ces mélanges dans des cuves munies d'agitateurs..

L'instabilité se traduit par un crémage de la phase polymère vers le haut du mélange « de l'ordre de 15 % environ) et évolution opposée pour la teneur en asphaltènes.

Les liants élastomères sont généralement stocké à température inférieure à 140°C.

### III-8 Propriétés des bitumes modifiées

**III-8.1 Propriétés physiques** ; l'évolution des propriétés physiques est en fonction de la teneur en polymère, ce que nous montrent les recherches de Kraus et Zenke[33],[80].

Kraus a montré l'influence de différentes teneurs en SBS, sur un bitume de distillation directe, sur la valeur de la pénétration et sur la température de ramollissement bille et anneau (TBA) : Il a aboutit aux résultats suivants

- que la diminution de la pénétration est un reflet direct des changements importants dans le comportement viscoélastique.
- une augmentation rapide de TBA avec l'addition de copolymère SBS jusqu'à l'étape d'inversion de la phase polymère en phase polymère continue, puis la pente devient faible Kraus (figure 3.4) [33].

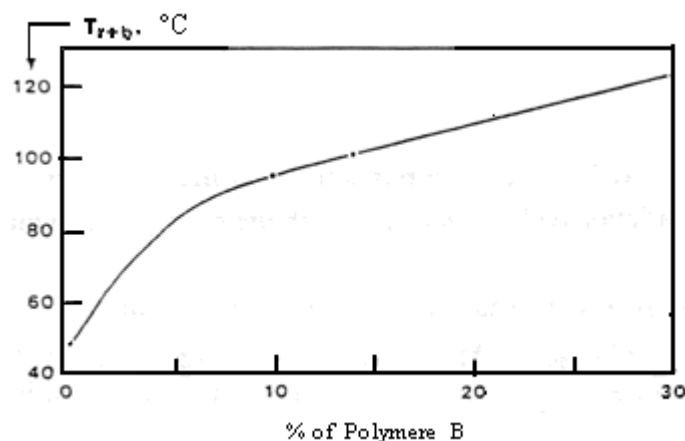


Fig 3.4 Influence de la teneur en polymère sur TBA [33]

Par contre Zenk résume les différents résultats obtenus dans la littérature par :

- une variation de TBA entre le bitume de base et le mélange. il a remarqué sur 130 résultats une augmentation d'environ 2°C par 1% de polymère ajouté. Comme il signale que ce résultat reste purement statistique.

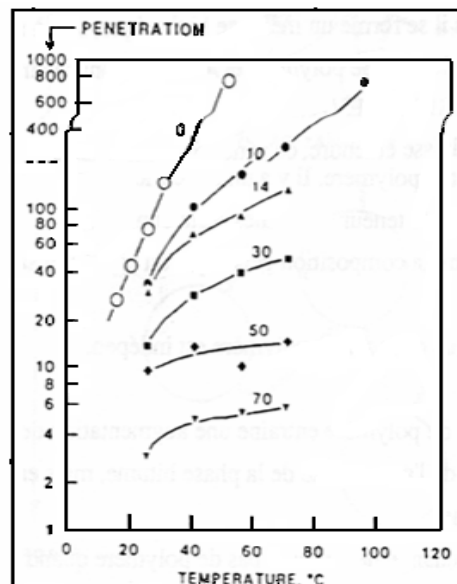
- il a établi une relation quasi linéaire entre la variation TBA et la variation de l'indice de pénétrabilité par rapport au bitume d'origine à partir de mélange à 5%.

La différence entre les résultats obtenus par les deux méthodes d'étude de la fragilité « méthode expérimentale FRAAS et la méthode d'extrapolation sur le diagramme Heukelom correspondant a une pénétration de 1,25 » sur une analyse de 55 mélanges bitumes polymères à 5 %.

Méthode expérimentale : parmi 42 % des cas il y a abaissement de point de fragilité de « -1 à -15°C ».

Méthode d'extrapolation : pour 80 % des cas, il y a abaissement de « -1 à -40°C » de RAAS.

Zenke a évalué un intervalle de plasticité des mélanges et il montre que la différence entre la température de ramollissement et celle de fragilité, est principalement due à la TBA.



**Fig 3.5** Influence de la teneur en polymère sur la valeur de pénétration  
(les chiffres sur les courbes représentent le % en polymère)

**III-8.2 Propriétés mécaniques** : nous citons les travaux de Brion [24], qui montre que la composition générique de la phase polymère est indépendante de la nature du bitume. Il a étudié l'influence du type, de la teneur en polymère ainsi que le mode de fabrication des mélanges.

a) Nature du polymère : le comportement du mélange variait selon les polymère « EVA , SBS , SBR et autres »

- les SBR ont des propriétés peu performantes, sont moins adhésifs que les SBS
- les mélanges à base d'EVA et à base de bitume présentent des possibilités de déformation, peut être à cause de la présence du polymère dans la matrice bitume.

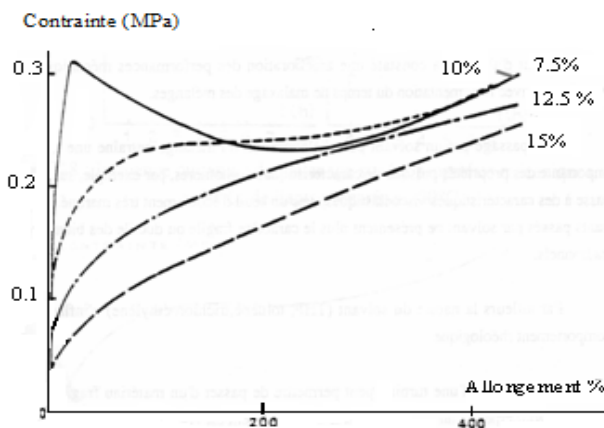
**b) Teneur en polymère :** l'étude de Brion du comportement mécaniques des mélanges de bitume compatible avec des teneurs différents en polymère SBS (2,5-5-7,5-10-12,5 et 15%), nous permet de voir que :

- les liants à matrice bitume dont les teneurs varient de 2,5 à 5 % ne sont pas représentés pour cause de leur comportement rhéologique fragile à froid, de ce fait leur test mécanique est inutile.

- les liants à matrice polymère dont les teneurs sont 7,5-10-12,5-15 % présentent une dispersion des globules de bitume de plus en plus fine ce qui est observé a l'échelle microscopique lorsqu' la teneur en polymère s'accroît.

**c) Mode d'élaboration :** Brion [24] constate une amélioration des performances mécaniques à basse température avec l'augmentation du temps de malaxage des mélanges.

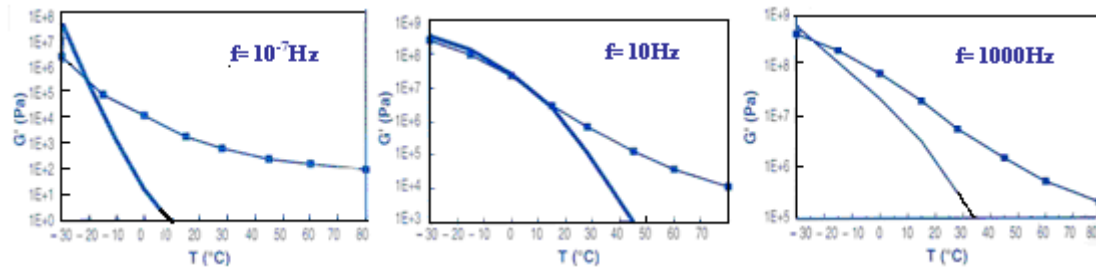
### III-8.3 Propriétés rhéologiques :



**Fig 3.6** Influence de la teneur en polymère sur les propriétés mécaniques de liant à base de bitume compatible à  $-10^{\circ}\text{C}$ .  
Contrainte (MPa)

La modification du bitume par des élastomères induit des différences de comportement rhéologiques, par rapport au bitume de base [34] (figure 3.6) : pour les bitumes modifiés par SBS a basse température (modules plus faibles)

- Une meilleure flexibilité
- une tenue à la chaleur améliorée à haute température (figure 3.6).



: Fig 3.7 Influence de la modification du bitume sur la composante élastique  
(—) : Module complexe du liant bitume pur et (+) : pour bitume + SBS.

Examen des courbes de l'angle de phase de bitume (70/100+SBS).

- une réduction nette de l'angle de phase pour l'addition de 3% de SBS
- un plateau de l'angle de phase avec 5% SBS
- la courbe présente un max pour 7% SBS.

L'augmentation de la teneur en EVA se traduit par une modification du comportement rhéologique (figures 3.8 et 3.9) essentiellement par une augmentation de la consistance aux températures de service élevé ainsi qu'une diminution de la susceptibilité thermique (Isochrones du module)[35].

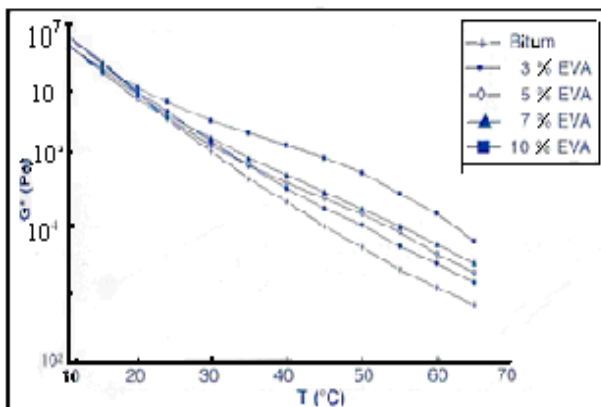


Fig 3.9 isochrones du module complexe de bitumes à différentes teneurs en copolymère d'éthylène « EVA »

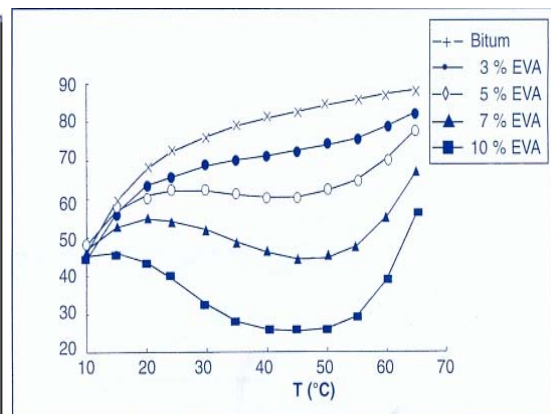


Fig 3.10 Isochrones de l'angle de phase de bitumes à différentes teneurs en copolymère d'éthylène «EVA »

Les isochrones de l'angle de phase montrent que plus la teneur en polymère est plus forte plus les liants sont plus élastiques (La plage de température sur laquelle l'angle de phase est faible est d'autant plus importante que la teneur en polymère est plus forte).

**III-9 Etude au vieillissement** : l'introduction de polymères dans les bitumes rend l'étude du vieillissement plus complexe, Marechal Kraus [36,33] montrent que le comportement des mélanges au vieillissement est caractérisé par :

- Une perte d'élasticité à température ambiante.
- Une diminution des pénétrabilités et augmentation des point de ramollissement.
- Une baisse générale de l'allongement à la rupture à température ambiante.

- Une perte de souplesse à froid.

**a) Influence de températures et de l'oxygène**

Sur des mélanges bitume SBS Marechal a montré [36] :

- Une augmentation de taux d'asphaltènes du bitume.
- Une diminution de la masse moléculaire du polymère en fonction du temps (disparition des liaisons éthyléniques des maillons butadiènes).
- Un changement des propriétés rhéologiques qui traduit par une perte d'élasticité progressive et l'importance prise par la contribution visqueuse.

Une étude de vieillissement artificiel [24] sur des liants bitume/SBS (10 %) a montré une diminution importante de possibilité d'allongement, suite à une évolution brutale de la micromorphologie des liants observés au cours des premiers mois.

Les essais RTFOT montrent sur des tests de stockage effectués à 170°C sous agitation avec libre accès de l'air, un bitume à base d'EVA (7%) , SBS et SBS hydrogéné pour une durée de 72 heures.

- variation très proche de la viscosité et de TBA pour les SBS et SBS hydrogéné
- pas de changement de FRAAS et de pénétration pour les EVA et SBS hydrogéné.
- disparition presque totale du pic polymère cas de SBS, et légèrement cas de SBS hydrogéné.

On conclut que dans le cas du SBS hydrogéné et EVA le polymère ne se dégrade pas mais c'est le bitume qui s'oxyde et devient moins compatible avec le polymère, donc des performances à froid moins bonnes.

**b) Influence du rayonnement UV**

Sous l'action des UV la dégradation ou l'effet se traduit par une diminution des masses moléculaires SBS, avec un taux d'asphaltènes du bitume stable.

**III-10 Conclusion**

La modification peut se faire par un ou plusieurs polymères ou d'une résine associée au polymère, réalisée fréquemment par un malaxage mécanique à une température supérieure à celle donnant une viscosité de 200 mm<sup>2</sup>/s. Les polymères sont employés à la dose de 3 à 7 % en poids par rapport au bitume pour les applications routières.

---

## IV GRANULATS

Les caractéristiques intrinsèques des granulats, dépendent de la nature de la roche mère, et ne peuvent pas être amélioré par le technicien « dureté, résistance à l'usure par frottement et au polissage ».

### IV-1 Caractéristiques et propriétés des granulats

On désigne par granulats l'ensemble des sables, gravillons ou pierres concassées issues par transformation mécanique entrant dans les mélanges bitumineux, et d'autres produits manufacturés pouvant être utilisés comme granulats de substitutions, les argiles, les déchets, les fillers, les fraisats de recyclage, etc.

Selon leur provenance d'un gisement ou extraction d'une roche compacte. Ils présentent un aspect roulé ou concassé.

Le squelette de l'enrobé est formé par le mélange de différentes classes granulaires « gravillons, sable et les filler » dans une certaine proportion, dont on détermine la composition granulométrique, il doit transmettre et redistribuer les charges.

La taille, l'état de surface et la distribution des grains d'un mélange granulaire conditionne la compacité de l'enrobé pour pouvoir résister aux différentes sollicitations.

La stabilité du mélange est assurée par l'arrangement du squelette constitué par les éléments les plus gros.

La courbe granulométrique permet de déterminer les pourcentages pondéraux des grains, elle peut être continue ou discontinue selon les propriétés du mélange visé (par exemple enrobé drainant)

Les fillers associés au liant constitue le mastic, il permet une surface de contact suffisante entre les éléments du squelette granulaire tout en évitant que l'épaisseur moyenne de pellicule de liant enrobant les grains ne soit excessive.

#### a) La forme :

Trois caractéristiques de dimensions définissent la forme d'un élément : l'épaisseur, la longueur et la largeur (grosueur). Il a été démontré que des gravillons très cubiques combinés avec un sable aux arêtes émoussées diminue la résistance à l'orniérage d'un enrobés bitumineux.

Pour que le contact entre grains soit élevé et stable il est nécessaire d'utiliser des matériaux à angularité élevée issus du concassage plutôt que des grains naturellement arrondis.

**b) L'angularité :**

L'angularité est une qualité car les éléments qui présentent des faces avec des angles vifs augmentent l'angle de frottement interne du matériau, et un effet négatif (maniabilité diminuer ainsi que difficulté de compactage).

La macrorugosité dépend de la forme du granulat mais surtout du choix de la formulation granulométrique constituée en majorité de gravillons au détriment du sable

Les granulats entrant dans les mélanges bitumineux ont, en général, une masse volumique comprise entre ( 2 et 3 t/m<sup>3</sup>), en dessous ce sont les granulats légers.

**c) Propreté :**

L'absence d'éléments fins hydrophiles ou non (indésirables) issus du concassage de la roche ou des argiles rendent l'adhérence entre le liant et le granulats difficile.

**d) Nature pétrographique :**

A l'inverse des matériaux siliceux qui influencent l'affinité des liants avec les granulats, les calcaires présentent une bonne adhésivité avec le bitume. Ce type de roche n'est pas recommandé en couche de roulement à cause de la mauvaise adhérence entre granulats et le pneumatique. Pour obtenir des performances spécifiques on a recours à des mélanges divers.

La dureté du granulat est évaluée selon sa composition minéralogique ou déterminée à l'aide de l'essai de compression simple sur un échantillon de roche compactée.

D'un point de vue pétrographique on considère comme matériaux impropres, des constitués de grains de cristaux tendres, poreux ou altérés et comportant des paillettes de mica, les schistes à mica friable, argileux, talqueux et à chlorites.

**IV-2 Influence des granulats sur l'enrobé**

La procédure de formulation consiste plutôt à modifier la granulométrie ou les sources de granulats afin de satisfaire aux critères de vides. En formulation, le pourcentage de bitume ne peut varier que de 0,1 % par rapport à la teneur en bitume visée, selon la méthode LCP [72]

Pour chaque type d'enrobé, le volume de bitume effectif est déterminé en pourcentage du volume total de l'enrobé moins le volume des vides interstitiels.

**IV-3 Classification des granulats**

Les granulats sont classés selon la plus grande dimension « D » et la plus petite « d » des granulats du mélange.

**Tableau 4.1** Caractérisation des granulats

Classe de Produit	Dimension en millimètre
Fines	0/D ou $D \leq 0.0063$
Sables	0/D ou $D \leq 6.30$
Gravillons	d/D ou $d \geq 2.00$ et $D \leq 31.50$
Cailloux	d/D ou $d \geq 2.0,00$ et $D \leq 820,00$
Graves	0/D ou $6.3 < D \leq 80.00$

**IV-4 Adhésion liant- granulat :**

La qualité d'adhésion, d'étanchéité au sein de l'enrobé bitumineux résulte du concours des propriétés de l'interface de chaque granulat avec le bitume mais aussi des caractéristiques de la structure de l'enrobé pris dans son ensemble. Ainsi, le bitume est généralement bien fixé et retenu par les agrégats dans des enrobés denses où le bitume a été mélangé aux agrégats secs à température élevée. En ce qui concerne le gonflement de l'enrobé, il est lié au rapport bitume/agrégats et surtout à la nature de ces derniers [19].

L'adhésion dépend des constituants minéraux et hydrocarbonés, ainsi que des propriétés de mouillabilité. Les essais principaux d'adhésivité du couple liant granulat liant sont : l'essai à la plaque Vialit qui teste l'accrochage liant granulats (adhésivité active) et l'essai de tenue d'un film de liant en présence d'eau ou essai de désenrobage (adhésivité passive).

**IV-5 Essais sur Granulats**

Les principaux essais qui sont effectués sur les granulats sont :

- 1 Essai d'analyse granulométrique (NF P 18-586).
- 2 Résistance aux chocs (Los Angeles NF P18-573)
- 3 Résistance à l'attrition et à l'usure (NF P18-572)
- 4 Résistance au polissage : NF P18-575
- 5 Résistance au gel .
- 6 Essai de propreté superficielle (Ps) (NF P 18-591)
- 7 L'essai de l'écoulement du sable
- 8 Essai équivalent de sable NF P 18-597

## V- ENROBE BITUMINEUX

### V-1 Différentes type de chaussées

La chaussée est constituée de couches de différentes épaisseurs surmontant la plate forme

- 1) La couche d'assise se compose des couches de base et de fondation.
- 2) La couche de surface se compose des couches de liaison et de roulement.

On distingue selon leurs fonctionnements différents types de chaussées :

- ✓ Les chaussées souples
- ✓ Les chaussées bitumineuses épaisses
- ✓ Les chaussées a assise traité au liant hydraulique (semi rigide)
- ✓ Les chaussées à structure mixte (couche en bitume sur une couche traitée au liant hydraulique)
- ✓ Les chaussées à structure inverse (par rapport a celle du mixte avec une couche du matériau granulaire supplémentaire entre les deux couches.
- ✓ Les chaussées en béton de ciment

### V-2 Généralités sur les enrobés

Le terme l'enrobé est plus général que celui de béton bitumineux, car il englobe des mélanges dont le liant n'est pas obligatoirement un bitume. (goudron ou asphalt).

**V-2.1 Définition :** Un enrobé bitumineux est défini comme un mélange de liant bitumineux (5 à 7 % en masse), d'agrégats et de fines, les fines étant également appelées "filler".

#### V-2.2 Formulation de l'enrobé

Le critère de maniabilité permet d'exercer une discrimination entre des mélanges trop maniables, qui auront tendance à présenter des ornières, et des mélanges peu maniables, qui seront perméables et peu durables.

Afin de formulé un enrobé bitumineux performant, des critères sont à prendre en compte : S'assurer que le mélange est suffisamment imperméable pour être durable, sans toutefois être trop maniable et être ainsi sujet à l'orniérage. Ce critère correspond à l'état du revêtement après le compactage effectué à l'étape de la construction. C'est dans cet état que les propriétés du mélange sont évaluées (densité brute, densité maximale, pourcentage de vides entre les granulats)

### V-2.3 Teneur en liant

Le liant bitumineux transmet naturellement son comportement viscoélastique à l'enrobé.

On définit une teneur optimale en liant afin d'assurer la cohésion du mélange et le bon enrobage de tous les grains, tout en évitant des problèmes de fluage et d'orniérage trop prononcés à haute température (dans le cas d'une trop forte teneur en bitume).

Pour déterminer cette teneur en liant, d'une part on introduit la notion de surface spécifique des granulats [38], notée  $\Sigma$  et exprimée en  $m^2/kg$ , c'est-à-dire la surface développée qu'auraient les granulats assimilés à des sphères.

Une approximation de la surface spécifique  $\Sigma$  est donnée par la formule suivante

$$100\Sigma = 0.17G + 0.33g + 2.3S + 12s + 135f$$

avec : G : pourcentage de gros gravillons ( $\emptyset > 11$ )

g : pourcentage de petits gravillons ( $\emptyset 6/11$ )

S : pourcentage de gros sable ( $\emptyset 0,3/6$ )

s : pourcentage de sable fin ( $\emptyset 0,08/0,3$ )

f : pourcentage de filler ( $\emptyset < 0,08$ )

On voit que le pourcentage de filler est prépondérant en ce qui concerne la surface spécifique et donc la teneur en liant. Dans certains cas, on utilise la formule simplifiée suivante :

$$\Sigma = 2,5 + 1,3f$$

D'autre part : peut être définie à partir d'une étude en laboratoire tenant compte du trafic, de l'épaisseur de la couche d'enrobé, des compacités in situ exigées et de l'usage envisagé de la chaussée.

### V-2.4 Adhésivité :

La notion routière fait coopérer l'adhésion et la cohésion. L'incidence de la présence d'eau sur l'adhésivité entre liant bitumineux et granulats peut être appréciée par la mesure de la réduction des caractéristiques de résistance d'éprouvettes (d'enrobés bitumineux) après immersion dans l'eau,

Les recherches qui ont abordé cette question [39] tendent à montrer, qu'avec des granulats de type porphyres pour lesquels l'adhésivité est souvent médiocre avec des bitumes purs, la modification du liant avec des polymères thermoplastiques de type SBS ou EVA a plutôt à un effet favorable. Il n'en est pas nécessairement de même avec l'addition de polyoléfines.

Desmoulin, Didier, Deneuvillers et Christine [40] ont remarqué lors d'une étude comparative sur les enrobés au bitume élastomère « SBS » et un liant réticulé, un gain

substantiel d'adhésivité du liant réticulé mesuré par le rapport d'immersion à l'essai DURIEZ et un même niveau de résistance à la compression soit  $R_c$  à  $18^\circ\text{C} = 12 \text{ MPa}$ .

A Kellomaki et K Pylkanen [41] ont testé six types de granulats et quatre minéraux avec trois différentes sortes de bitumes, la capacité d'adsorption d'eau qui est considérée comme mesure d'hydrophilie, conclu que les polarités des bitumes n'ont aucun effet observable sur l'adhésivité, néanmoins elle est améliorée en accroissant la quantité des composés phénoliques.

Une résistance au désenrobage légèrement améliorée pour granulat dont le % de silice  $\text{SiO}_2$  est inférieur à 50%.[41]

### **V-3 Influence des actions appliquées à la chaussée**

#### **a) Effet du trafic**

Il s'agit du phénomène de fatigue qui s'observe au niveau du matériau. Une fissure peut également apparaître sous l'effet du passage des véhicules, créant des micro-dégradations qui s'accumulent et pouvant entraîner la ruine du matériau et se propager dans la chaussée. Les compressions répétées peuvent créer des déformations permanentes qui induisent parfois un orniéage. Ce dernier peut être dû aux tassements des couches de béton bitumineux mais peut aussi, être dû éventuellement aux déformations des couches inférieures.

#### **b) Effet de la température**

L'enrobé est susceptible de se fissurer sous l'effet conjugué des conditions climatiques.

À basse température, le bitume possède un comportement fragile. La fissuration thermique peut être facilement évitée si l'on utilise un bitume de grade plus élevé, qui est moins "cassant" à basse température.

Néanmoins, à température élevée, un bitume de grade trop élevé se révèle défavorable vis-à-vis des problèmes d'orniéage (déformations permanentes de la chaussée).

Ces conditions exigent des enrobés deux qualités principales en rapport direct avec la température et le liant utilisé :

- Stabilité : de la résistance à la déformation permanente qui est aggravée à hautes températures,
- Flexibilité : soit l'aptitude à supporter sans fissuration thermique les basses températures.

#### V-4 Propriétés Mécanique des matériaux bitumineux

Les essais de caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux bitumineux sont nombreux et divers. Une première classification en trois catégories qui est plus liée à l'interprétation de l'essai qu'à sa nature, est proposée par Bonnot en 1973 et en 1984 [42,43].

Une seconde classification proposée par Di Benedetto (1990), introduit deux catégories d'essai : les essais homogènes et les essais non homogènes [44].

#### V-5 Caractérisation des propriétés rhéologiques dans domaine linéaire

Dans la nature on ne rencontre aucun matériau ayant des comportements simples (solide élastique de Hooke ou fluide visqueux de Newton)

##### V-5.1 Définition d'un corps viscoélastique

La viscoélasticité est très utilisé dans les enrobés bitumineux. Un corps monodimensionnel et non vieillissant est dit viscoélastique si l'effacement est total lors d'une expérience d'effacement (0,8 s). Cette expérience représentée en figure 5.1 consiste à appliquer un créneau de déformation au matériau.

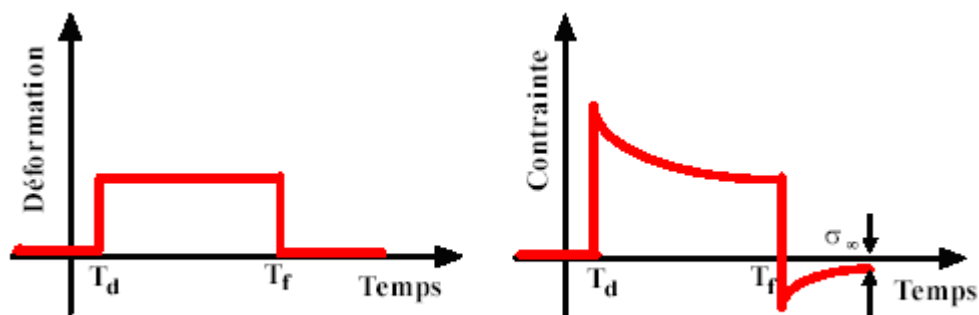
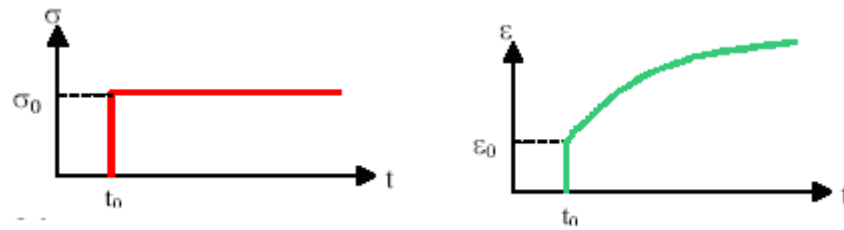


Fig 5.1 Expérience d'effacement et réponse du matériau au contrainte

##### V-5.2 Fonction de retard (ou de fluage) et fonction de relaxation

- a) **Fonction de retard** (ou de fluage)

Le phénomène de fluage correspond à l'accroissement différé dans le temps des déformations. On détermine la fonction de fluage, à température constante, sur une éprouvette d'un matériau viscoélastique linéaire en imposant à partir d'un instant  $t_0$  une contrainte  $\sigma_0$  constante.



**Fig 5.2** Essai de fluage - comportement à contrainte constante.

La contrainte imposé  $\sigma(t) = \sigma_0 H(t - t_0)$

$$\text{Avec : } \begin{aligned} H(t - t_0) &= 0 & \text{si } (t - t_0) \leq 0 \\ H(t - t_0) &= 1 & \text{si } (t - t_0) > 0 \end{aligned}$$

La réponse en déformation est :  $\varepsilon(t) = \sigma_0 J(t, t_0)$

Avec j fonction de fluage ou de retard.

#### • b) Fonction de relaxation

La relaxation est la diminution des contraintes en fonction du temps, d'un matériau soumis à une déformation maintenue constante dans le temps.

A température fixe, à partir de l'instant  $t_0$ , on impose une déformation  $\varepsilon$  :

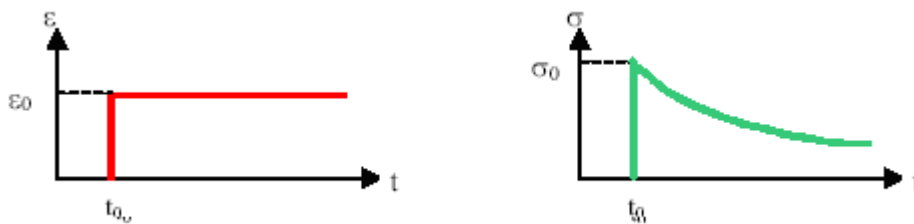
$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 H(t - t_0)$$

La réponse est :  $\sigma(t) = \varepsilon_0 R(t_0, t)$

Avec :

$$\begin{aligned} H(t - t_0) &= 0 & \text{si } (t - t_0) \leq 0 \\ H(t - t_0) &= 1 & \text{si } (t - t_0) > 0 \end{aligned}$$

$R(t_0, t)$  : fonction de relaxation



**Fig 5.3** Essai de relaxation - comportement à déformation constante.

### V-5.3 Module complexe $E^*$

Il consiste à utiliser un signal de chargement sinusoïdal de fréquence ( $f$ ) et de pulsation égal à  $\omega = 2\pi f$ , de calculer expérimentalement et de tracer l'évolution du module complexe, pour décrire le comportement viscoélastique linéaire.

Physiquement, le module complexe  $E^*$  représente en module ( $|E^*|$ ) le rapport des amplitudes de la contrainte sinusoïdale appliquée et de la déformation correspondante,  $\varphi$  étant le déphasage qui existe entre la contrainte et la déformation. Le comportement des mélanges bitumineux peut être considéré comme linéaire et réversible [45].

### a) Principe d'Equivalence Temps-Température (PETT)

Différents auteurs dont Huet (1963) ont constaté, en reportant les composantes du module complexe dans le plan complexe ( $E_1, E_2$ ), appelé aussi plan Cole-Cole, ou encore dans le plan ( $\varphi, \log E^*$ ) appelé aussi espace de Black. : Les points représentatifs s'ajustent sur une courbe unique qui n'est influencée ni par la température, ni par la fréquence [46].

### b) Influence de la teneur en asphaltènes sur la réponse viscoélastique

A titre de remarque, dans le cas particulier d'un enrobé bitumineux, comme le comportement des granulats (phase dispersée) peut être considéré comme indépendant de la température –pour l'intervalle de température d'emploi tout au moins– l'enrobé suit le PETT uniquement si le bitume utilisé suit le PETT.

Concernant les bitumes purs, Lesueur (1996) et Champion (1999) ont montré que pour des teneurs élevées en Asphaltènes, d'une part, et en paraffines, d'autre part, le PETT n'est plus applicable à haute température (figure 5.4) [47, 48].

La figure 5.4 présente deux courbes de black obtenues : l'une pour les bitumes riche asphaltènes et pauvre en paraffine l'autre pour un bitumes pauvre en asphaltènes mais riche en fractions cristallisables.

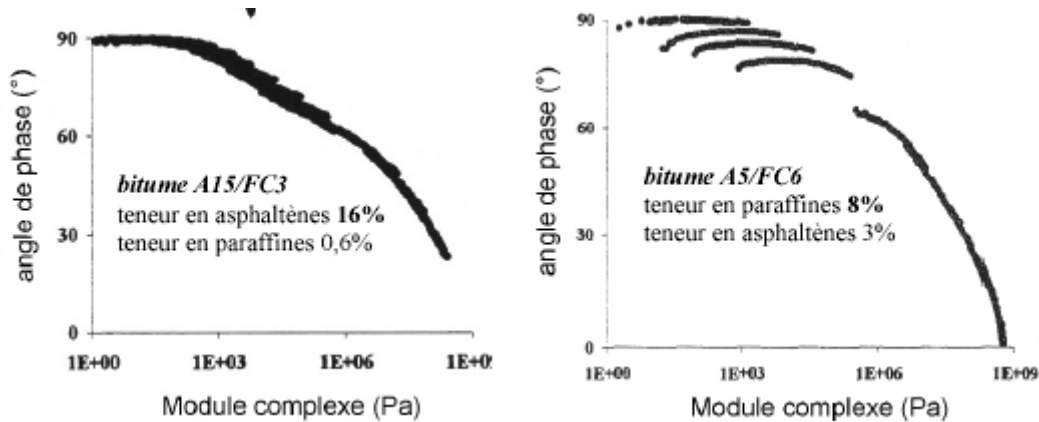


Fig 5.4 la courbe de Black pour des bitumes, [47]

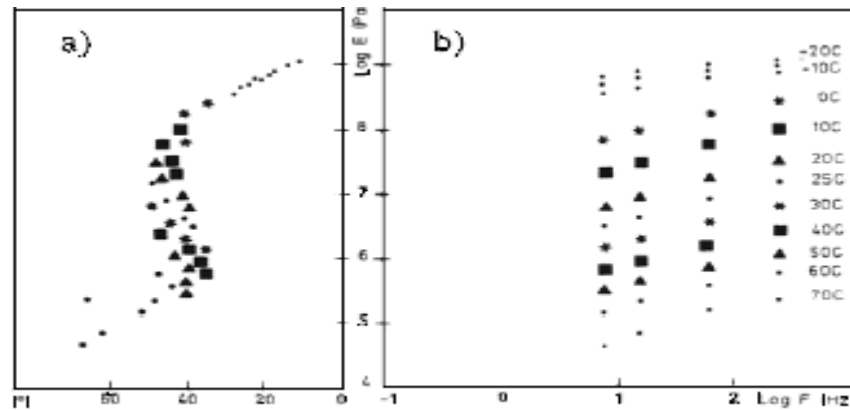
### c) Module complexe du liant modifié au polymère

Dans le cas de bitume fortement modifié par un ajout de polymère (essentiellement les plastomères et les élastomères), le PETT (les points représentatifs ne s'alignent plus sur une courbe unique).

L'ajout de polymère dans un liant semble avoir deux effets principaux :

- diminution de la susceptibilité thermique du liant à haute température.
- diminution de l'angle de phase à hautes températures, à une fréquence donnée.

Exemple, la figure 1.30 représente les isothermes et la courbe de module complexe dans l'espace de Black d'un bitume-polymère. Cette figure met en évidence une zone de faible recouvrement pour les hautes températures (basses fréquences). Cette dispersion signifie que température et temps ne sont pas équivalents dans cette région.



**Fig 5.5** : a) Courbe de module complexe dans l'espace de Black d'un bitume-polymère (thermorhéologiquement complexe) d'après Ramond et Such (1990) [22]. b) Isothermes d'un bitume-polymère.

#### d) La susceptibilité thermique :

La susceptibilité thermique d'un liant se définit, à une fréquence donnée, comme étant la pente de la courbe de module. L'ajout de polymère diminue la susceptibilité thermique du bitume étudié au dessus de 10°C, ce qui correspond à une moindre diminution de la rigidité du liant au dessus de 10°C. Il ressort ensuite d'une étude menée par Durand et al. (1997) que l'angle de phase maximum diminue avec la teneur en polymère (figure 5.6.), ce qui met en évidence la prédominance d'un comportement élastique [49].

Après modification en polymère d'un bitume, la diminution de la susceptibilité thermique du liant et de l'angle de phase, à haute température et à une fréquence donnée, est classiquement obtenue. Ce résultat dépend avant tout de la bonne compatibilité entre le bitume pur et le polymère utilisé.

Enfin, l'influence de la modification en polymère n'est pas toujours aussi importante que dans le cas illustré aux figures 5.6 et 5.7.

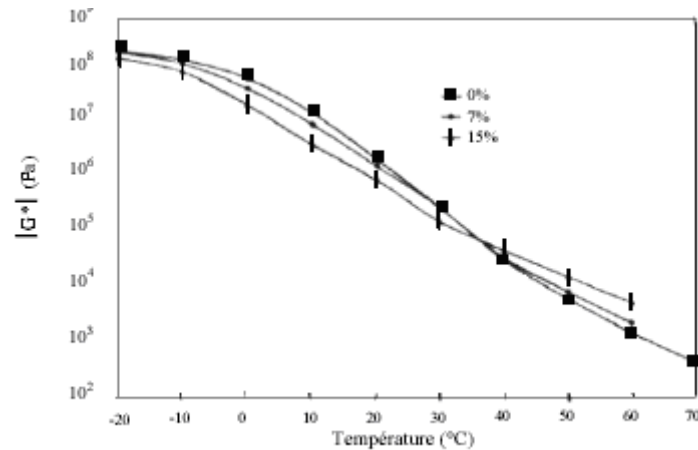


Fig 5.6 Courbe isochrone de  $|G^*|$  à 1,5Hz dépendant de la teneur en polymère [49].

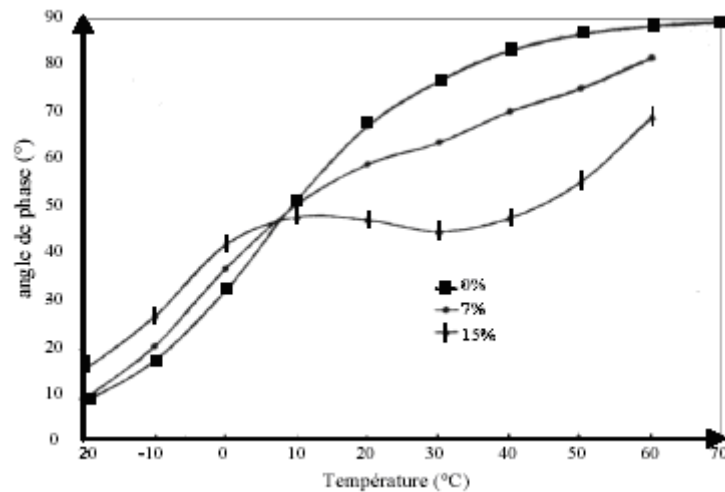


Fig 5.7 Courbe isochrone de l'angle de phase à 1,5Hz dépendant de la teneur en polymère [49].

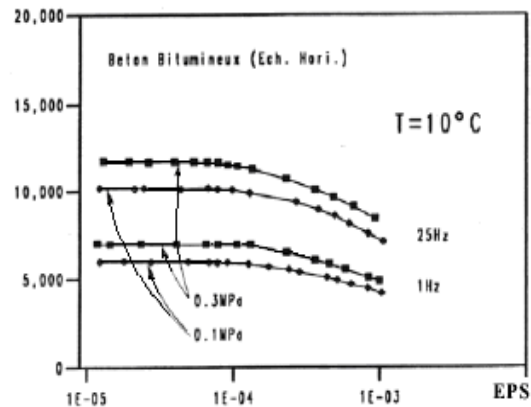
La rupture qui intervient à basse température est à l'origine de la fissuration thermique des bitumes. Le comportement du bitume est alors considéré en première approximation comme élastique linéaire fragile.

#### V-5.4 Limite du domaine linéaire

Concernant la propriété de module complexe, Charif (1990) [57] a notamment étudié l'évolution de la norme du module complexe d'un enrobé bitumineux en fonction de l'amplitude de déformation. Il obtient un comportement linéaire des enrobés pour des déformations inférieures à  $10^{-4}$  m/m (figure 5.8).

Quant à Doubbaneh (1995), il trouve que le domaine linéaire des enrobés est limité à des déformations n'excédant pas quelques  $10^{-5}$  m/m [50]. Airey et al. (2002 et 2003) ont vérifié

à partir de trois formulations d'enrobés et deux bitumes (un bitume pur 50/70 et un bitume modifié au copolymère tribloc en étoile de styrène et de butadiène) SBS que la limite du comportement linéaire des enrobés correspond à des déformations de l'ordre de  $10^{-4}$ m/m [51,52].



**Fig 5.8** Evolution de la norme du module complexe  $S_m$  avec l'amplitude de déformation axiale, d'après Charif (1990) [57].

### V-5.5 Comportement viscoélastique non linéaire

Parmi les chercheurs, Bonnier a proposé un modèle pour les enrobés bitumineux [73]. Il simule correctement des essais de fluage menés en laboratoire, où plusieurs incréments de contraintes sont appliqués.

Un modèle rhéologique monodimensionnel appelé DBN (Di Benedetto-Neifar) introduit un comportement viscoélastique linéaire général en petites déformations, et prend en compte la non linéarité et l'écoulement viscoplastique.

### V-6 Propriétés Rhéologiques des enrobés bitumineux

Articulons encore que la température joue toujours un rôle essentiel dans les études relatives à ces matériaux, et que les propriétés du bitume influent sur les propriétés de l'enrobé.

Les propriétés mécaniques importantes pour les matériaux traités aux liants hydrocarbonés utilisés dans le domaine routier sont :

- la rigidité ou le module (comportement viscoélastique linéaire : VEL),
- le comportement en fatigue,
- le comportement à l'orniérage qui correspond à l'accumulation de déformations permanentes. Cela constitue donc un phénomène lié aux irréversibilités et aux non linéarités déjà existantes dans le domaine des faibles déformations.

•la fissuration et la propagation de fissures au travers de la structure de chaussée. En particulier, la variation de température (dilatation et/ou contraction thermique) est un aspect important qui introduit un couplage thermique/mécanique.

### **V-6.1 Hypothèses de caractérisation**

Les hypothèses de milieu continu et d'isotropie des enrobés bitumineux sont retenues, bien que la structure composite utilisée couramment sur chaussées a un caractère hétérogène, car pour les éprouvettes de laboratoire, on considère généralement qu'un rapport de 10 entre la taille du plus gros granulats et celle de l'éprouvette est suffisante pour considérer celle-ci homogène. Bien que ce rapport ne soit pas toujours obtenu, on fait l'hypothèse d'homogénéité.

Concernant l'hypothèse d'isotropie, le mode de mise en œuvre de l'enrobé sur chaussées et les éprouvettes fabriquées en laboratoire (matériau foisonné par couche et orientation privilégiée par compactage etc) confère au matériau une certaine anisotropie

Pour minimiser ces effets, on réalise souvent les essais sur des éprouvettes prélevées dans une même direction du matériau.

### **V-6.2 Essai de module complexe sur bétons bitumineux**

#### **V-6.2.1 Observations générales**

Suite à de nombreuses études sur le module complexe des enrobés bitumineux réalisées parmi les chercheurs Di Benedetto et De la Roche, ont montré que celui-ci est directement influencé par :

- la formulation du matériau [50],
- la température [50, 55],
- la fréquence de sollicitation [50, 55],
- la fatigue [56],
- le niveau de sollicitation [57, 50].

#### **V-6.2.2 Influence de la formulation d'enrobés.**

De nombreux chercheurs se sont intéressés à la possibilité de supposer la valeur de ce module à partir de la composition de l'enrobé bitumineux, mais la majorité d'entre eux tiennent compte uniquement de la norme du module complexe, l'angle de phase étant rarement étudié.

Parmi les auteurs qui ont établi des relations entre le module complexe du liant et celui de l'enrobé, valables à la fois pour la norme et pour l'angle de phase du module complexe, on peut citer Francken, Zeng, Witczak, Ugé, [58, 59, 60, 61, 62].

Des relations empiriques entre le module des enrobés et les propriétés de leur liant, en y introduisant la distribution volumique des différents constituants du mélange, ont été établies après plusieurs formules prévisionnelles par Heukelom et Klomp [63], Ugé et al. [59], Francken et al. [58,64, 65] et Witczak et al. [61,62].

Francken et Vanelstraete (1995) ont également mis en évidence expérimentalement une relation entre l'angle de phase de l'enrobé et celui du liant. Cette relation, a été vérifiée pour différents bitumes purs et modifiés.

La relation de Witczak et al. (1999 et 2000) permet de prédire la norme du module complexe de l'enrobé à partir des propriétés du liant et de la composition de l'enrobé [61,62]. Plus de 2800 mesures de module complexe, sur environ 200 formulations d'enrobés différents, ont permis d'établir cette relation empirique.

A noter que les formules d'Heukelom et Klomp [63], d'Ugé et al. [59], de Francken et al. [58, 64,65] et de Witczak et al. [61,62] ne tiennent pas compte de la taille, de la forme, ni de la rugosité des matériaux minéraux définis uniquement par leur volume. Comme le soulignent Such et al. (1999), cela revient notamment à négliger le frottement interne du sable et des enrobés [66].

## **V-7 Essais sur Enrobé bitumineux**

Plusieurs essais sur les enrobés ont été développés afin de choisir des formulations performantes.

### **V-7.1 Essais MARSHALL**

Cet essai consiste à déterminer les caractéristiques mécaniques (stabilité, fluage et leur quotient), ainsi que le pourcentage de vides, le pourcentage de vides du granulat et le taux de remplissage en liant, de mélanges bitumineux denses enrobés et compactés à chaud dans des conditions normalisées. Ils sont compactés dans des moules cylindriques à l'aide d'une dame en vue de réaliser des éprouvettes cylindriques. Ces éprouvettes conservées à une température de 60°C sont placées entre les deux mâchoires semi cylindriques d'une presse qui se rapprochent l'une de l'autre à une vitesse de déformation constante  $0,85 \pm 0,02 \text{ mm/s}$ . Au cours de l'essai, la charge et la déformation sont enregistrées jusqu'à la rupture.

**V-7.2 Essai Duriez (La tenue à l'eau)** : consiste à déterminer à 18 °C la résistance à la compression simple et évaluer la réduction de résistance à la compression d'éprouvette avec ou sans immersion dans l'eau (NFP98-251-1).

Un autre essai ITSR (indirect tensile strength ratio) sert à déterminer la tenue en eau après application d'une compression diamétrale.

### **V-7.3 Essai de fluage :**

L'essai de fluage statique consiste à soumettre une éprouvette cylindrique à une charge uniaxiale en compression à une température fixée tandis que l'on mesure la déformation longitudinale de l'éprouvette en fonction du temps.

Ce test est le plus répandu, du fait de sa simplicité et aussi du fait que la plupart des laboratoires dispose du matériel nécessaire à sa réalisation. Kaloush et Witczak [69] montrent que l'essai de fluage statique permet de bien discriminer les bitumes et enrobés au regard de l'orniérage.

On peut regretter que la phase finale de décharge ne soit pas en général mise à profit pour juger des parts réversibles et irréversibles de la déformation mesurée, dont la détermination permet une meilleure valorisation de l'essai. Dogmon, [70].

### **V-7.4 Essai d'orniérage (NF P 98-253- 1)**

Il consiste à évaluer la résistance à l'orniérage d'un mélange hydrocarboné préparé et compacté en laboratoire.

Une éprouvette de mélange hydrocarboné, de forme parallélépipédique est soumise en surface à l'action d'une charge de roue décrivant un mouvement aller-retour rectiligne à une fréquence donnée et à une température constante. On considère comme profondeur d'ornière en un point de la surface de l'éprouvette, la dénivellation verticale permanente par rapport aux lèvres de l'ornière.

### **V-7.5 Essai CANTABRO**

Cet essai permet d'évaluer la perte de matériaux d'un enrobé drainant ou à texture ouverte sous l'influence du trafic (déchaussement, usure, abrasion, ...).

Il détermine aussi la perte de masse d'éprouvettes Marshall d'enrobés après rotations dans le tambour de la machine Los Angeles sans boulets.

### **V-7.6 Essai de traction directe**

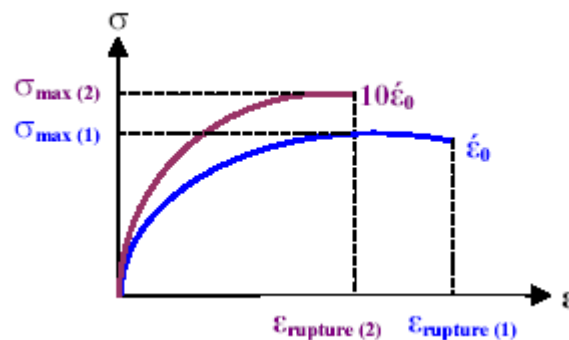
Il s'agit d'un essai de traction à température et à vitesse de déformation constante. Au cours de l'essai, les paramètres mesurés sont la contrainte, la déformation et la température à l'instant t.

La contrainte maximale, encore appelée contrainte de rupture, et la déformation correspondante, donnent directement accès à la résistance en traction du matériau testé, pour les conditions d'essais (température, vitesse) considérées.

On observe généralement que plus la vitesse de déformation imposée est élevée, plus l'enrobé a un comportement rigide (contrainte maximale plus élevée) et l'allongement à la rupture est faible (figure 5.9).

Il est à noter enfin que l'essai de compression diamétrale (« essai de traction indirecte » ou encore « essai brésilien ») peut également être réalisé en laboratoire afin de déterminer la résistance en traction d'un enrobé bitumineux.

Son désavantage majeur est qu'il s'agit d'un « essai non-homogène » alors que son principal avantage réside dans le fait que les éprouvettes peuvent être directement prélevées in situ.



**Fig 5.9** Résultats classiques pour l'essai de traction directe sur enrobés [53].

- (1) essai à vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_0$
- (2) essai à vitesse de déformation  $10\dot{\epsilon}_0$

### V-7.7 Essai de retrait thermique empêché (AASHTO ,TP10-93)

Lorsqu'un matériau est soumis à une variation de température, il subit des déformations. Si celles-ci sont empêchées, les variations de température créent des contraintes appelées contraintes thermiques. Ce type de couplage thermo-mécanique est à l'origine des problèmes de fissuration observés à basse température sur les chaussées.

En moyennes températures, les enrobés sont des corps viscoélastiques. Lorsque la température augmente les contraintes thermiques créées, qui sont des contraintes de compression, se dissipent par la relaxation.

En basse température, l'enrobé se comporte comme un corps élastique très rigide.

Lorsque la température baisse, des contraintes de tension se créent sans pouvoir se dissiper. Lorsque ces contraintes atteignent la limite de résistance du matériau, des fissures apparaissent. Ce phénomène est illustré à la figure 5.10. La température à laquelle apparaît la fissure est appelée température de fissuration thermique.

L'essai de retrait thermique empêché, ou Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST), consiste à maintenir la hauteur d'une éprouvette d'enrobé constante tout en diminuant la température à vitesse constante (généralement  $-10^{\circ}\text{C/h}$ ).

La déformation totale, notée ( $\varepsilon^{total}$ ) peut se décomposer comme suit :

$$\varepsilon^{total} = \varepsilon^{mécanique} + \varepsilon^{thermique}$$

Etant donné que le retrait est empêché  $\varepsilon^{total} = 0$

$$\varepsilon^{mécanique} = -\varepsilon^{thermique} = -\alpha \Delta T$$

Avec  $\alpha$  le coefficient de dilatation/contraction thermique moyen de l'enrobé ( $\alpha \approx 30 \mu\text{m/m}/^{\circ}\text{C}$ ) Di Benedetto Neifar [45].

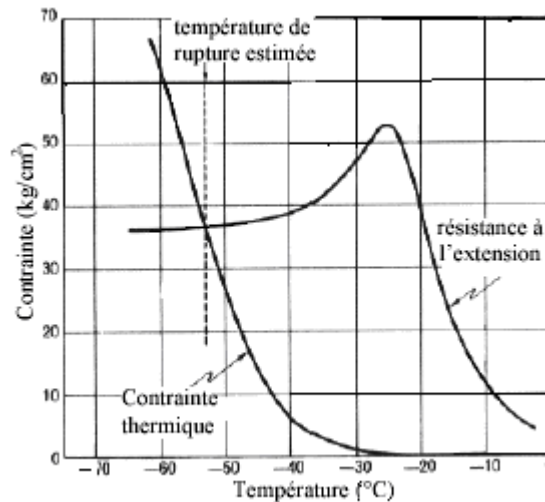


Fig 5.10 Méthode d'estimation de la contrainte de rupture thermique

### V-7.8 Essai de Rupture par Compression Diamétrale

Appelé essai de traction indirecte ou brésilien : Il s'agit d'un essai de contrôle rapide de la qualité d'éprouvettes d'enrobés hydrocarbonés. On mesure la résistance à la rupture par compression diamétrale (traction par fendage).

Le principe de la méthode est d'imposer une déformation par compression diamétrale à une éprouvette cylindrique disposée horizontalement entre les plateaux d'une presse, les efforts étant appliqués à l'éprouvette suivant deux génératrices opposées. L'essai est mené à la rupture avec mesure de la charge et de la déformation (variation de diamètre de l'éprouvette) à partir desquelles on calcule le module de déformation.

Son désavantage est l'état de contrainte dans la partie centrale qui n'est pas de nature homogène.

#### **V-7.9 Essai de détermination drainabilité**

Cet essai permet de déterminer sur chantier la drainabilité des enrobés drainants. Il consiste à mesurer la durée d'écoulement d'une quantité d'eau donnée dans un revêtement en enrobés drainant.

#### **V-7.10 Essai de résistance au désenrobage**

Il permet de contrôler l'influence de l'eau ou d'une solution d'eau salée sur un échantillon d'enrobé à froid. Déterminer visuellement si un échantillon d'enrobé à froid est sensible au désenrobage sous l'action de l'eau bouillante d'une part et d'une solution d'eau salée d'autre part.

**V-7.11 Essai de stabilité** Il s'agit de contrôler si un enrobé à froid, après compactage et durcissement, est encore sensible aux déformations. Déterminer le changement de forme d'un échantillon d'enrobé à froid compacté et durci, après un séjour au repos et après flexion sous son propre poids.

#### **V-7.12 Essai à la presse à Cisaillement Giratoire PCG**

La presse à cisaillement giratoire (PCG) n'est en fait qu'un simple outil de compactage d'un échantillon d'enrobé muni d'un système d'acquisition de données. Sa particularité réside dans le fait que l'échantillon n'est pas densifié par impact comme dans le cas de la méthode Marshall, mais plutôt sous l'action combinée d'un piston exerçant une pression fixée à 600 kPa et d'un moule cylindrique de 150 mm de diamètre incliné de 1,25 degré et décrivant un mouvement giratoire de 30 tours par minute (figure 5.11).

Le compactage est obtenu en effectuant le nombre de girations désiré, qui est généralement de 200. La température de l'échantillon est ajustée en fonction du type de bitume utilisé.

Ce mode de compactage traduit la relation linéaire qui existe entre le nombre de passes d'un rouleau compacteur de chantier et le nombre de girations; ainsi que de prédire en laboratoire -la « maniabilité » d'un mélange d'enrobé.

L'essai à la PCG permet de mesurer l'évolution du pourcentage de vides dans le mélange en fonction du nombre de girations. Cette courbe du pourcentage de vides en fonction du

nombre de girations (figure 5.11) décrit la maniabilité du mélange, qui est utilisée comme critère de formulation des enrobés [72].

Un troisième critère, girations, permet d'estimer le compactage ultime subi par le mélange en service : le mélange doit conserver une quantité minimale de vides d'environ 2 %, pour éviter l'orniérage ou le ressuage; à 200 girations, l'évaluation visuelle de l'éprouvette confirme la présence ou l'absence de ressuage d'une quantité excessive de bitume

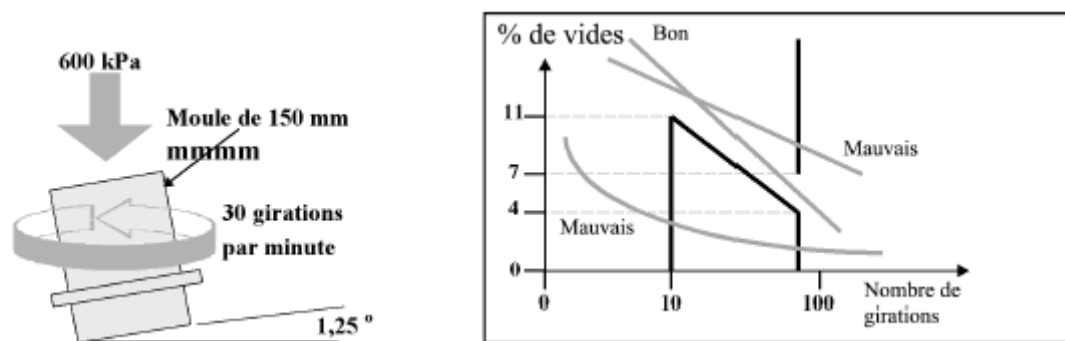


Fig 5.11 Principe du compactage à la PCG (Gauche) Relation vides vs girations à la PCG (droite)

### V-7.13 Essai de compression simple ou répété

Il consiste à appliquer une compression simple cyclique à une éprouvette de forme cylindrique ou prismatique, avec ou sans confinement, où la sollicitation en contrainte est en générale de forme sinusoïdale non centrée [67,68].

## VI-RESUME DE QUELQUE TRAVAUX

Dans cette partie nous allons présenter quelques travaux sur l'influence des polymères sur la modification des bitumes et les caractéristiques des enrobés bitumineux. Il s'agit des études effectués par :

S.Chabil sur, « étude des liants bitumineux modifiés par le noir de carbone et le charbon de bois pyrolytiques, sous-produits de la décomposition thermique sous vide des pneus et du bois hors d'usage », dans le cadre d'un mémoire de maîtrise de l'université de Sherbrooke (Canada), de F Olard, « comportement thermomécanique des enrobés bitumineux à basses températures relations entre les propriétés du liant et de l'enrobe » dans le cadre d'une thèse de doctorat à l'INSA de Lyon (France) et de S Haddadi sur, « influence de la poudrette de caoutchouc sur le comportement au fluage des enrobés bitumineux », dans le cadre d'une thèse de doctorat d'état à l'USTHB (Algerie).

### VI-1 Travaux de S Chebil de l'université de Sherbrooke [89]

#### V1-1.1 Origine des modifiant :

Les liants bitumineux sont modifiés par le noir de carbone commercial (NCc) et particulièrement par le noir de carbone et le charbon de bois pyrolytique NCp. Les deux additifs proviennent respectivement de la décomposition thermique sous vide des pneus usagés et des résidus de bois de pins, de sapins et d'épinettes.

La pyrolyse sous vide, procédé découvert, développé et mis au point dans les laboratoires de l'université Laval et de l'Institut PYROVAC, permet à la fois la production de combustibles tels que des huiles et du charbon pyrolytiques et, sous certaines conditions, l'extraction de produits à valeur ajoutée tels des solvants, des produits pharmaceutiques, des fragrances, des arômes alimentaires et autres.

#### VI-1.2 Propriétés des matériaux utilisés (bitumes déchets granulats)

Chebil à utiliser deux sortes de bitumes purs, de structures et d'origines différentes.

- 1) **Bitumes** : les caractéristiques des bitumes sont données dans le tableau 2.1

**Tableau 6.1** Caractéristiques des bitumes utilisés

Type de bitume	150/200	80/100
Point d'éclair °C	338	334
Viscosité cinématique (à 135°C)	185	308
Pénétration (a 25°C)	158	84
Origine	Shell	Ultramar

Le bitume 80/100 plus consistant contient plus d'asphaltènes que le 150/200 tableau 6.2.

**Tableau 6.2** SARA des bitumes utilisés

Bitume	Teneur en (%)		
	Maltènes	Asphaltènes	Insoluble
Ultramar 80/100	83.56	16.38	0.06
Shell 150/200	88.59	11.37	0.04

## 2) Additifs

L'analyse chimique des aditifs a donné les compositions représentées dans le tableau 6.3

**Tableau 6.3** Composition chimique des additifs

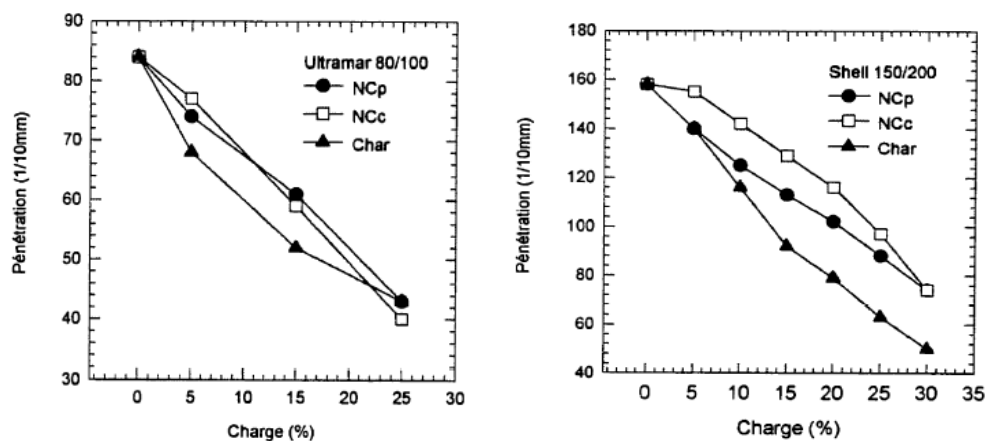
Additif	Teneur (%)				
	C	H	N	S	Autres
NCp	86.74	0.93	0.47	3.0	8.86
NCc	97.85	0.25	0.43	0.1	1.37
Char	79.35	2.66	0.67	0	17.23

**Tableau 6.4** Granulométries des additifs

Diamètre des particules $\mu m$	Distribution des particules %		
	NCp	NCc	Char
$\emptyset < 45$	35.3	9.3	47.3
$45 < \emptyset < 53$	10.7	0.9	7.1
$53 < \emptyset < 61$	1.8	0.5	1.9
$61 < \emptyset < 75$	1.1	9.9	1.3
$75 < \emptyset < 90$	8.3	13.5	9.4
$\emptyset > 90$	42.8	65.9	33

## VI-1.3 Résultats expérimentaux

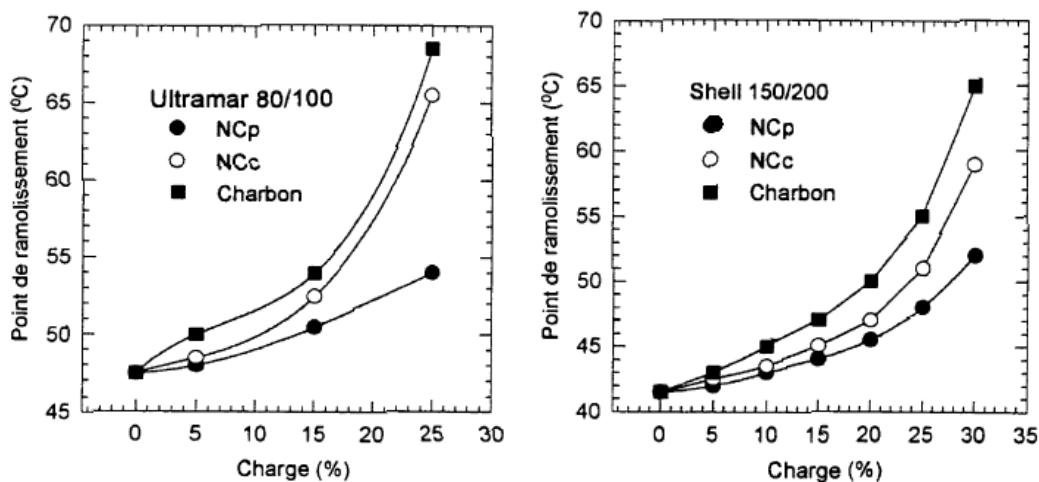
### 1) Pénétrabilité



**Fig 6.1** Pénétration à 25 °C en fonction des teneurs et des modifiants pour les deux bitumes.

La figure 6.1 montre que la pénétrabilité décroît bel et bien lorsqu'on élève la concentration d'additif dans le liant.

**2) Point de ramollissement**

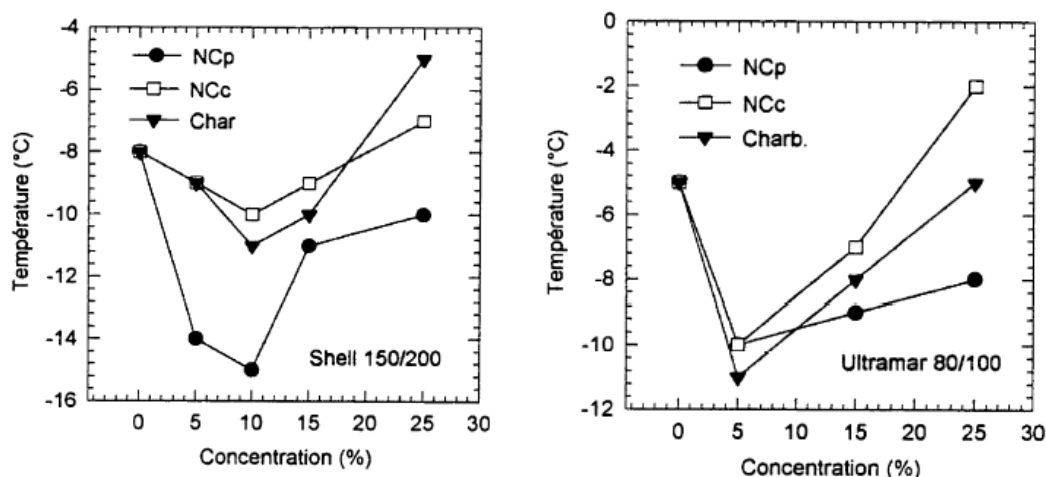


**Fig 6.2** : Température de point de ramollissement

La figure 6.2 montre que la TBA augmente sensiblement avec l'augmentation de la teneur en additif. Ce qui résume bien l'influence dominante de l'adjonction des carbones techniques.

En présence des noirs de carbones techniques et à un certain degré, la matrice bitumineuse, appauvrie en huiles, sa cohésion et son élasticité se trouvent augmentés. Remarquons que l'effet est beaucoup plus affirmé avec le charbon pyrolytique qu'avec les autres additifs.

**2) Température de fragilité « Fraas »**

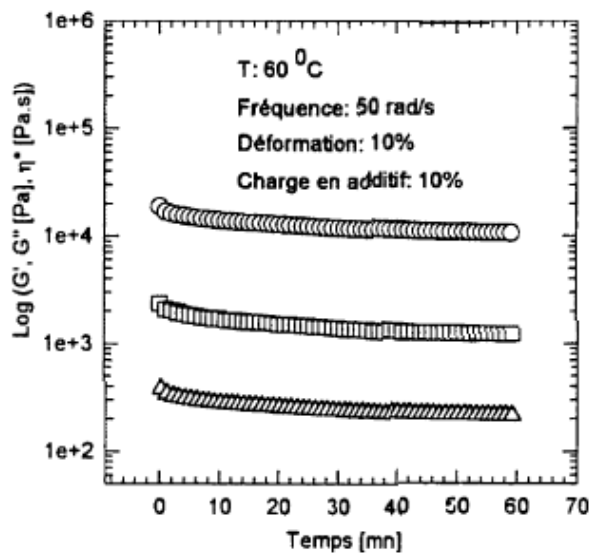


**Fig 6.3** Point de Fraass en fonction de la charge

La figure 6.3 montre que le bitume modifié aux carbones techniques est sujet à la fissuration à des températures beaucoup plus basses (6 °C)

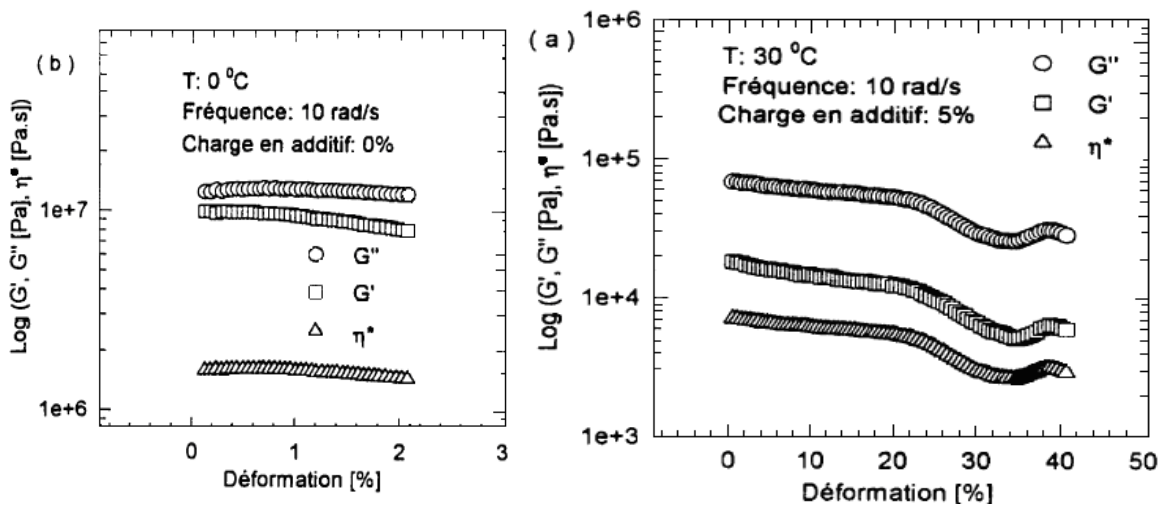
**4) Comportement rhéologique des bitumes modifiés.**

Évolutions du module élastique  $G'$ , la module de perte  $G''$  et la viscosité complexe  $\eta^*$



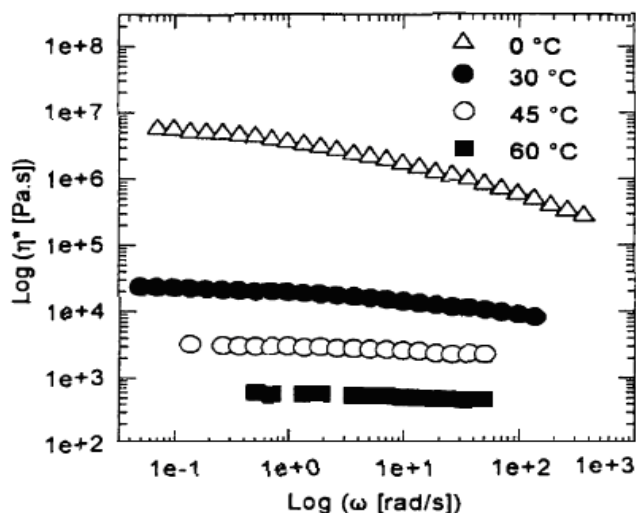
**Fig 6.4** Balayage en temps

Chebil conclut que le bitume ne subit aucune dégradation thermique ou modification de sa structure pendant un temps de 60 min qui s'avère nettement supérieure à la durée des essais de balayage en fréquence (figure 6.4).



**Fig 6.5** Balayage en déformation

La figure 6.6, montre que la viscosité complexe,  $G'$  et  $G''$  gardent la même allure d'une température à l'autre. Cette caractéristique permet d'utiliser le PETT. Et met en évidence aussi le plateau newtonien aux basses fréquences, la zone de transition et finalement la zone où la viscosité décroît plus ou moins aux moyennes et hautes fréquences.

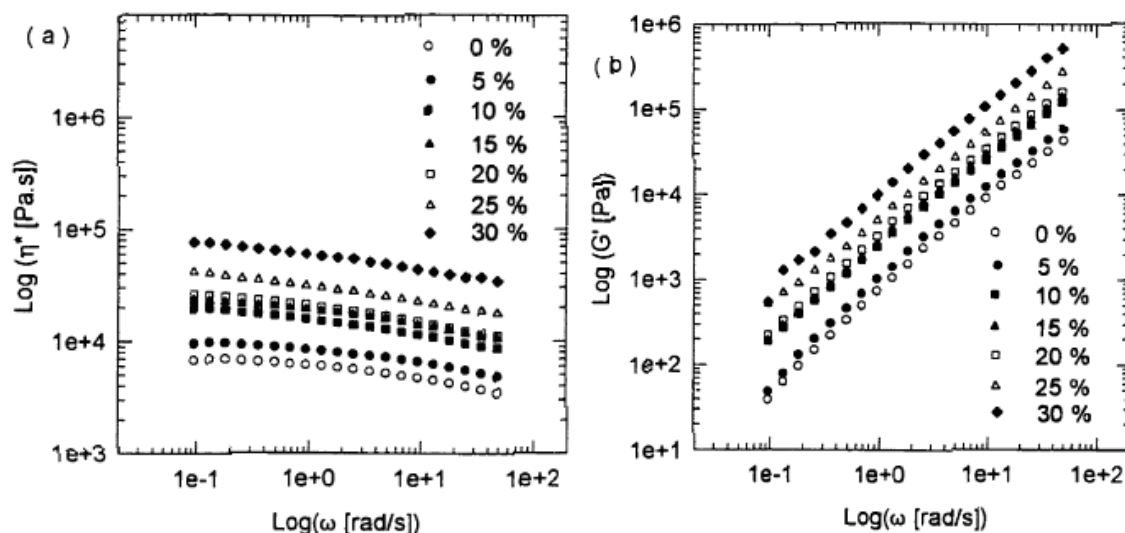


**Fig 6.6** Isothermes de la viscosité complexe en fonction de la fréquence pour le bitume Shell 150/200 modifié avec 20 % de charbon

Sur la figure 6.7, la courbe (a) montre en effet, qu'avec l'accroissement de la teneur en modifiant, le module élastique  $G'$  et la viscosité complexe augmentent d'une façon remarquable. Ce qui illustre l'amélioration du comportement visqueux du liant apportée par le charbon dispersé dans la matrice bitumineuse.

La température de référence choisie, est  $T_{ref} = 30\text{ °C}$ .

L'observation de l'ensemble des courbes maîtresses des bitumes utilisés, confirme que les modules élastiques et visqueux ainsi que la viscosité complexe sont poussés à croître en fonction de la charge en additif (figure 6.7).

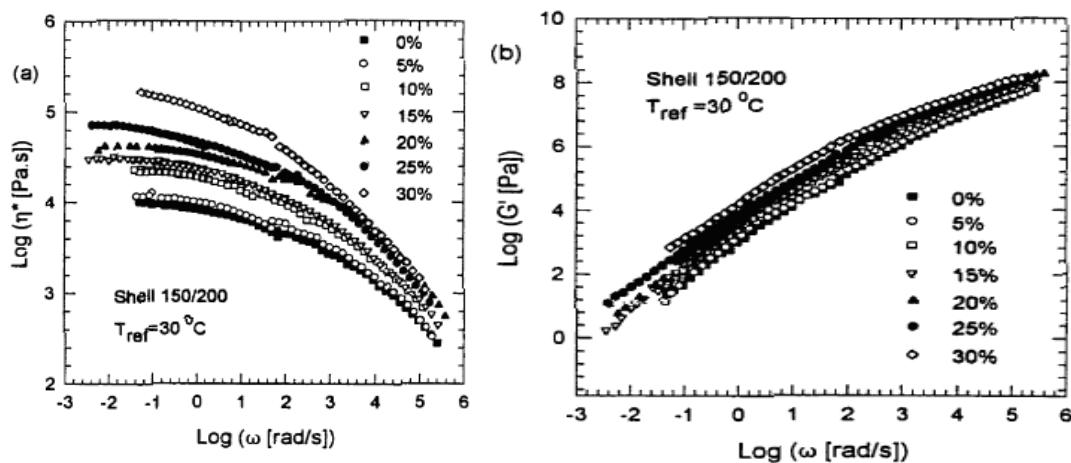


**Fig 6.7** Variation de la viscosité complexe (a) et de  $G'$  (b) en fonction de la fréquence à  $30\text{ °C}$  pour le bitume Shell 150/200 modifié avec différentes charges de charbon pyrolytique

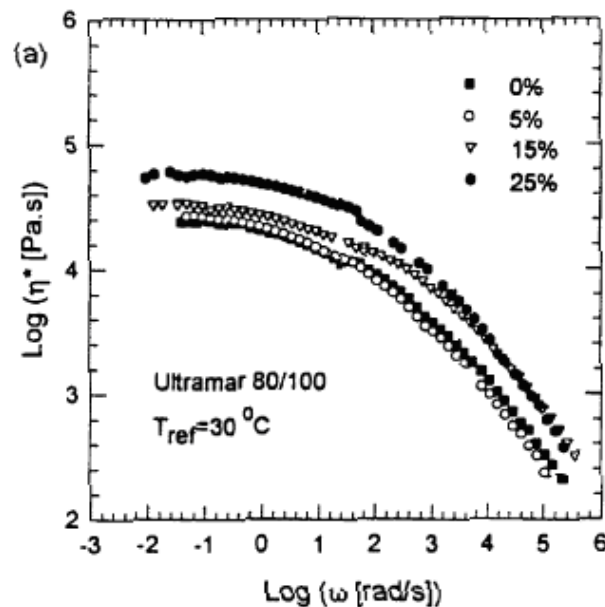
C'est en effet en présence des taux maximums utilisés d'adjonction de carbones techniques, soient 25 ou 30 %, que les bitumes purs semblent être plus performants de point de vue viscosité et élasticité (particulièrement aux basses fréquences).

Le bitume Shell modifié à 25% avec du NCp occupe une position intermédiaire, entre le bitume Ultramar 80/100 à basse fréquence et le bitume Shell 150/200 à haute fréquence.

Ceci prouve que le modifiant proposé influence bel et bien les caractéristiques rhéologiques des bitumes purs (figures 6.8 et 6.9)



**Fig 6.8** Courbes maîtresses de la viscosité complexe (a) et de  $G'$  (b) pour le bitume Shell 150/200 modifié avec différentes charges de noir de carbone commercial NCc



**Fig 6.9** Courbes maîtresses de la viscosité dynamique (a) pour le bitume Ultramar 80/100 modifié avec différentes charges de NCp

En présence d'une charge de 25 % de charbon pyrolytique, l'élasticité  $r$  du bitume Ultramar 80/100 conventionnel se trouve environ 4 fois plus élevée. Étant moins consistant donc plus susceptible à l'orniérage (vu que son grade est plus élevé), le liant Shell 150/200 voit son élasticité se multiplier par 6 avec la même teneur de charbon.

### 5) Essais sur l'enrobé

L'essai de la presse à cisaillement giratoire (PCG), a permis d'opter pour une teneur optimale de 5.3 % de bitume.

Les résultats montrent que le bitume Ultramar 80/100, étant plus consistant que le liant Shell 150/200, est moins susceptible aux déformations.

## VI-2 Travaux de F, OLARD l'institut de LYON [90]

### VI-2.1 Description des matériaux utilisés

Cinq bitumes purs très différents ont été choisis de classe respective (0/10, 10/20, 20/30, 35/50 et 50/70). Les deux bitumes modifiés avec une forte teneur en élastomère ou en plastomère PMB4 et PMB5, dans lesquels le polymère est la phase continue tandis que le bitume est la phase dispersée du mélange.

**Tableau 6.5** Résultats des essais

Teneur polymère	0/10	10/20	20/30	35/50	50/70	PMB1	PMB2	PMB3	PMB4	PMB5
	/	/	/	/	/	faible	faible	faible	forte	forte
Pen 25°C 1/10mm	8	18	25	38	60	24	52	47	88	54
TBA	88	62	60	53.5	48.5	68	57.5	35.4	100	65.8
Fraas (°C)	7	-10	-11	-15	-18	-17	-16	-12	-20	-17

Les enrobés (BBSG) sont fabriqués à partir des dix bitumes présentés et d'une formule granulométrique 0/10 composée de granulats concassés. La densité des bitumes à 20°C vaut environ 1,03.

### VI-2.2 Les essais réalisés

#### VI-2.2.1 Essais du module complexe

Essais de traction/compression ont été menés sur éprouvettes cylindriques ( $\varnothing=10\text{mm}$ , hauteur=22mm). Les tests de cisaillement annulaire réalisés sur éprouvettes en cylindre creux ( $\varnothing_{\text{int}}=8\text{mm}$ ,  $\varnothing_{\text{ext}}=10\text{mm}$ , H=20mm).

Les courbes de module complexe des bitumes purs et des bitumes modifiés dans le diagramme de Black (angle de phase– norme du module complexe) sont représentées par les figures 6-10 et 6-11.

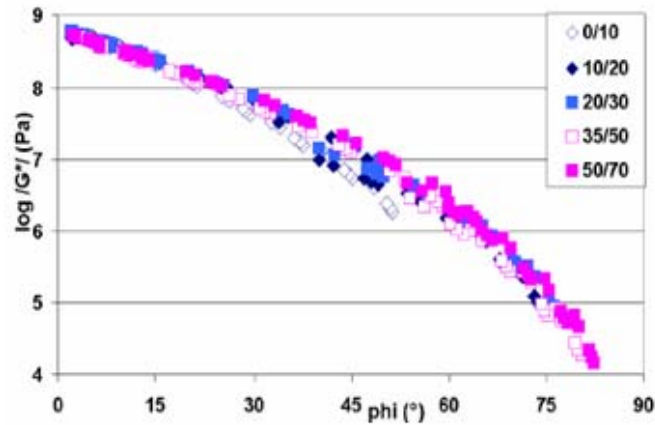


Fig 6.10 .Module complexe des bitumes purs dans l'espace de Black.

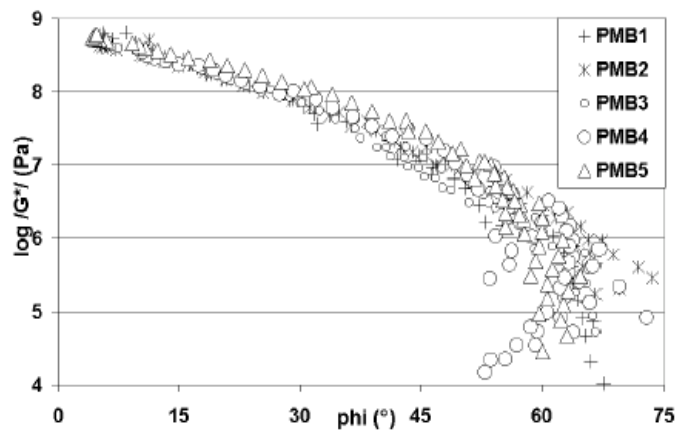


Fig 6.11 Module complexe des bitumes modifiés aux polymères dans l'espace de Black

Le Principe (PETT) ne s'applique pas aux liants modifiés testés dans cette étude. Les courbes de module complexe des liants modifiés ne sont pas uniques et continues dans le diagramme de Black (figure 6.11)

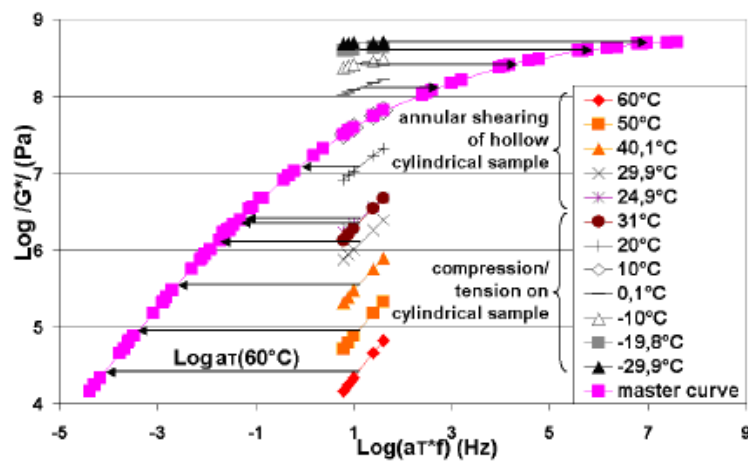


Fig 6.12 Procédure de construction de la courbe maîtresse du bitume 50/70à  $T_s=10^\circ\text{C}$  ( $a_T$ , connu)

Olard a tracé pour les bitumes modifiés, des courbes maîtresses de la norme du module complexe de cisaillement ( $|G^*|$ ) à une température de référence, notée par  $T_s$ , en translatant les différentes isothermes selon l'axe des fréquences (figure 6.13). Cette propriété appelée "Principe d'Equivalence Partielle Temps-Température" (PEPTT) puisque la procédure de translation des isothermes donne une courbe maîtresse unique et continue uniquement pour la norme du module.

Le PETT est valable pour les bitumes purs puisque, les courbes de Black obtenues il les a considérées comme uniques et continues (figure 6.10).

De plus, les figures 6.11 et 6.14 mettent en évidence la transition entre un comportement purement visqueux (angle de phase presque égal à  $90^\circ$ ) et un plateau vitreux ( $|G^*| \approx 0.67$  GPa). Il conclut que ce plateau vitreux à 0.67 GPa est proche des valeurs de modules vitreux obtenue par Franken et al. (1997) sur huit bitumes ( $|G^*| \approx 0.719 \pm 0.066$  GPa).

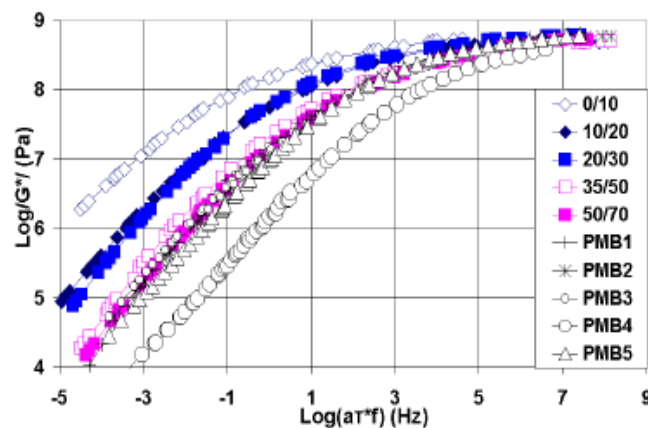


Fig 6.13 Courbes maîtresses de  $|G^*|$  des bitumes à  $T_s=10^\circ\text{C}$ .

#### Analyse des courbes maîtresses

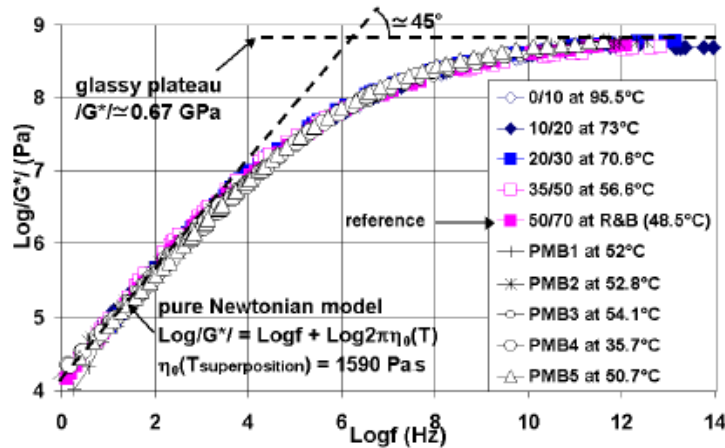
Il a superposé les courbes maîtresses de  $|G^*|$  des différents liants à différentes températures, et le bitume 50/70 comme matériau de référence (figure 6-7, 6-8).

La courbe maîtresse de ce dernier est considérée respectivement à  $T_s=10^\circ\text{C}$  et  $T_s=T_{BA}$  (température Bille et Anneau).

En remarque, Olard constate l'existence d'après l'expérimentale d'une courbe maîtresse "générale" unique, ce qui signifie que dans le domaine des petites déformations, ces dix bitumes (de composition et structure physico-chimiques très différentes) ont le même module à toute fréquence lorsqu'ils sont considérés aux températures appropriées, exemple (figures 6.16 et 6.17).

Ce que n'est pas le cas (bitumes soufflés) cette courbe maîtresse "générale" unique pourrait être mise en défaut.

Les figures 6.10, 6.13 et 6.14 montrent le comportement visqueux (angle de phase proche de 90°) pour les cinq bitumes purs dans le domaine des hautes températures et des basses fréquences, leur comportement peut alors être modélisé dans ce domaine par un amortisseur linéaire de viscosité newtonienne

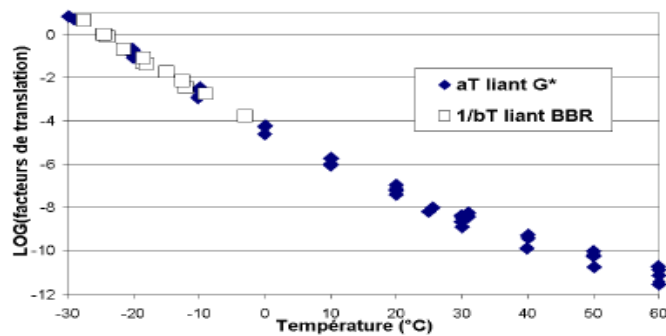


**Fig 6.14** Superposition des courbes maîtresses des dix liants bitumineux étudiés. f est la fréquence à la température donnée dans la légende.

**VI-2.2.2 Test de fluage sur les liants (BBR)** Rhéomètre à flexion de poutre, à trois

températures différentes, dans un premier temps sur les dix bitumes non vieillis.

En particulier que le liant PMB4 (à forte teneur en polymère) possède la valeur Bille et Anneau la plus haute mais le module le plus faible.



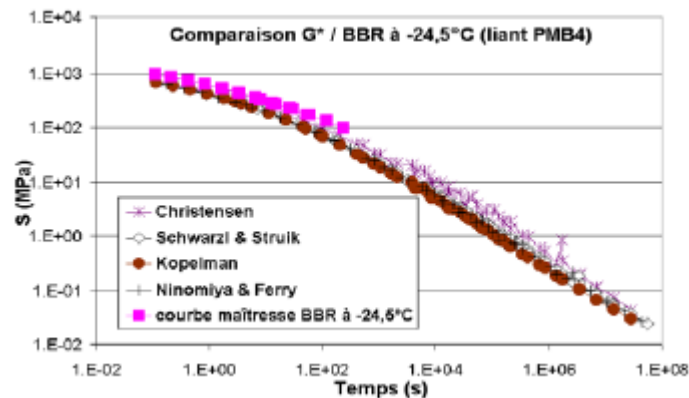
**Fig 6.15** Comparaison entre les facteurs de translation  $a_T$  et  $1/B_t$  pour les cinq bitumes ( $T_s = -24.5^\circ\text{C}$ ).

Comme il a obtenu et confirme l'hypothèse (comportement visco-élastique linéaire thermorheologiquement simple peut être appliquée aux bitumes testés). Dans cet essai des

facteurs de translation  $b_T$  égaux ou proche des facteurs  $a_T$ , sont obtenus à partir des essais de module complexe (figure 6-15).

### Prédiction des tests de fluage BBR à partir des résultats de module complexe sur liants

Les deux essais réalisés dans le domaine des petites déformations des liants, donnent accès aux fonctions viscoélastiques linéaires des liants.



**Fig 6.16** Comparaison entre les données converties de module complexe et les données expérimentales obtenues à l'essai de fluage BBR des liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5.

Olard, confirme qu'il est possible de prévoir le comportement du liant lors de l'essai BBR à partir de l'essai de module complexe dans le domaine linéaire des petites déformations.

#### VI-2.2.3 Essai de module complexe sur enrobés.

Les éprouvettes testées sont cylindriques ( $H=200\text{mm}$  et  $\varnothing=80\text{mm}$ ).

Des sollicitations sinusoïdales en traction/compression ont été effectuées avec un mode de contrôle en force. A chaque cycle, la déformation axiale de l'éprouvette est calculée comme la moyenne des mesures de déformation délivrées par les trois extensomètres utilisés..

A chaque mesure de module, il a été vérifié que l'amplitude de déformation obtenue soit inférieure à (.limite du domaine linéaire)

Olard conclut que le PTT n'est pas valide pour PMB1, PMB4 et PMB5 qui possèdent un comportement thermorhéologiquement complexe, puisque leurs courbes de Black ne sont pas uniques et continues (figure 6.17).

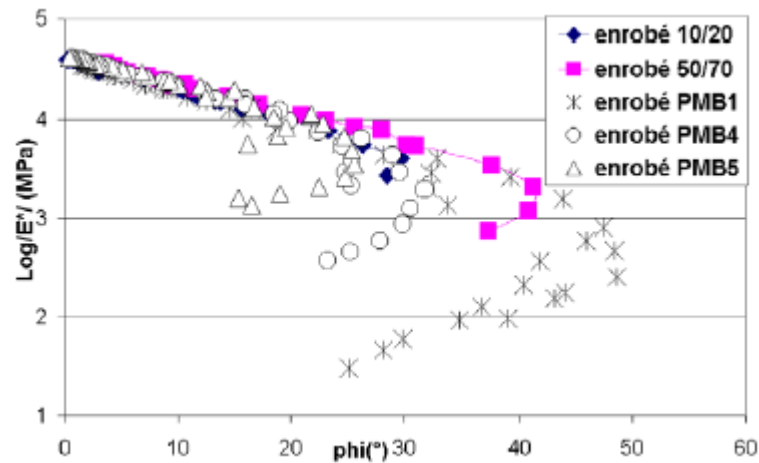


Fig 6.17 Diagrammes de Black des enrobés.

Le principe d'équivalence partielle temps température (PEPTT) s'applique aux trois enrobés aux liants modifiés pour l'intervalle de température considéré (isothermes étudiées : +45 ; +30 ; +15 ; 0 °C).

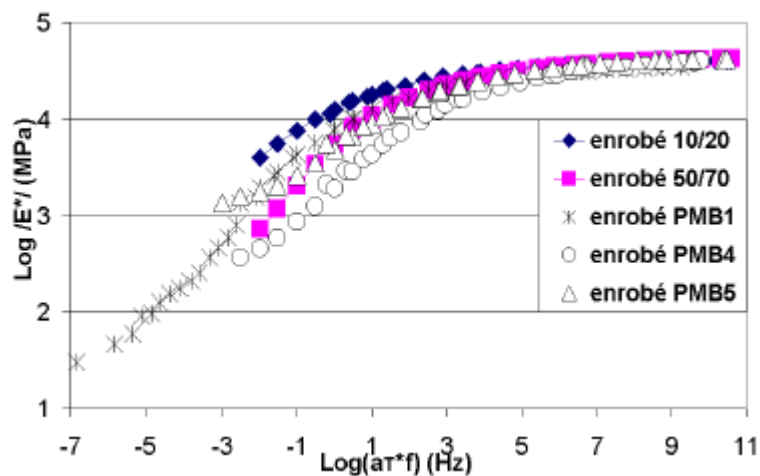
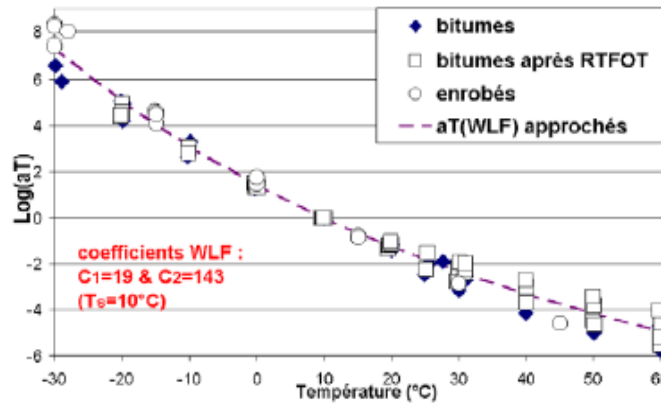


Fig 6.18 Courbes maîtresses  $[E^*]$  des enrobés à  $T_s 15^\circ\text{C}$

A "haute" température ( $15^\circ\text{C}$ ) et basse fréquence, le PEPTT n'est peut-être pas tout à fait valide pour les enrobés aux liants modifiés.

La figure 6.19 montre que les coefficients  $a_T$  des cinq enrobés sont très proches sur l'intervalle de température considéré (déjà mis en évidence dans la littérature).

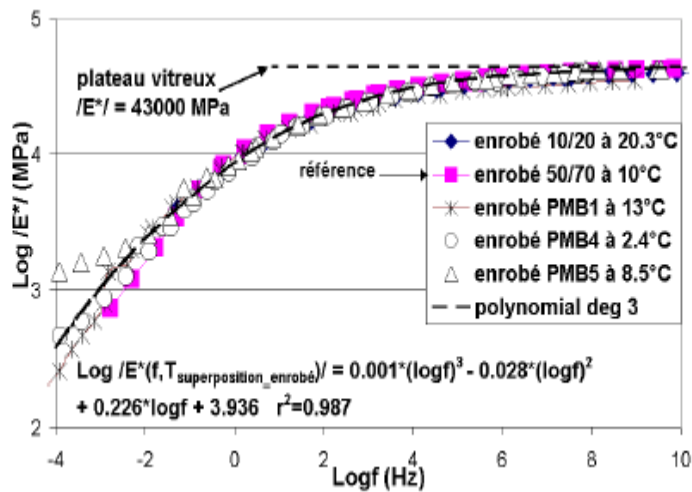
La possibilité d'utiliser les constantes universelles C1 et C2 de Ferry (1980) pour les polymères, pour les matériaux (bitumes et enrobés) a été vérifiée avec les dix liants étudiés.



**Fig 6.19** Facteurs de translation  $a_T$  des liants [10/20, 50/70, PMB1, PMB4, PMB5] et des enrobés à  $T_s=10^\circ\text{C}$

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_s)}{C_2 + (T - T_s)} \approx \frac{-19(T - 10)}{143 + (T - 10)}$$

Il souligne que les enrobés testés pourraient posséder un squelette granulaire et/ou une teneur en vides légèrement différente.



**Fig 6.20** Superposition des courbes maîtresses des enrobés

**Conclusion**

Le Principe (PETT) ne s’applique pas aux liants modifiés testés dans cette étude. Les courbes de module complexe des liants modifiés ne sont pas uniques et continues dans le diagramme de Black.

A température ( $15^\circ\text{C}$ ) et basse fréquence, le PEPTT n’est peut-être pas tout à fait valide pour les enrobés aux liants modifiés.

### VI-3 Travaux de S, Haddadi de l'université USTHB Algérie 2007 [91]

#### VI-3.1 Matériaux utilisés

Un bitume de classe 35/50 dont les caractéristiques (tableau 6.6).

**Tableau 6.6** Caractéristiques des bitumes

Pénétrabilité à 25°C 1/10mm	42
TBA °C	51.6
Densité relative	1.029
Ductilité	>1000
IP <sub>LCPC</sub>	0.545

Déchet industriel : de type NBR (voir chapitre polymère)

Granulats :

- la fraction 0/3 est un sable calcaire composé de CaCO<sub>3</sub> sous forme de calcite. Il contient aussi quelque trace de silice SiO<sub>2</sub>,

- Les graviers 3/8 et 8/15 sont des basaltes.

Leurs caractéristiques sont apportées sur le tableau 6.7.

**Tableau 6.7** Caractéristiques des granulats.

Essais	Classe granulaire		
	0/3 (Keddara)	3/8 (Cap Djinet)	8/15 (Cap Djinet)
Propreté (%)	-	2.33	1.57
Equivalent de sable (%)	39	-	-
Los Angeles (%)	-	16	14
Micro-Deval (%)	-	29	16
Densité spécifique	2.58	2.70	2.70

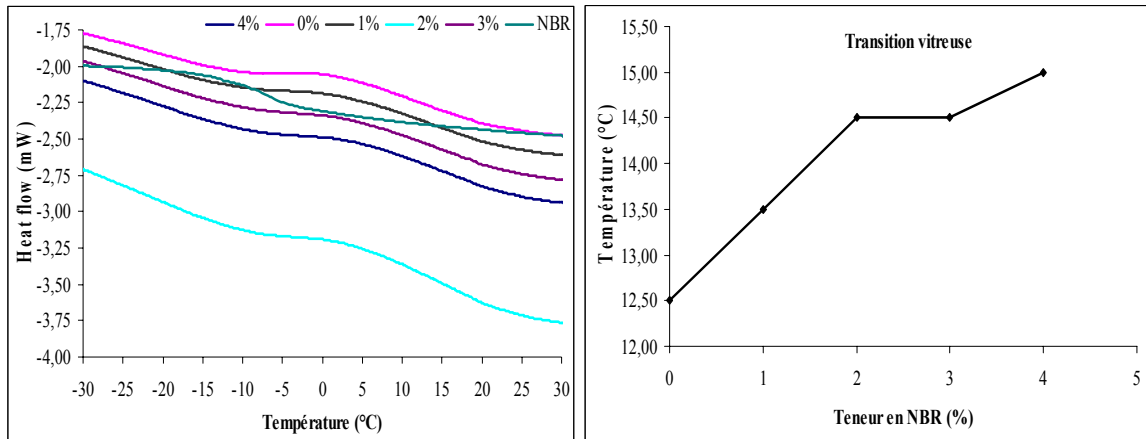
#### VI-3.2 Modification

Détermination de la température de transition vitreuse T<sub>g</sub> : "glass température"

T en dessous de cette température le polymère est dit vitreux (état solide) et présente le comportement d'un corps solide élastique. Au dessus, il présente un comportement de solide plastique (état viscoélastique), suite à l'affaiblissement de liaison intermoléculaire.

Les résultats obtenus montre une augmentation de la température de transition vitreuse avec la teneur en NBR.

Analyse par calorimétrie différentielle par balayage (DSC) : L'essai a été conduit à la vitesse de 10°C/min entre -90°C et 250°C en utilisant l'appareil Perkin Elmer [54].

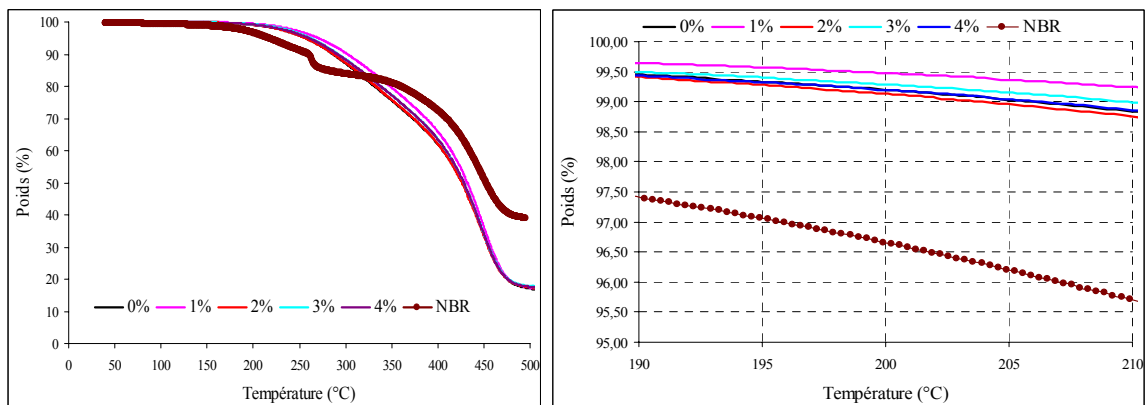


**Fig 6.21** DSC du bitume, du NBR et des bitumes modifiés aux différentes teneurs

**Fig 6.22** Variation de la Tg en fonction de teneur en NBR

Ces résultats montrent que la température de transition vitreuse augmente avec la teneur en NBR.

L'Analyse thermo-gravimétrique ATG montre qu'il n'y a pas de perte de poids sur l'intervalle 190 à 210°C voir figures 6.23 et 6.24.



**Fig 6.23** Courbes d'ATG pour les différents éléments (gauche)

**Fig 6.24** Courbes d'ATG pour les différents éléments entre 190°C et 210°C (droite)

Selon Ahmedzade [86] l'indice de stabilité thermique correspond à une perte de 5% du poids initial.

**Tableau 6.8** Température correspondant à 5% de perte.

Teneur %	0	1	2	3	4	NBR
Température °C	257	271	257	262	261	217

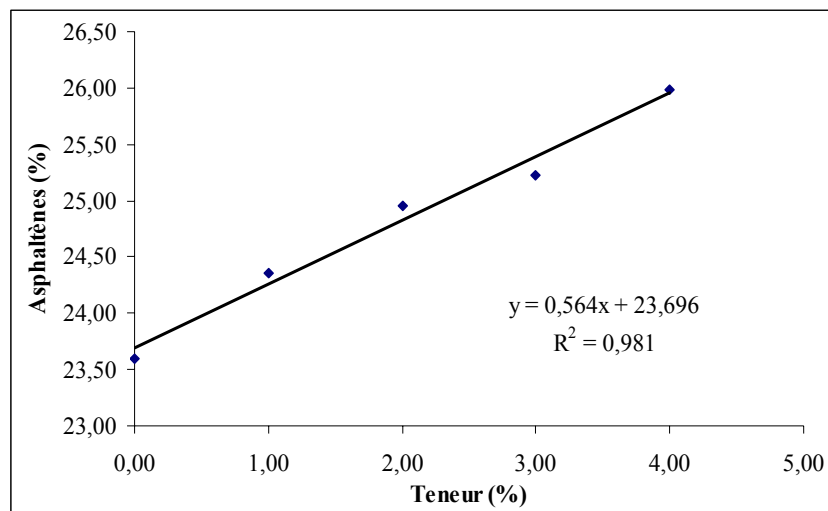
Les résultats du tableau 6.8 montrent que les températures initiales de décomposition du bitume pur, des bitumes modifiés et du NBR sont supérieures aux températures de malaxage et de modification. Il conclut donc que la poudre de caoutchouc peut être utilisée pour la modification.

### Evolution des asphaltènes

Les modifications ont été réalisées selon les conditions suivantes :

- une vitesse de rotation de 600 tr/mn,
- une température comprise entre 190 et 200 °C,
- un temps de malaxage de 1 heure.

Le bitume a été modifié aux teneurs suivantes : 2, 3 et 4%.



**Fig 6.25** Évolution du pourcentage d'asphaltène pour une heure de malaxage

La figure 6.25 montre l'influence de la teneur en NBR. Le pourcentage d'asphaltènes augmente avec la teneur en poudre de caoutchouc. Ceci est dû à l'effet absorbant du NBR des huiles présentes dans le bitume se traduisant par une transformation d'une partie de résine en asphaltènes.

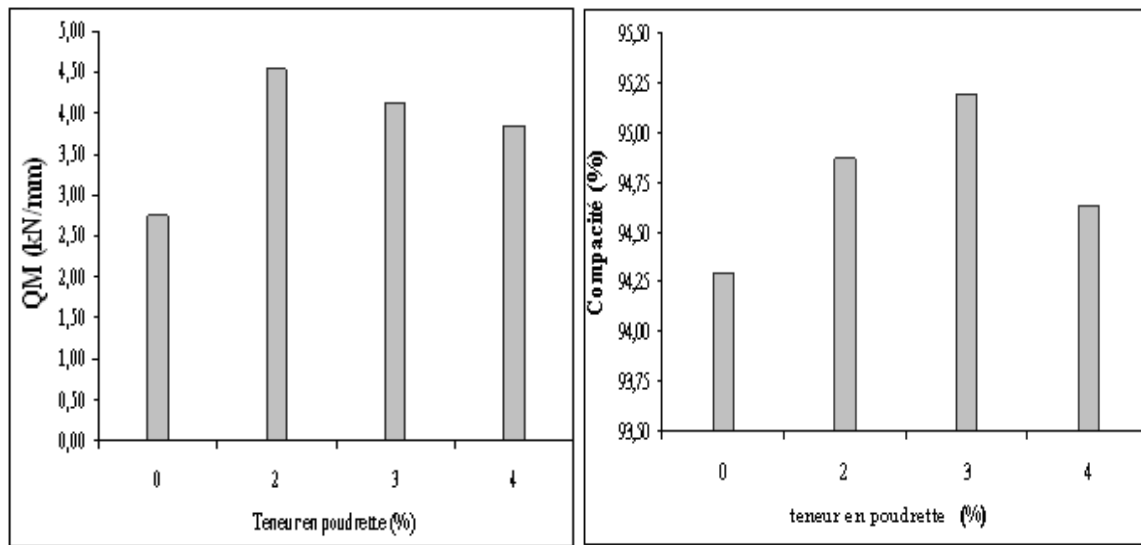
### VI-3.3 Essai Marshall

Un enrobé de 0/14 de formulation 35 % de chaque classe (0/8 et 8/15) et 30% classe (3/8).

Une compacité maximale a été enregistrée pour 3 % de NBR (figure 6.27)

La modification améliore la compacité et la stabilité.

L'incorporation du NBR dans le bitume influe positivement sur la stabilité Marshall pour les différentes teneurs étudiées. Cette stabilité est maximale pour 2% de NBR (figure 6.26) (Quotient Marshall).

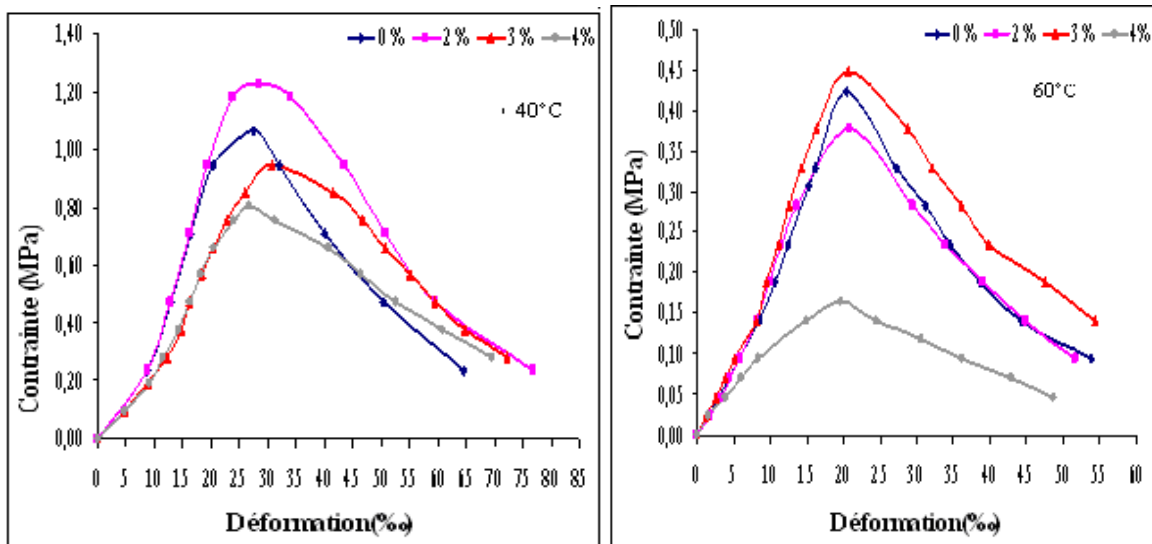


**Fig 6.26** Quotient Marshall en fonction de la teneur en poudre (gauche)

**Fig 6.27** Compacité des différents mélanges (droite)

### VI-3.4 Compression simple

Cet essai consiste à soumettre axialement des éprouvettes cylindrique à une charge variable (courbe contrainte déformation)



**Fig 6.28** Courbes contrainte-déformation en compression simple pour les différents mélanges à 40 et 60°C

Il conclut une chute de résistance en fonction de la température pour toutes les teneurs, et constate une meilleure résistance pour 2 % à 25 et 40 °C.

A 60°C c'est 3 % de NBR qui donne une bonne résistance (figure 6.28).

### VI-3.5 Essai de Fluage statique et de relaxation

L'essai consiste à soumettre l'enrobé à plusieurs contraintes (0.25-0.20-0.125 et  $0.05\sigma_{\max}$ ) et à des températures de (25-40 et 60°C).

Les résultats montrent que les déformations augmentent avec la contrainte quelque soit la température de l'essai.

L'ensemble des résultats montre une amélioration de la résistance au fluage à 2% NBR à 25°C, quelque soit le niveau de contrainte

Pour les températures 60 °C c'est 3 % NBR qui présentent des déformations de fluage plus faible.

#### Taux de déformation de fluage

Une amélioration de comportement de l'enrobé modifié vis-à-vis de l'enrobé pur, par un taux de fluage de 77 % pour l'enrobé à 0 % NBR à 25 °C , 67 % et 45 % respectivement pour 40 et 60°C pour l'enrobé modifié à 2 % NBR.

La figure 6.29 montre une amélioration du taux de fluage avec la température pour l'enrobé à base de 3% de NBR pour les contraintes les plus élevées ( $0.25 \sigma_{\max}$ ).

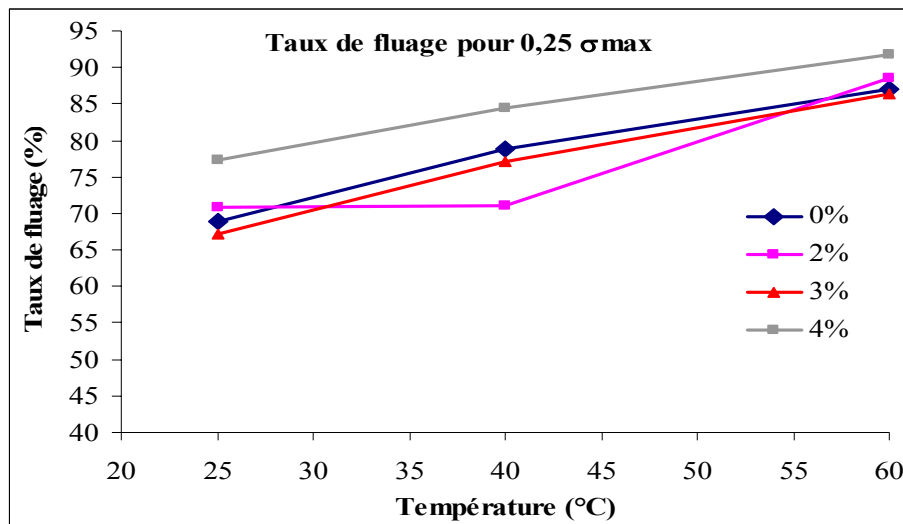


Fig 6.29 Taux de fluage pour  $0.25 \sigma_{\max}$

**Essai de relaxation**

Les conditions des essais sont :

- température : 25°C,
- déplacement (mm) : 0,5 ; 0,75 ; 1,00 et 1,25,
- teneur en NBR : 0, 1, 2, 3 et 4,
- temps de relaxation: 2h.

Des essais de relaxation ont montré que la contrainte initiale augmente avec le déplacement imposé pour toutes les teneurs, la relaxation des enrobés n'est pas totale.

La relaxation montre de façon claire que le comportement peut être viscoélastique aux faibles déplacements. La relaxation étant quasi totale aux faibles déplacements.

La modélisation a été suivant la loi d'Andrade  $\varepsilon = a t^{\frac{1}{b}}$  appliquée pour les matériaux Viscoplastique. Cette loi a donné une bonne corrélation aux courbes expérimentales de fluage montre que le comportement des enrobés bitumineux est élasto-visco-plastique.

La même conclusion pour la loi de relaxation adoptée  $\varepsilon = a t^{\frac{1}{b}} + c$

*Partie :*

*Etude Expérimentale*

*Comportement des mélanges*  
*et essai de Fluage*

Dans cette partie nous allons présenter la campagne d'essais effectuée sur le bitume, et le mélange bitumineux en associant un polymère (déchet industriel) afin de suivre son influence sur le comportement des liants modifiés et des bétons bitumineux.

## **VII- BITUME PUR**

La sensibilité des bitumes est d'une importance fondamentale dans les applications routières à chaud, vu le climat qui est caractérisé par des gradient thermiques journaliers ou annuelles assez fort et que le bitume continue à y tenir un rôle important dans les couches de surface de la route et son entretien, la description du comportement essentiellement viscoélastique du bitumes fut l'étape primordiale de toute recherche.

### **VII-1 Etude des Bitumes**

Le bitume est la première variable principale de cette étude. L'expérimentation a été faite avec deux bitumes appartenant à la classe 35/50 ayant des pénétrabilités différentes.

Ces bitumes sont de fabrication Algérienne à partir de bruts importés. Ils proviennent des raffineries de NAFTAL. Les bitumes ont été prélevés, du port d'Alger et de la station d'enrobage de Sonatro 'Oued Smar'.

La première étape consiste à caractériser les bitumes purs. Nous les désignons par :

Bitume « A »

Bitume « B »

Pour les caractériser nous avons effectué les analyses suivantes :

- Pénétrabilité à l'aiguille (NF T66-004)
- Le point de ramollissement bille et anneau (NF T 66-008)
- Densité (NF T 66-007)
- Ductilité (NF T 66-006)
- Point d'éclair – point de feu (NF T 60-118)
- Perte de masse à la chaleur (NF T 66-011)
- Essai RTFOT (NF T 66 032)

### VII-1.1 Caractérisation des bitumes

Les résultats des essais d'analyse et de caractérisation qui ont été effectués sur les deux bitumes, sont représentés dans le tableau 7.1.

Ces caractérisations vont nous aider lors de l'interprétation de certains phénomènes physiques, rhéologiques et autres.

**Tableau 7.1** Caractéristiques des bitumes et spécifications.

Essai		Classe du bitume	spécifications		
			35/50	A	B
Pénétrabilité a 25°C		[1/10mm]	35-50	39	47
densité				1.038	1.036
Température bille et anneau TBA		[°C]	50-58	57.3	53.5
Point d'éclair		[°C]	240	265	315
Point de feu		[°C]	/	305	335
Ductilité à 25°C (50mm/min)		[mm]	>1000	>1100	>1100
IP (LCPC)				0.77	0.53
Après	Pénétrabilité a 25°C	[1/10]		/	28
	Température bille anneau	[°C]			61
RTFOT	Pénétrabilité restante	[ %]	≥53	/	59.57
	Δ TBA	[°C]	≤8	/	7.5
Perte de masse		[%]	≤0.5	0.060	0.098
<b>% asphaltènes</b>				23.69	15.32

A la lumière de ces résultats, (tableau 7.1), nous remarquons que les deux bitumes commercialisés par NAFTAL, qui sont de mêmes classes, sont en fait différents.

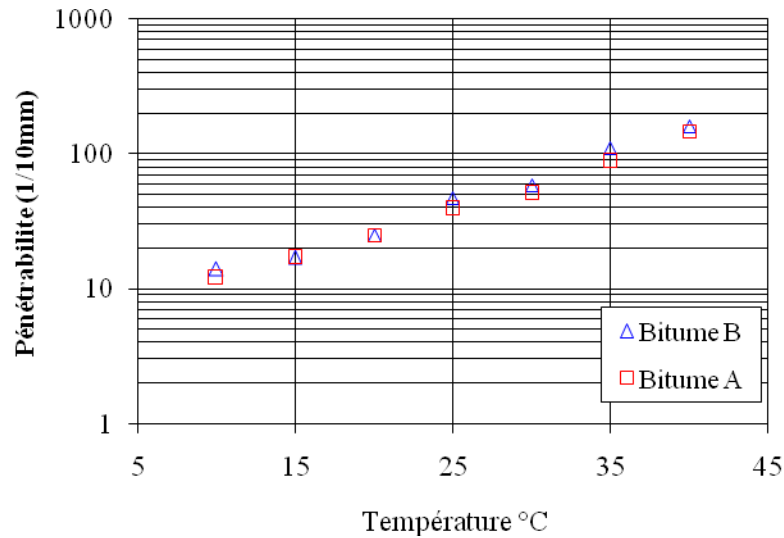
On constate que le bitume le plus mou « B » présente des valeurs élevées de perte de masse, de pénétrabilité et de point d'éclair point de flamme, mais une densité et une température de ramollissement plus faible par rapport au bitume dur « A »

L'ensemble des résultats des bitumes étudiés concorde avec les spécifications recommandées pour la classe 35/50.

### VII-1.2 Susceptibilité thermique

La pénétrabilité des bitumes à différentes températures nous définit la notion de susceptibilité. Nous avons effectués des essais de pénétrabilité à différentes températures afin de voir leurs évolutions

La figure 7.1 montre la variation de la pénétrabilité des bitumes purs étudiés en fonction de la température.



**Fig 7.1** Variation de la pénétrabilité des bitumes purs en fonction de la température.

L'état physique du bitume change en fonction de la température à laquelle il est soumis. Nous observons en effet, que lorsque la température augmente, le bitume devient plus mou, et par conséquent, la consistance est faible.

Les courbes de la figure 7.1 montre que la variation de la pénétrabilité en fonction de la température est linéaire en coordonnées semi-logarithmiques. La pente de la droite représente la susceptibilité thermique des bitumes.

On utilise l'expression  $IP = (20 - 500A)/(1 + 50A)$  pour calculer l'indice de pénétration (IP). Après avoir calculé la pente de la droite, les valeurs de A et de IP obtenus sont portés dans le tableau 7.2.

**Tableau 7.2** TBA, pénétrabilité et Indice de pénétration IP des bitumes purs

Essai	Bitume A	Bitume B
Pénétrabilité 25 °C (1/10mm)	39	47
Température bille et anneau °C	57,3	53,5
IP (LCPC)	0,77	0,53
Cœf. A	0.0357	0.0370

Pfeiffer et Van Doormaal [79] ont défini la susceptibilité thermique des bitumes en se basant sur l'indice de pénétrabilité « **IP** » et ont précisé que cet indice peut prendre des valeurs variant de (-3 ) pour les bitumes très susceptibles à +7 pour les bitumes à faible susceptibilité thermique. Pour les bitumes de type "sol", les indices de pénétrabilité sont négatifs par contre pour les bitumes de type "gel" ils sont positifs.

Le bitume le plus résistant au changement de la température; est le bitume « A » il possède l'indice de pénétrabilité le plus élevé, par conséquent il est moins susceptible que le bitume « B ».

### VII-1.3 Modules de rigidité des bitumes purs

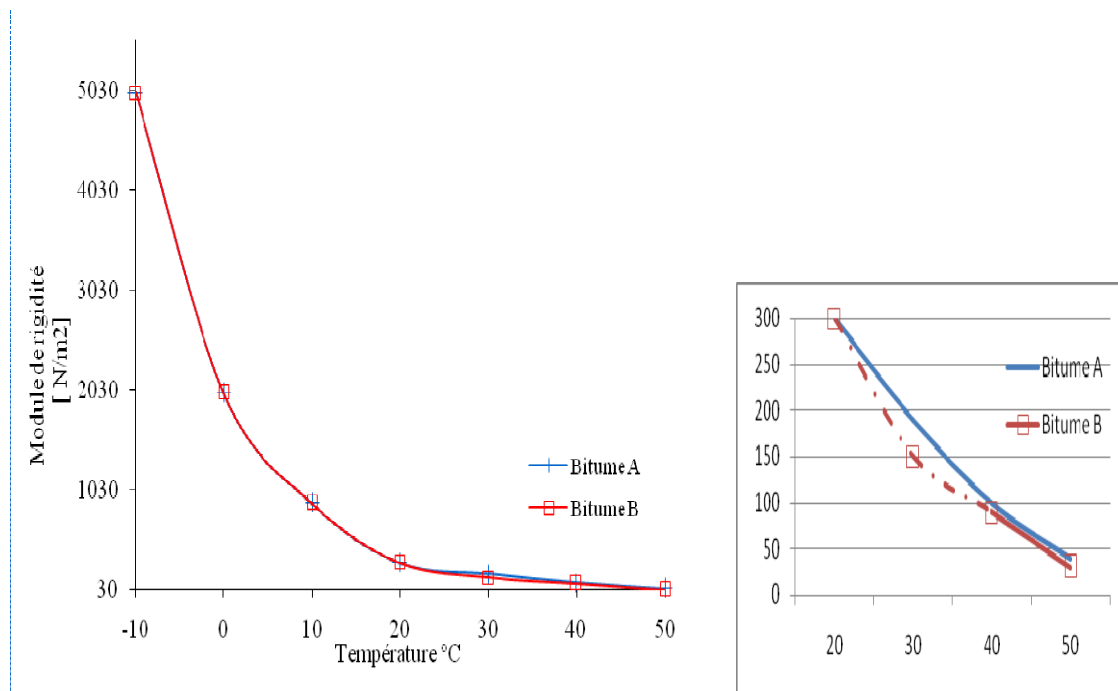
Le module est déterminé selon le Nomogramme de Van Der Poel (voir Annexe). Van der Poel a mis au point un nomogramme qui permet la prévision du module de rigidité  $S_b$  en fonction du couple (fréquence –température) .

La plage des fréquences est limitée par les capacités de l'appareil utilisé, la fréquence est de 50Hz. Le tableau 7.3 résume les modules de rigidité mesurés des bitumes à chaque température.

**Tableau 7.3** module de rigidité des bitumes selon Van Der Poel

Température [°C]	-10	0	10	20	25	30	40	50
Module [N/m <sup>2</sup> ]								
A	5000	2000	900	300	190	100	40	10.3
B	5000	2000	900	300	150	90	30	9

La courbe de la variation de module de rigidité selon l'abaque de Van Der Poel et donnée dans la figure 7.2.



**Fig 7.2** : Variation de Module de rigidité des bitumes selon Van Der Poel.

A partir de la connaissance des deux caractéristiques (pour l'utilisation du monogramme), l'indice de pénétration qui est une caractéristique de la susceptibilité thermique et la température de ramollissement, on constate que :

- Les modules de rigidité diminuent avec la température
- Les deux bitumes possèdent des modules de rigidité légèrement différents pour des températures supérieures à 25°C (le bitume A étant plus rigide).

### Conclusion

Les bitumes A et B étant de même classe, leur consistance ne sont pas les mêmes.

Le bitume A est moins susceptible.

Le module chute avec la température, et à partir de la 25 °C le bitume « A » est plus rigide que le bitume « B » ce qui est en rapport direct avec la susceptibilité.

## VIII- POLYMERE

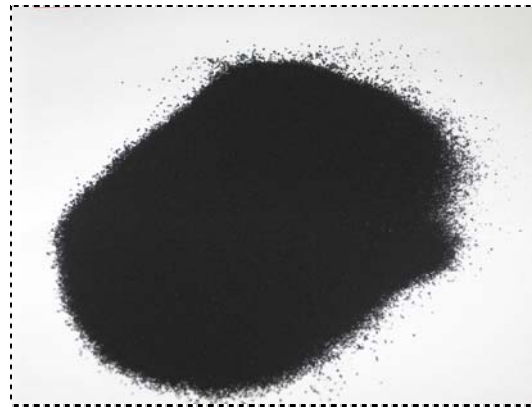
### VIII-1 Identification du polymère :

Le polymère utilisé dans notre étude est une matière caoutchoutique qui nous a été fournie par la Société d'Application d'Elastomères (SAEL).

Elle se présente sous forme d'une poudre noire, ce qui facilite sa dispersion lors de la modification par malaxage.

Nous avons réalisé les essais suivants sur la poudrette de caoutchouc (figure 8.1) :

- L'analyse infrarouge (FTIR),
- La densité,
- La granulométrie.



**Fig 8.1** Le déchet sous forme de poudrette

#### VIII-1.1 Analyse en infrarouge à l'aide du spectroscope FTIR :

Une analyse en infrarouge a été réalisée sur le polymère. Nous avons noté quelques observations :

L'aspect visuel : celui d'une poudre fine de couleur noire.

L'odeur celle d'une matière caoutchouteuse.

Et les conditions opératoires :

Type d'appareil : SHIMADZU FTIR-8400S.

Logiciel Resolution.

Mode de transmittance (TR); Fenêtre KBr.

1 mg d'échantillon /100 mg de KBr.

Résolution :  $1 \text{ cm}^{-1}$ .

Gamme d'absorption :  $4000\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$ .

Pastillage dans KBr; NBR/KBr.

Spectre obtenu :

Le spectre obtenu après 60 scans est représenté dans la figure 8.2.

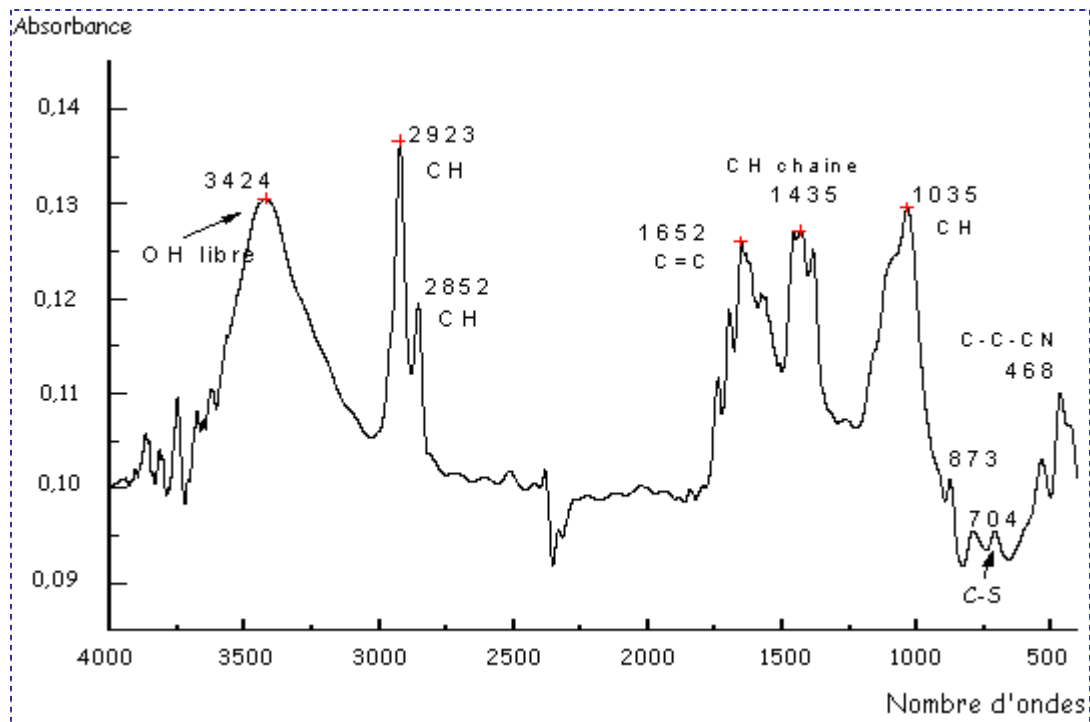


Fig 8.2 Spectre FTIR du NBR.

### Interprétation :

L'analyse du spectre montre la présence d'une bande large aux environs de 3424 due à la présence des groupements OH non liés, à priori engendrée par l'absorption de l'humidité. Un séchage de l'échantillon s'avère nécessaire pour s'assurer de cette éventualité.

- ✓ Les groupements CH sont fortement présents ( $2880\text{-}2900 \text{ cm}^{-1}$ ), ce sont ceux d'une chaîne macromoléculaire (polymère). Cependant ces groupements sont liés aux chaînes insaturées.
- ✓ Les groupements C=C ( $1652 \text{ cm}^{-1}$ ) sont présents (butadiène) (-C=C-).
- ✓ Il se peut que la matière soit traitée par des dérivés soufres (-C-S).
- ✓ Les groupements nitriles se déforment à  $468 \text{ cm}^{-1}$  (-C-CN).

## Conclusion

En résumé dans ce polymère, une matière caoutchoutique de type NBR (acrylonitrile butadiène rubber) est fort probablement présente dont les vibrations caractéristiques de ses groupements sont apparues dans le spectre infrarouge de l'échantillon analysé.

### VIII-1.2 Densité du NBR :

La densité de poudre est de 1.22 mesurée par rapport à l'éthanol dont la densité est de 0,79.

## VIII-2 Analyses granulométriques

Afin d'étudier l'influence de la granulométrie sur le bitume modifié, nous avons utilisé une poudre présentant deux granulométries. Les distributions des particules sont représentées sur la figure 8.3.

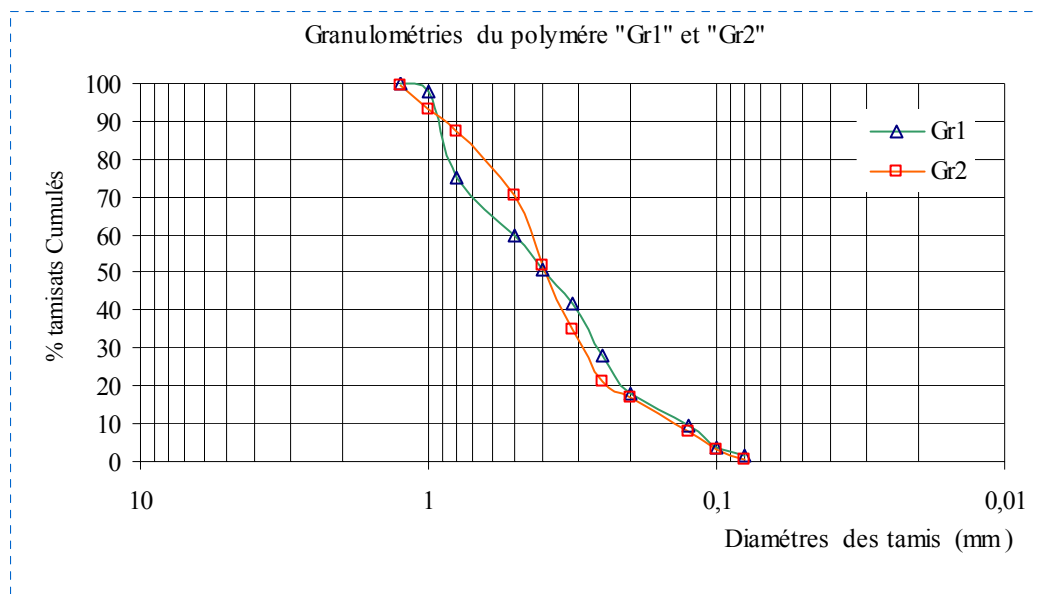


Fig 8.3 Courbe granulométrique de la poudre du Polymère NBR« Gr<sub>1</sub> » et « Gr<sub>2</sub> »

La granulométrie « Gr<sub>1</sub> » est composée d'éléments compris entre 0 et 0.8 [mm].

Pour la granulométrie « Gr<sub>2</sub> » elle contient des éléments un peu plus gros.

---

## IX- BITUMES MODIFIES

Notre travail dans cette partie consiste à étudier :

- ✓ L'influence de la modification sur la consistance des bitumes.
- ✓ L'influence de la granulométrie du polymère sur le bitume « B ».

### Appareillage de modification

Pour notre travail, la modification a été réalisée au laboratoire de route de la faculté de génie civil de l'USTHB (Algérie). Nous avons pour cela utilisé un appareillage se composant de :

- un agitateur électrique à hélice muni d'un variateur de vitesse de rotation allant de 50 à 2500 tr/mn.
- un thermomètre allant de -50 °C à 250 °C.
- un récipient dans lequel on effectue la modification, ce dernier est équipé d'un couvercle hermétique pour empêcher l'évaporation des huiles lors du chauffage.

Nos essais ont été réalisés selon les conditions appropriées suivantes :

- un volume de 350g de bitume.
- une température comprise entre 190 et 210 °C.
- une vitesse de rotation de 600 tr/mn.
- temps de malaxage de 1, 2,3 et 4 heures.

Le bitume a été modifié aux teneurs 1, 2,3 et 4 %

### IX-1 Consistance

#### IX-1.1 Introduction

Cette partie de l'étude consiste à apprécier la consistance et le comportement des liants modifiés à base de bitume « A » et « B » à des températures d'utilisation pratiques.

Nous avons réalisé les essais suivants :

- ✓ pénétrabilité à 25 °C (NF T 66 006).
- ✓ température bille et anneau TBA (NF T 66 008).
- ✓ ductilité à 25 °C (NF T 66 006).

Pour chaque pourcentage, des échantillons ont été prélevés à la fin du malaxage.

Des essais de pénétrabilité à 25 °C, de la température de ramollissement bille et anneau et de ductilité à 25 °C ont été effectués sur ces échantillons.

L'effet du polymère utilisé (NBR) sur les caractéristiques de chacun des bitumes est notre principal objectif dans cette partie.

Les références des liants modifiés utilisés pour tous les pourcentages effectués dans notre étude, sont présentées dans le tableau 9.1

**Tableau 9.1** Désignation des liants modifiés

Grade	Bitume 35/50 A					Bitume 35/50 B				
% NBR	0	1	2	3	4	0	1	2	3	4
Référence	A	A(1)	A(2)	A(3)	A(4)	B	B(1)	B(2)	B(3)	B(4)

### IX-1.2 Influence du temps du malaxage et de la teneur en NBR sur la pénétrabilité des liants à base des bitumes A et B.

Dans cette partie nous avons utilisé la granulométrie »Gr1 » du NBR.

Les résultats de la pénétrabilité des liants en fonction de la granulométrie sont résumés dans les tableaux 9.2 et 9.3 ci après :

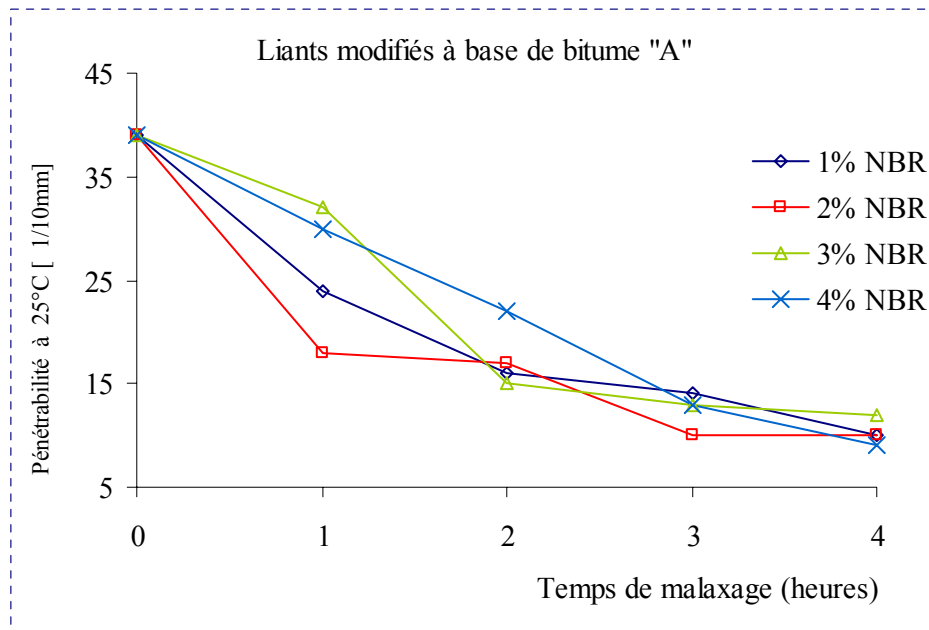
**Tableau 9.2** Pénétrabilités des liants modifiés à base de bitume « A » en fonction du temps de malaxage

Temps malaxage (heure) Référence	Bitume A				
	Pénétrabilité à 25°C [1/10 mm]				
	0	1	2	3	4
A (1)	39	24	16	14	10
A (2)	39	18	17	10	10
A (3)	39	32	15	13	12
A (4)	39	30	22	13	9

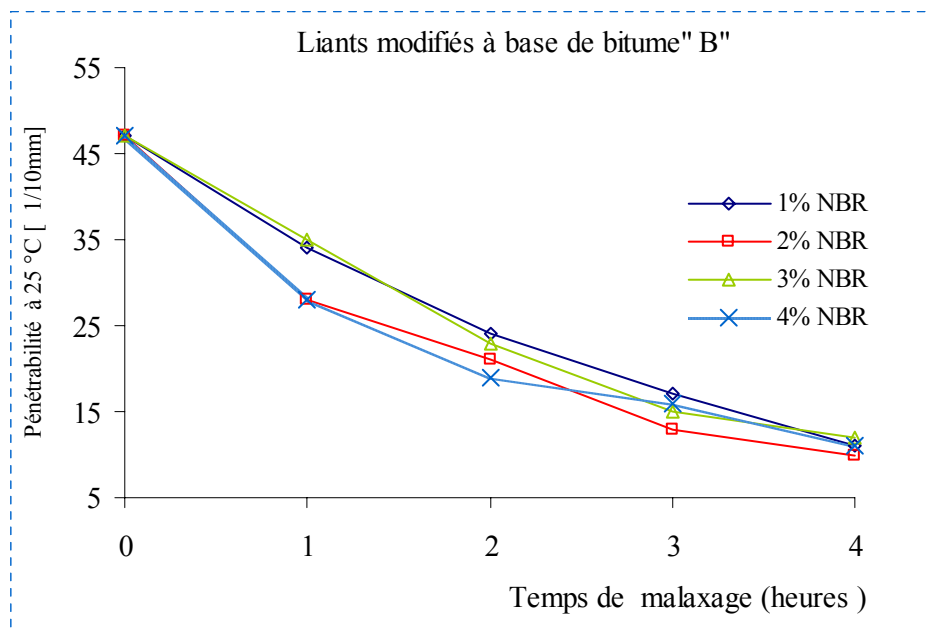
**Tableau 9.3** Pénétrabilités des liants modifiés à base de bitume « B » en fonction du temps de malaxage

Temps malaxage (heure) Référence	Bitume B				
	Pénétrabilité à 25°C [1/10 mm]				
	0	1	2	3	4
B (1)	47	34	24	17	11
B (2)	47	28	21	13	10
B (3)	47	35	23	15	12
B (4)	47	28	19	16	11

L'effet de la teneur en polymère et du temps du malaxage sur les bitumes sont représentés par, les figures 9.1 et 9.2.



**Fig 9.1** Influence du temps de malaxage sur la pénétrabilité des liants modifiés à base de Bitume « A ».



**Fig 9.2** Influence du temps de malaxage sur la pénétrabilité des liants modifiés à base de Bitume « B ».

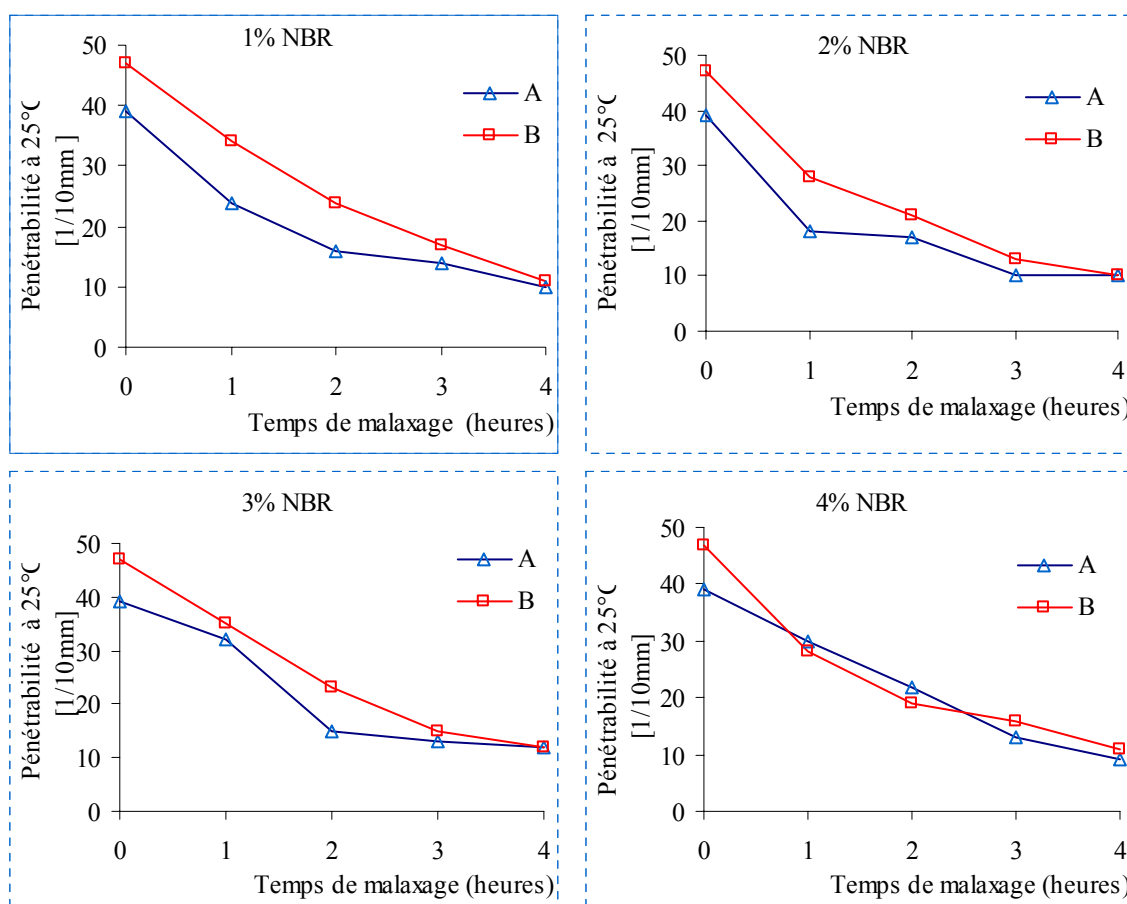
L'effet de la modification par le polymère NBR sur la pénétrabilité est confirmé.

Nous allons comparer entre les liants modifiés et leur liants de base d'une part et entre les deux liants modifiés d'autre part, en fonction de la teneur en polymère et du temps de malaxage.

Cette comparaison nous permet à la fin, de choisir et de sélectionner le bitume modifié pour la suite de notre étude.

### IX-1.2.1 Influence du temps du malaxage sur la pénétrabilité.

Les graphiques d'évolution de la pénétrabilité en fonction du temps de malaxage entre les deux bitumes pour chaque teneur sont donnés par la figure 9.3.



**Fig 9.3** Influence du temps de malaxage sur la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « A et B »

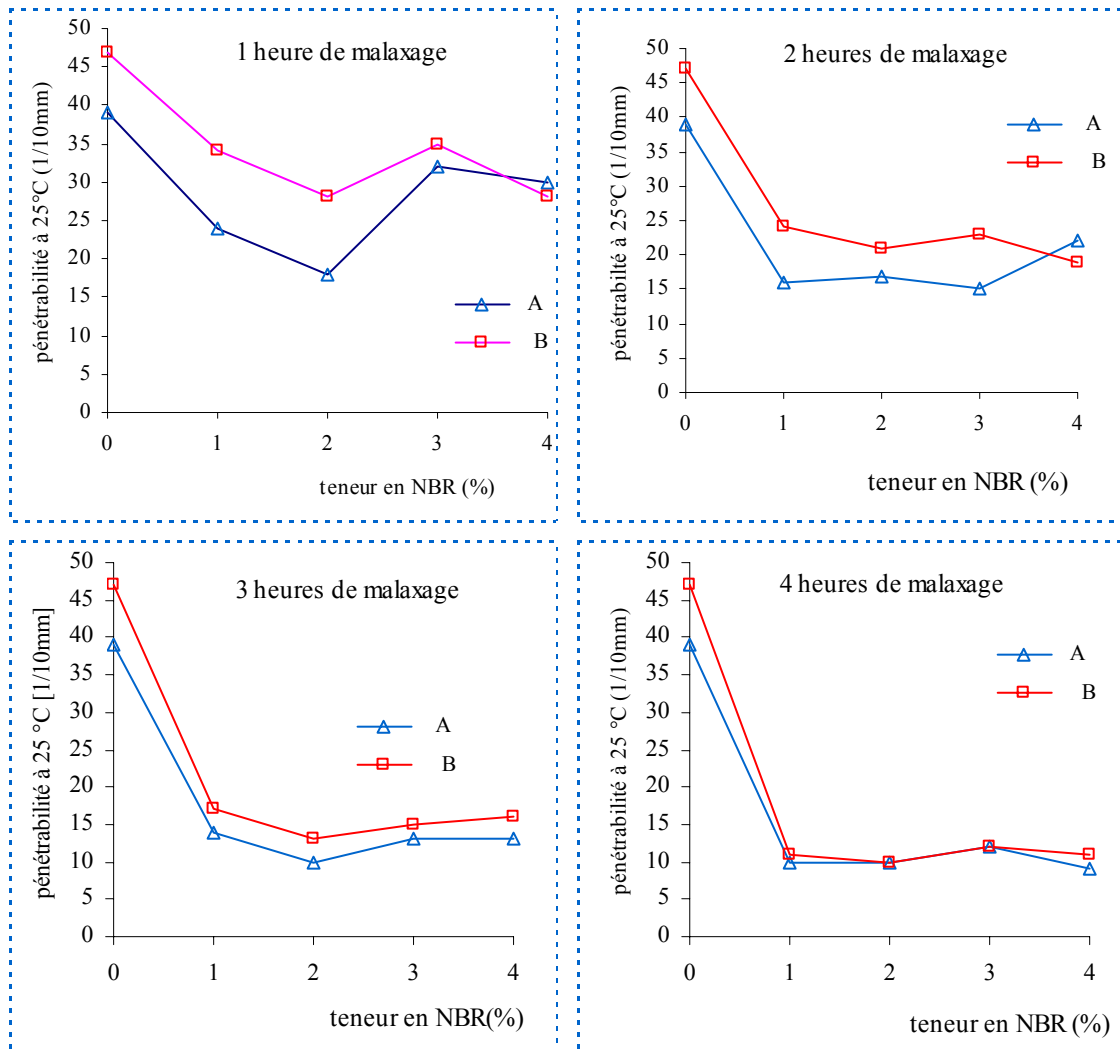
Les courbes de la figure 9.3 montrent que, pour les liants modifiés à base des deux bitumes, la pénétrabilité diminue en général avec l'augmentation du temps de malaxage.

A 4 % NBR les courbes sont influencées par la poudre plus que le bitume de base.

Les deux courbes ont tendance à se rapprocher avec la teneur en NBR et le temps de malaxage.

**IX-1.2.2 Influence de la teneur en NBR sur la pénétrabilité.**

Les graphiques d'évolution de la pénétrabilité en fonction de la teneur en polymère NBR, entre les deux bitumes pour chaque temps de malaxage sont donnés par la figure 9.4.



**Fig 9.4** Influence de la teneur en NBR sur la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « A et B »

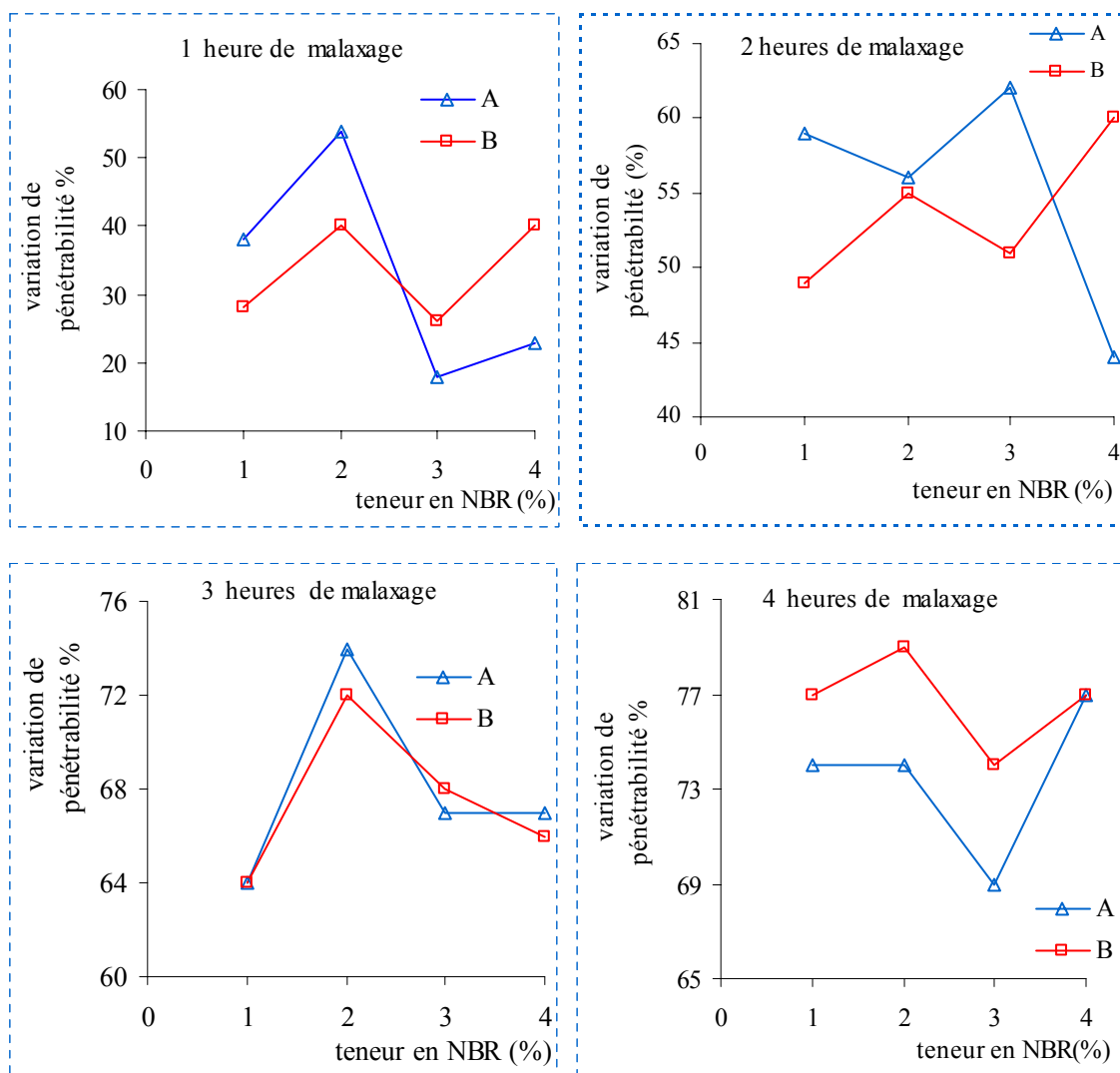
On constate, figure 9.4 ce qui suit :

- la courbe de « A » reste en dessous de la courbe « B ». quelque soit la durée de malaxage.
- L'écart entre les deux courbes à 1 et 2 heures est plus grand que l'écart entre les deux courbes à 3 et 4 heures.
- Globalement les deux courbes présentent les mêmes allures
- Les deux courbes ont tendance à se rapprocher jusqu'à se confondre avec la teneur en NBR et le temps de malaxage (même tendance que pour la pénétrabilité)

**IX-1.2.3 Taux d’augmentation de la pénétrabilité des liants bitumineux par rapport à leurs bitumes de base.**

Les résultats de la variation de la pénétrabilité des liants modifiés par rapport au bitume de base en fonction de la teneur en NBR et du temps de malaxage calculés selon

l’expression  $\frac{\text{bitume pur} - \text{bitume modifié}}{\text{bitume pur}} \%$ , sont présentés par les figures 9.5.



**Fig 9.5** Comparaison, de taux de variation de la pénétrabilité des liants bitumineux en fonction de la teneur NBR.

Des courbes de la figure 9.5, il ressort que :

- Pour une heure de malaxage le bitume « A » est très influencé dans l’intervalle 2 à 3 % d’ NBR et moins sensible à 3 et 4 %, ce n’est pas le cas pour le bitume « B »

- Pour deux heures de malaxage le bitume « B » est moins influencé que le bitume « A » à 1 et 3 % d' NBR, par contre à 2 % un même comportement est remarqué .
- Pour trois heures de malaxage la variation des pénétrabilités des liants modifiés est voisine.
- Pour quatre heures le bitume B est plus sensible que le bitume « A » à 1, 2, et 3 % de NBR.

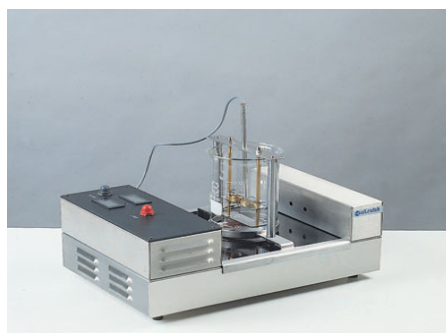
Nous remarquons que la variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume (A) est comprise entre 18 à 77 % alors que cette variation est comprise entre 26 à 79 % pour les liants à base de bitume (B).

La faible diminution est observée à une heure pour 3 % de NBR et ce pour les deux de bitumes.

La tendance s'inverse avec le temps de malaxage, c'est à dire qu'on passe d'une variation importante du bitume A à une heure de malaxage à celle de B à 4 heures de malaxage et à partir de trois heures la variation pour les deux bitumes sont voisines.

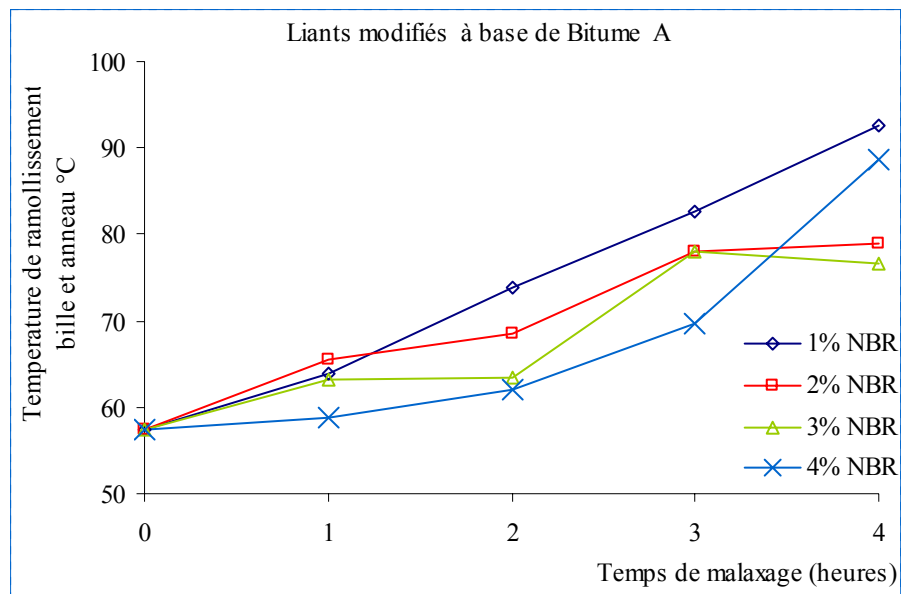
### **IX-1.3 Influence du temps de malaxage et de la teneur en NBR sur la température bille anneau des liants à base des bitumes « A » et « B »**

Nous avons utilisé l'appareil automatique (figure 9.6) pour la réalisation de l'essai de bille et anneau.

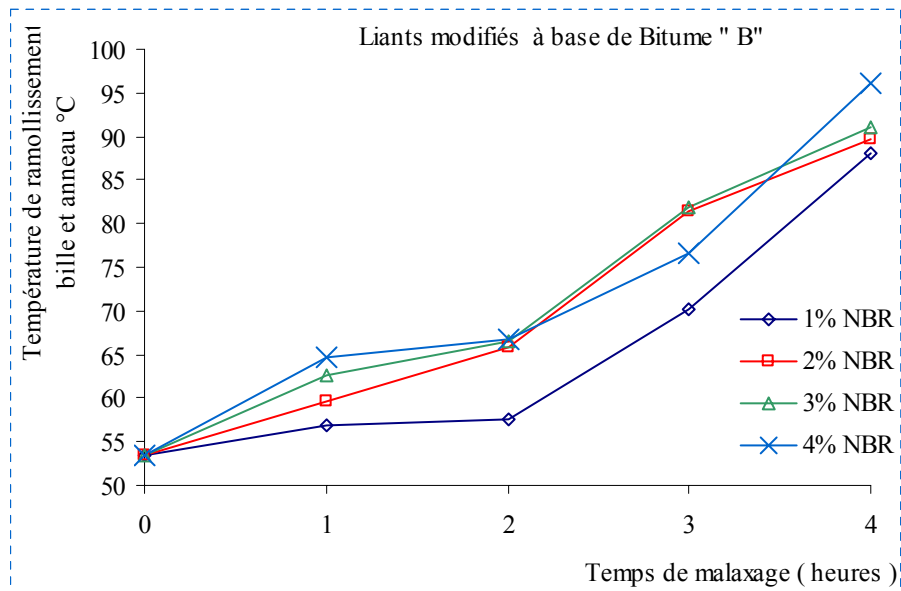


**Fig 9.6** Appareil de l'essai bille anneau

Les figures 9.7 et 9.8 montrent l'influence de la durée de malaxage sur chaque teneur respectivement pour les deux bitumes.



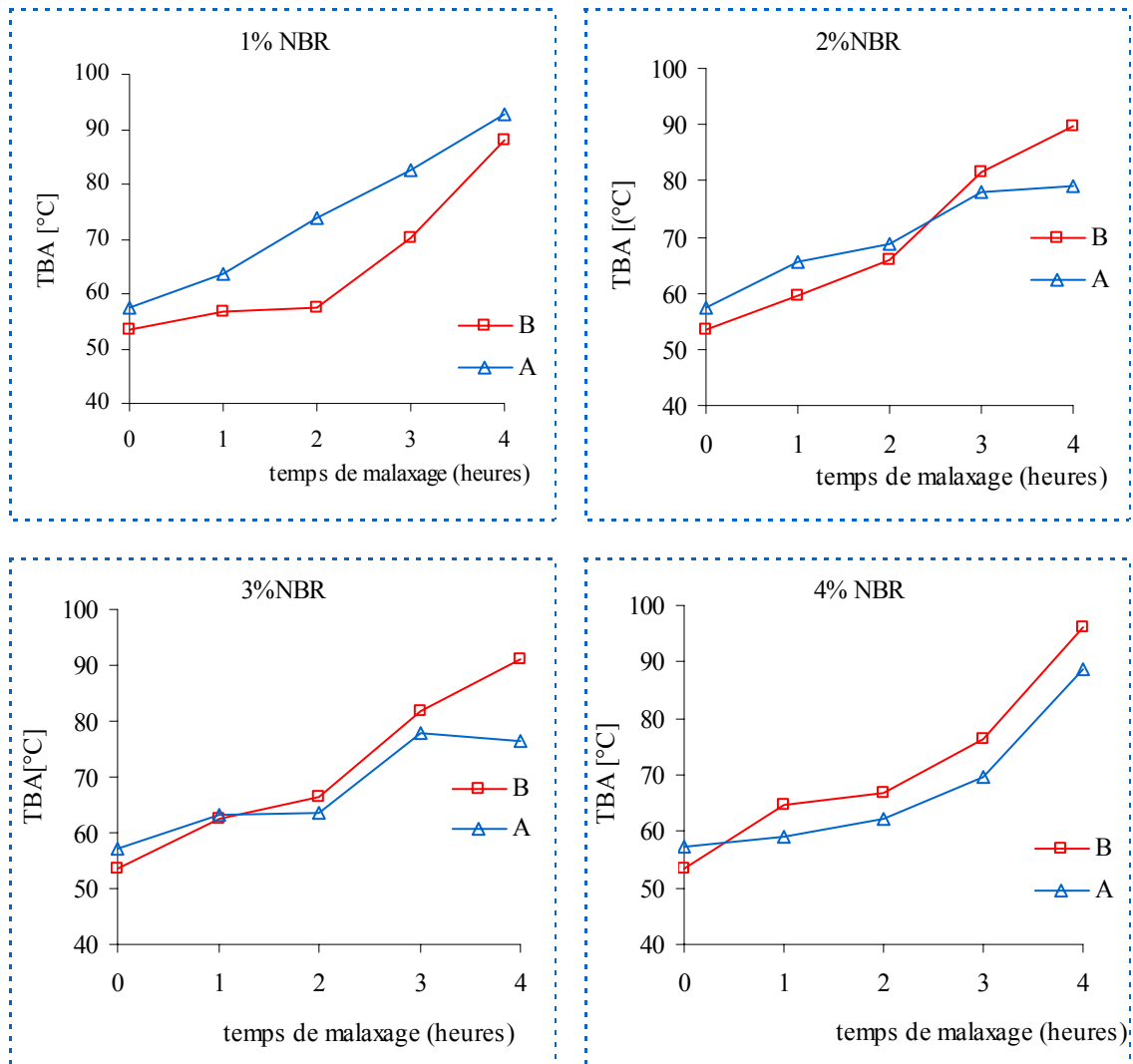
**Fig 9.7** Influence du temps de malaxage sur la température bille anneau du liant modifié à base de bitume « A ».



**Fig 9.8** Influence du temps de malaxage sur la température Bille anneau du liant modifiés à base de Bitume « B ».

**X-1.3.1 L'influence du temps du malaxage sur la TBA.**

Les graphiques, d'évolution de la température de ramollissement (bille anneau) en fonction du temps de malaxage entre les deux bitumes sont donnés par la figure 9.9.



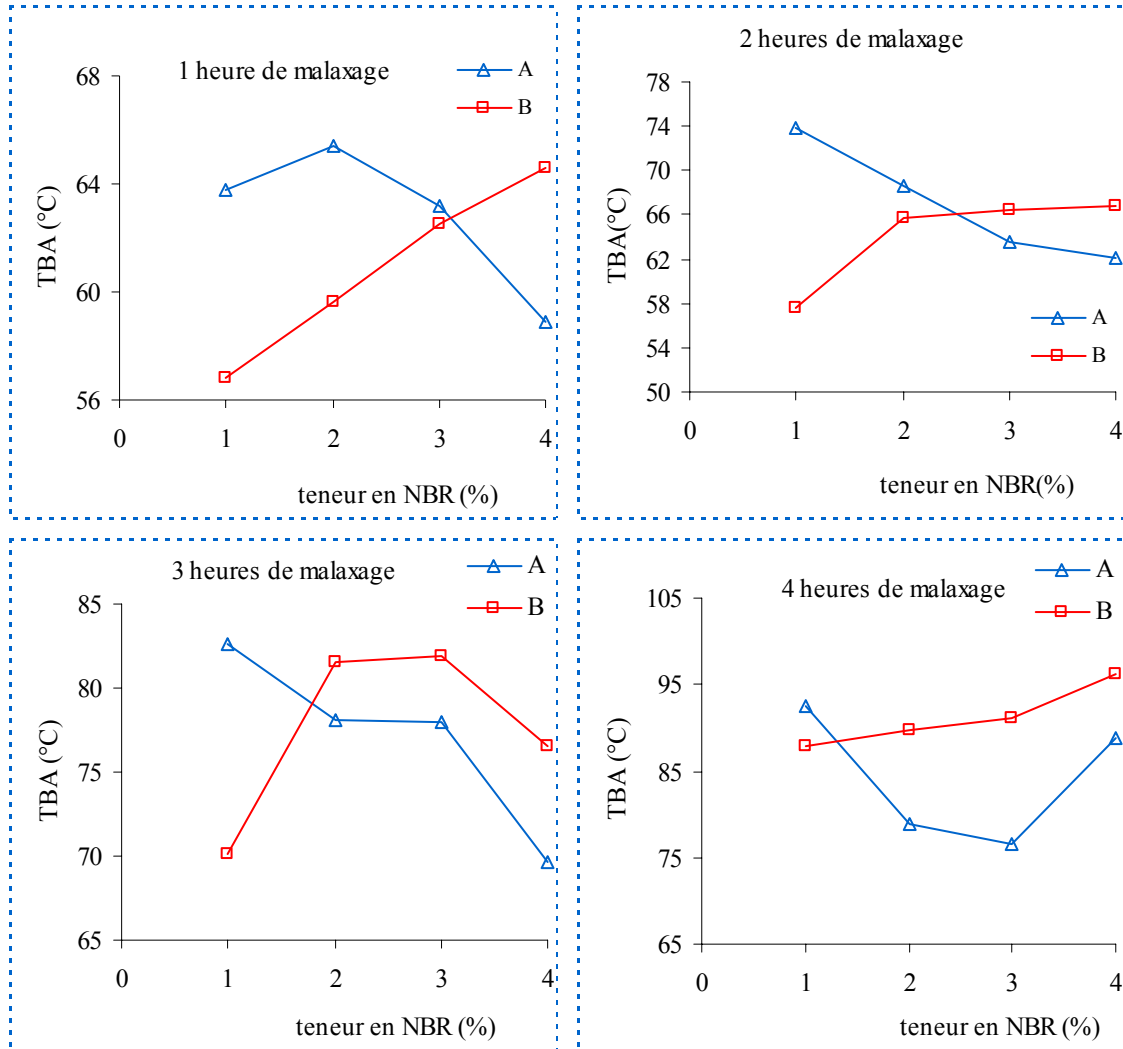
**Fig 9.9** Influence du temps de malaxage sur la température bille anneau des liants à base du bitume « A » et « B »

On remarque sur la figure 9.9 que l'ajout de NBR dans la matrice bitumineuse fait croître le point de ramollissement des liants considérés.

En augmentant la teneur en NBR, la courbe de B passe progressivement au dessous de celle de A en la surmontant presque totalement à 4 %.

**IX-1.3.2 Influence de la teneur en NBR sur la TBA.**

Les graphiques de la figure 9.10 représentent la comparaison de la température de point de ramollissement, entre les liants modifiés des bitumes « A » et « B » en fonction de la teneur en NBR pour chaque temps de malaxage.



**Fig 9.10** Influence de la teneur en NBR sur la température bille anneau des liants modifiés à base du bitume « A » et « B »

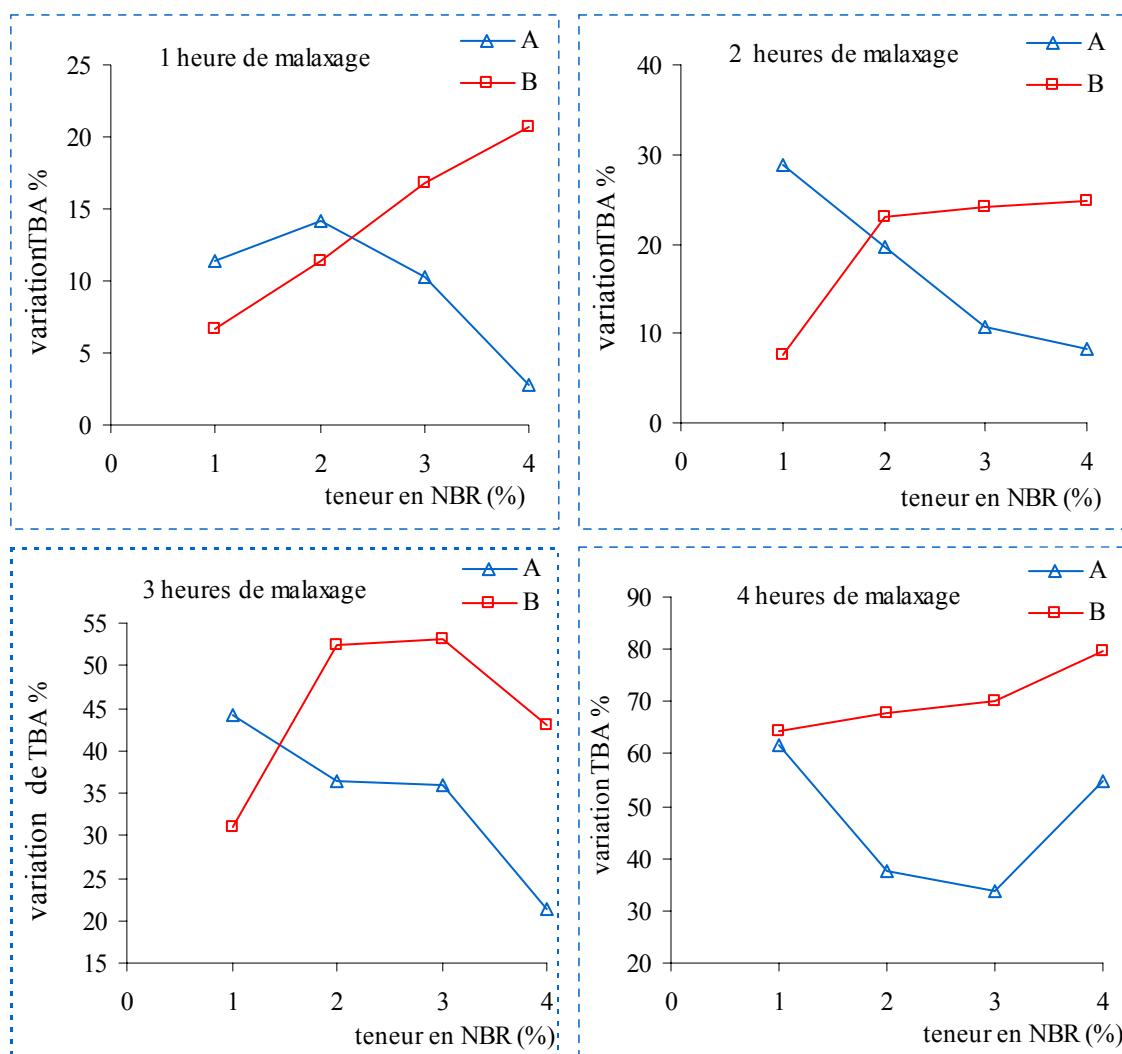
De la figure 9.10, il ressort ce qui suit ;

- A partir de 2 % pour les cas de 3 et 4 heures de malaxage l'allure des bitumes est la même.
- Pour 3 et 4 heures de malaxage l'intersection des courbes est entre 1 et 2 % de NBR. On peut dire qu'il s'agit d'une phase polymère à partir de trois heures de malaxage. La courbe B passe progressivement en dessous de celle de A pour la dépasser presque totalement pour 4 heures de malaxage.

Les courbes se croisent en régression avec le temps de malaxage.

### IX-1.3.3 Taux d'augmentation de la température bille anneau des liants par rapport à leurs bitumes de base.

L'augmentation de la température de ramollissement bille anneau des liants modifiés rapporté au bitume de base est donnée dans la figure 9.11.



**Fig 9.11** le taux d'augmentation de la TBA en fonction de la teneur en polymère pour chaque temps de malaxage Bitume « A » et « B »

La figure 9.11, montre que :

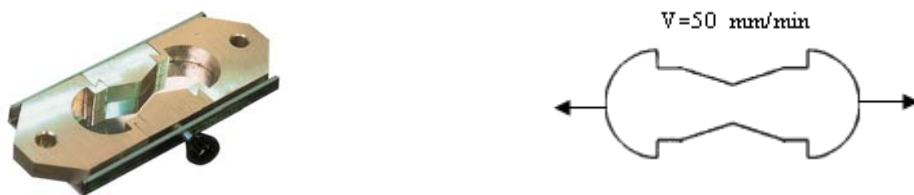
- pour le bitume A, le taux minimum enregistré est à 1 heure pour 4 % NBR, le taux maximum est à 1 % pour 4 heures de malaxage.
- pour le bitume B, le taux minimum enregistré est à 1 heure 1 % NBR, le taux maximum est 4 % pour 4 heures de malaxage.

### Conclusion

Le taux d'augmentation de TBA augmente avec le temps de malaxage, et la courbe B se ramène au dessus de la courbe A.

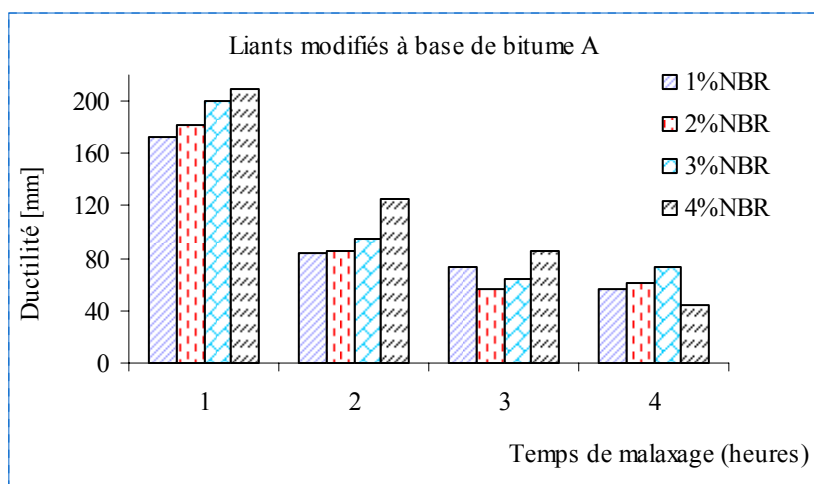
### III-1.4 Influence de temps de malaxage sur la ductilité des liants à base des bitumes « A » et « B »

Le moule utilisé pour la réalisation de cet essai est illustré par la figure 9.12.

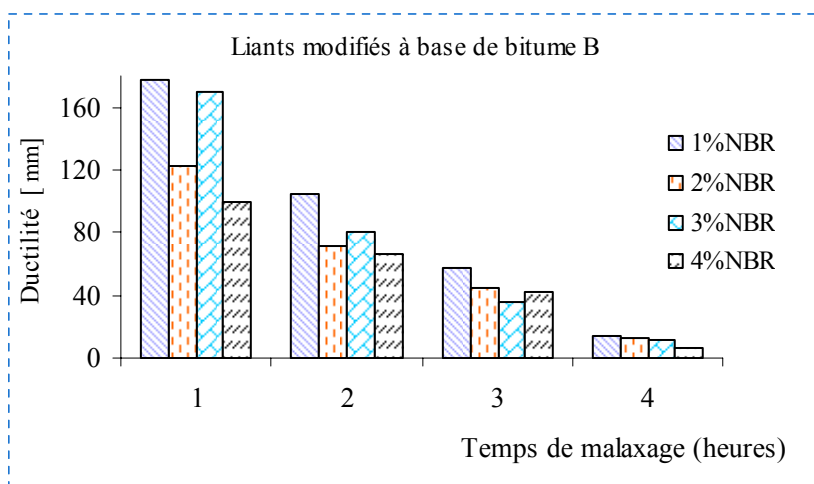


**Fig 9.12** Moule et forme de l'éprouvette de ductilité

L'allongement de l'éprouvette de bitume à 25 °C des différents liants est donné par les figures 9.13 et 9.14.



**Fig 9.13** Influence du temps de malaxage sur la ductilité à 25 °C des liants modifiés à base de bitume « A ».



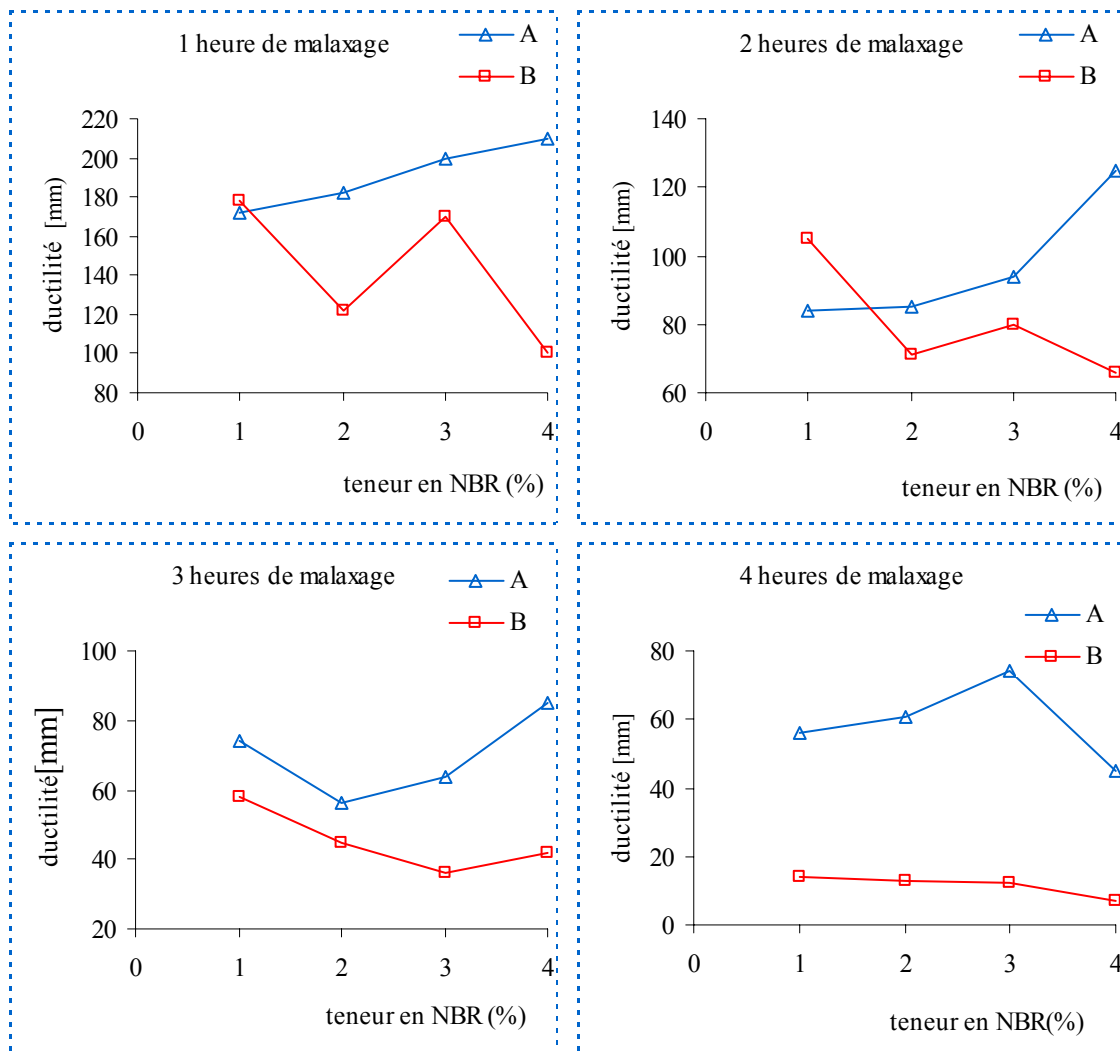
**Fig 9.14** Influence du temps de malaxage sur la ductilité à 25 °C des liants modifiés a base de bitume « B ».

Nous avons dans cet essai, déterminé la ductilité des deux bitumes ainsi que les bitumes modifiés pour différentes teneurs en NBR.

Globalement, la ductilité des liants diminue avec le temps de malaxage.

#### IX-1.4.1 Influence de la teneur en NBR sur la ductilité.

La figure 9.15 montre la comparaison des résultats de l'allongement de liants modifiés.



**Fig 9.15** Ductilité des liants à base de bitume « A » et « B », en fonction de la teneur en polymère.

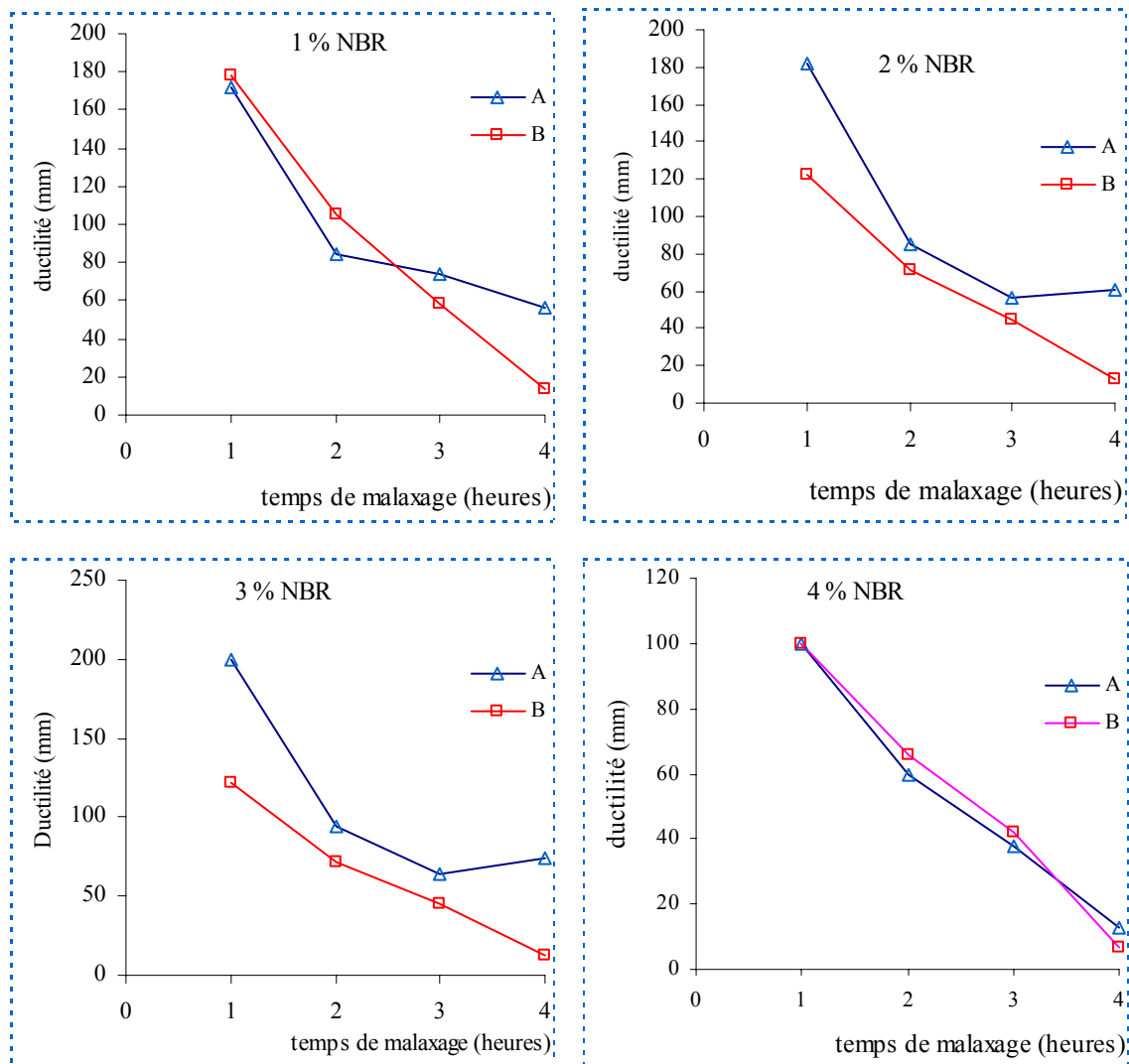
La figure 9.15, montre ce qui suit :

- que le bitume « A » est plus ductile que le bitume « B »
- une courbe non linéaire pour le bitume « B » à une et deux heures de malaxage.
- plus la teneur en NBR augmente plus le bitume (A) est ductile pour une et deux heures de malaxage.
- à trois heures les deux types ont des allures semblables.

- un comportement fragile pour le bitume-polymère (B) pour quatre heures de malaxage (ductilité qui tends vers zéro).

### IX-1.4.2 Influence du temps de malaxage sur la ductilité.

La comparaison des résultats de l'allongement de liants modifiés en fonction du temps de malaxage est représentée par les courbes de la figure 9.16 aux différentes teneurs.



**Fig 9.16** Ductilité des liants à base bitume « A » et « B » en fonction du temps de malaxage

La figure 9.16, montre que :

- A 2 et 3 % NBR les allures des deux bitumes se superposent de la même façon.
- A 1 % NBR les deux courbes se croisent entre deux et trois heures.

---

。 Les deux courbes sont très voisines pour 4 % de NBR.

D'une manière générale, la même évolution des deux courbes est observée.

## Conclusion

Dans cette partie nous avons exposé les résultats comparatifs de deux bitumes (A et B). Suite à ces résultats, il s'avère que le comportement des bitumes modifiés dépend du bitume et de la teneur ainsi que de la compatibilité du polymère utilisé comme modifiant.

Nous avons observé que la viscosité du mélange augmente avec ; la teneur en NBR et le temps de malaxage. Ce qui augmente son élasticité et sa résistance au fluage.

En se basant sur les essais réalisés, le bitume B s'avère le moins performant bien qu'il ne soit pas fragile selon la norme NF T 66-006 (allongement < 400mm).

L'ensemble des résultats nous laisse supposer que le mélange est à matrice bitume à moins de deux heures de malaxage et à matrice polymère à plus de trois heures de malaxage.

## **XI-2 Influence de la granulométrie du NBR**

Nous allons utiliser le bitume B pour la suite des travaux afin d'améliorer son comportement. Pour cela nous allons suivre l'influence de la granulométrie du NBR sur les différentes caractéristiques qui sont : la pénétrabilité, le point de ramollissement (TBA), la ductilité à 25 °C, le vieillissement et la susceptibilité thermique.

On a utilisés deux granulométries pour le NBR.

### **IX-2.1 Influence de la granulométrie « 2 » du polymère sur les liants a base de bitume (B)**

Plusieurs recherches ont montré que plus la granulométrie est fine, plus la solubilité du polymère dans le bitume est facile.

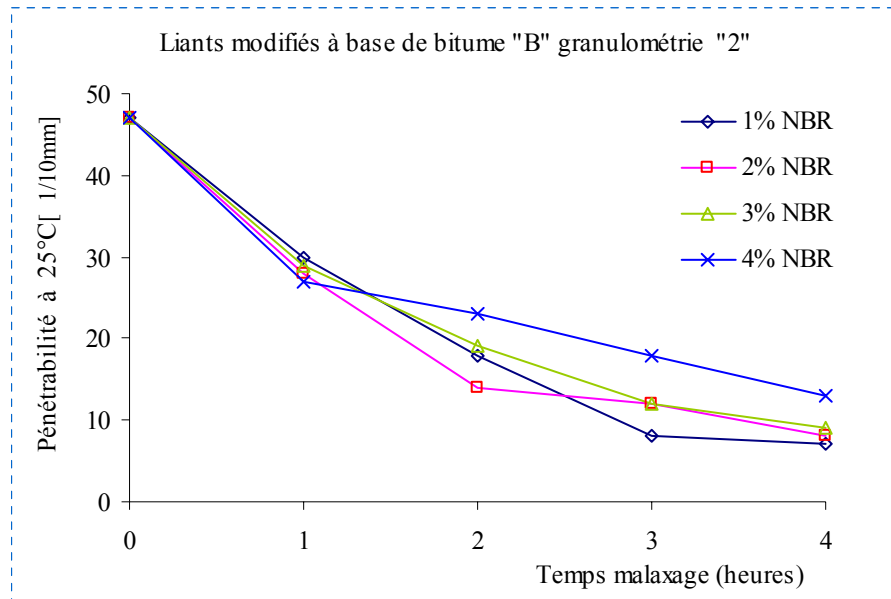
Dans cette partie, nous présenterons les résultats du bitume B modifié avec du NBR « Gr2 ». Les résultats de la modification avec la granulométrie « Gr1 » sont déjà donnés (voir chapitre consistance).

Afin de pouvoir étudier l'influence de la granulométrie, sur la modification du bitume, les essais suivants ont été réalisés

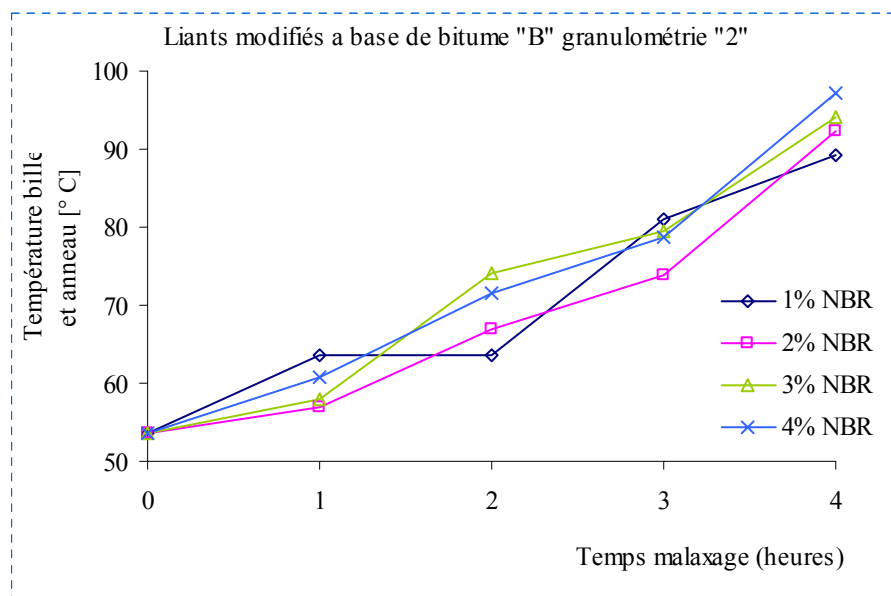
- ✓ Pénétrabilité à 25 °C.
- ✓ Températures de ramollissement (bille anneau).
- ✓ Ductilité à 25 °C.

Ces essais ont été réalisés dans les mêmes conditions et avec les mêmes modes opératoires cités précédemment.

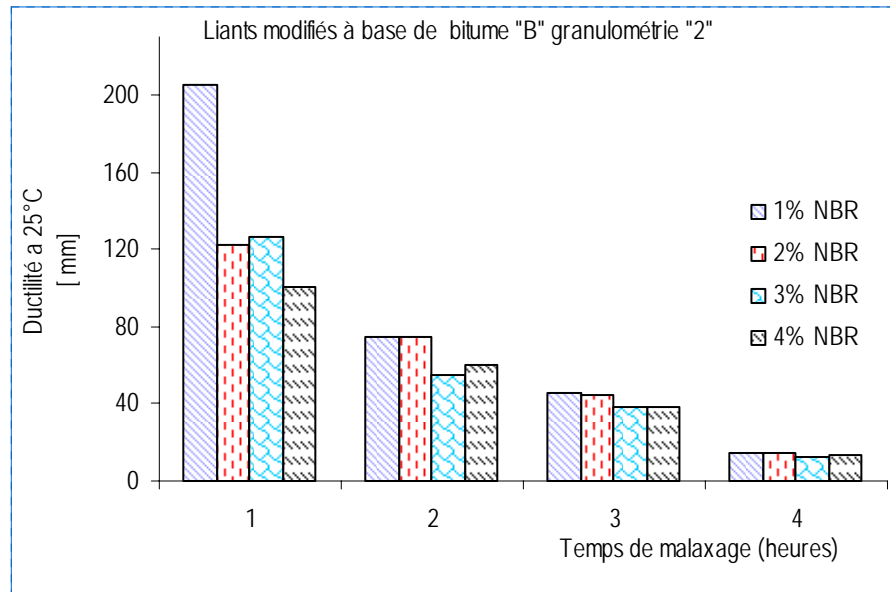
Les figures 9.17, 9.18 et 9.19 montrent respectivement les courbes de pénétrabilité, température de ramollissement et ductilité des liants modifiés à différents pourcentages NBR et pour chaque temps de malaxage.



**Fig 9.17** Influence du temps de malaxage sur pénétrabilité à 25 °C des liants modifiés à base de bitume (B) granulométrie « 2 ».



**Fig 9.18** Influence du temps de malaxage sur la température bille et anneau des liants modifiés à base de bitume (B) granulométrie « 2 »



**Fig 9.19** Influence du temps de malaxage sur la Ductilité à 25°C  
des liants modifiés à base de bitume (B) Granulométrie « 2 »

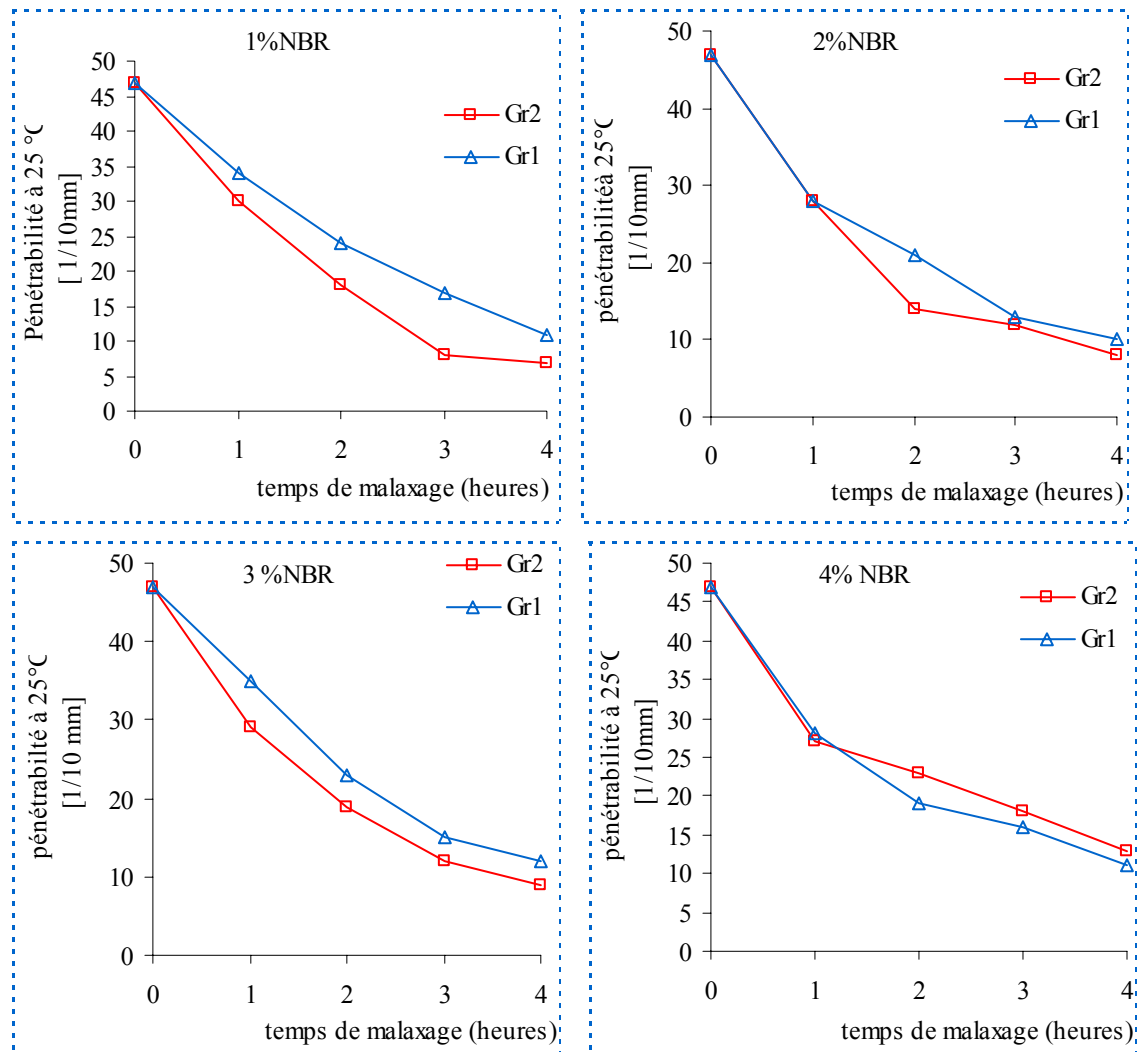
Des figures 9.17 à 9.19 nous observons :

- Globalement plus le temps de malaxage augmente plus la pénétrabilité et la ductilité diminuent.
- la température bille et anneau augmente avec le temps de malaxage.

## IX-2.2 Influence sur la pénétrabilité des liants à base des granulométries « Gr1 et Gr2 »

### IX-2.2.1 Influence de temps de malaxage sur la pénétrabilité.

La figure 9.20 montre la comparaison des pénétrabilités, des liants modifiés en fonction de temps de malaxage pour chaque teneur en NBR.



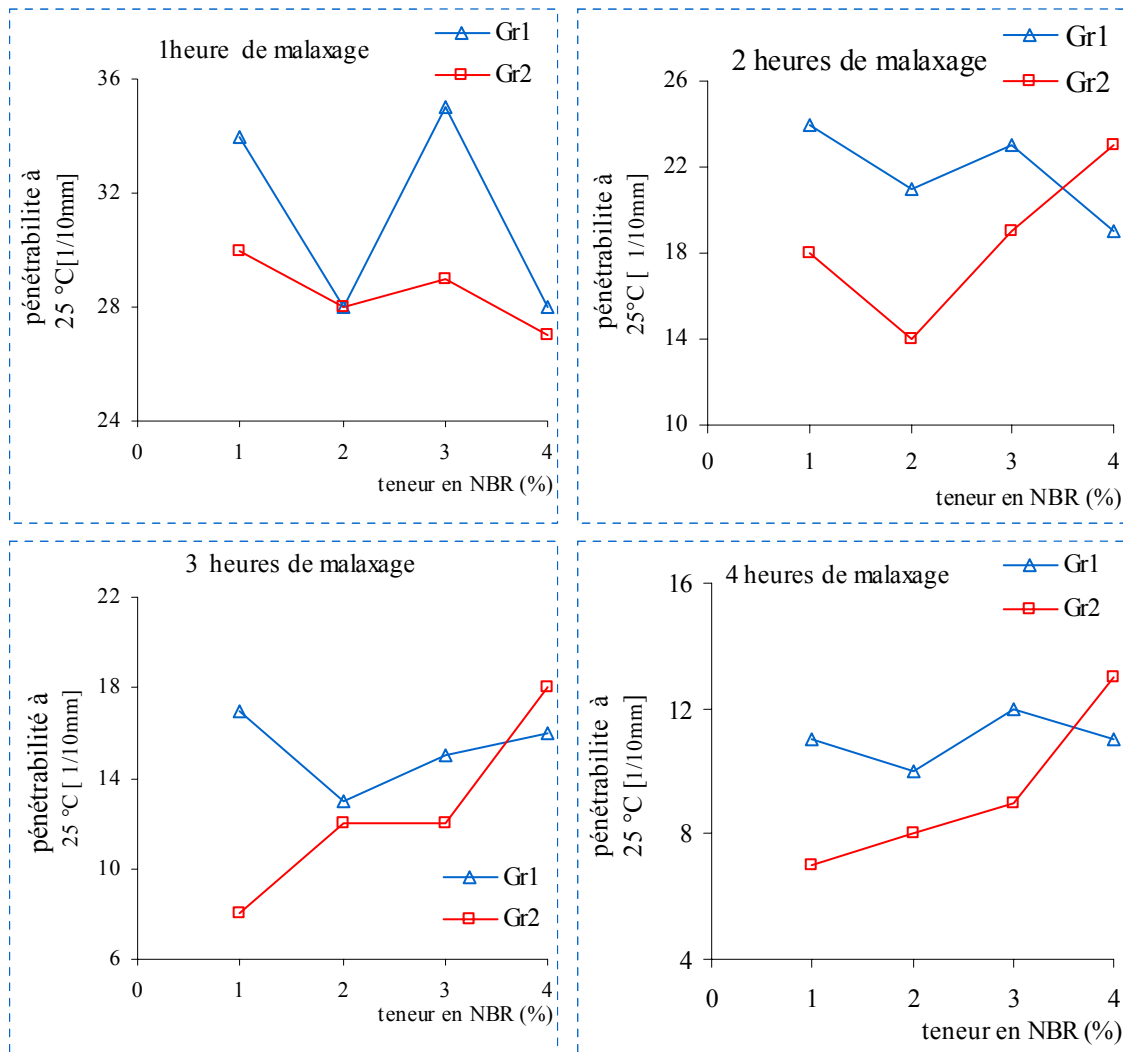
**Fig 9.20** Influence de la granulométrie « 1 et 2 » sur la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction de temps de malaxage.

A partir de la figure 9.20, il ressort ce qui suit :

- L'allure des courbes de pénétrabilités des liants de la granulométrie fine « Gr1 » est au dessus de l'allure de la granulométrie grosse « Gr2 », pour 1, 2 et 3 % NBR (la granulométrie grosse améliore la consistance de liant). Sauf pour 4 % de NBR.
- En générale, on observe la même allure en fonction des deux granulométries

### IX-2.2.2 Influence de la teneur en NBR sur la pénétrabilité.

Les graphes de la figure 9.21 montrent la comparaison de la pénétrabilité entre les liants modifiés à base de bitume « B » avec les deux granulométries du NBR.



**Fig 9.21** Influence de la granulométrie « 1 et 2 », sur la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume (B).

De l'ensemble des graphes de la figure 9.21 nous constatons ce qui suit :

- A une et trois heures de malaxage les courbes en fonction des deux granulométries ont une même pénétrabilité à 2 % NBR.
- A 2, 3 et 4 heures de malaxage les courbes en fonction des deux granulométries se coupent en un seul point, c'est à dire entre 3 et 4 % NBR.
- Les courbes de pénétrabilité des liants à base de granulométries Gr2 est au dessous des courbes des liants à base de granulométrie Gr1, sauf pour 4 % NBR à 2, 3 et 4 heures de malaxage.

L'augmentation de la pénétrabilité à 4 % de la granulométrie « Gr2 », est peut être due à la taille de la particule (solubilité moindre dans la matrice bitumineuse), et que le mélange a perdu sa consistance et sa ductilité.

Influence remarquable du couple (temps- teneurs) sur la pénétrabilité des liants, c'est-à-dire qu'au delà de deux heures de temps de malaxage la température change complètement le comportement des liants, ainsi que le pourcentage de polymère au delà de 3 % de NBR il tend vers une matrice polymère.

### IX-2.3 Influence sur le point de ramollissement (bille et anneau) des liants à base des granulométries « Gr1 et Gr2 »

#### IX-2.3.1 Influence de temps de malaxage sur la TBA.

La comparaison entre les liants modifiés à base de bitume (B) en fonction des deux granulométries et du temps de malaxage pour chaque teneur en polymère, est représentée par la figure 9.22.

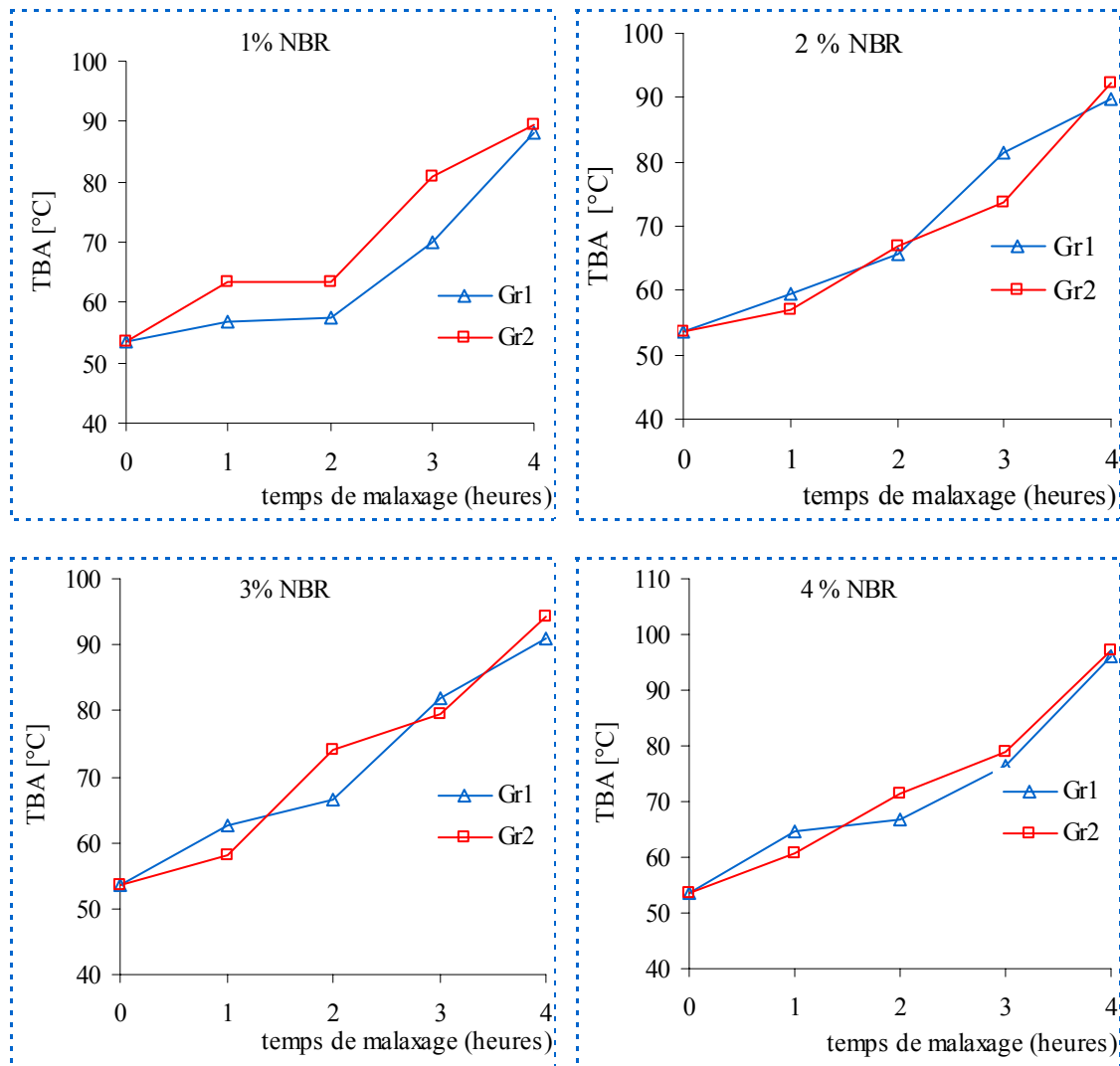


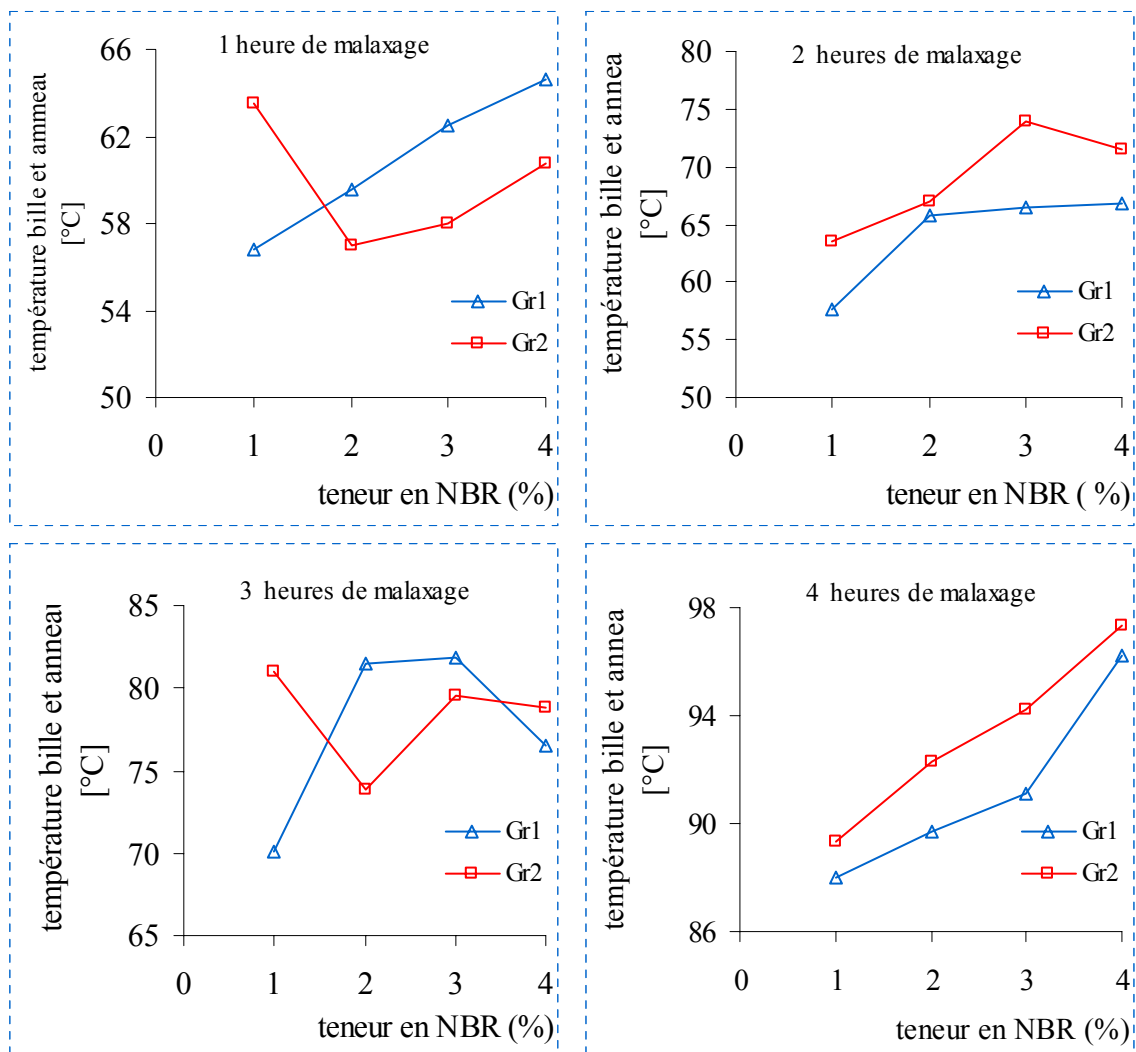
Fig 9.22 Influence des granulométries « 1 et 2 », sur la TBA des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction du temps de malaxage

De la figure 9.22 il ressort ce qui suit :

- Pour 1 % de NBR les granulométries « 1 et 2 » ont même influence sur la TBA en fonction de temps de malaxage.
- Pour 2,3 et 4 % de NBR, un croisement des allures pour les deux granulométries, (Le point d'intersection est entre 1 et 2 heures).

### IX-2.3.2 Influence de la teneur en NBR sur la TBA.

L'influence de la granulométrie « 1 et 2 » sur la température bille et anneau des liants modifiés et représentés dans la figure 9.23.



**Fig 9.23** Influence des granulométries « 1 et 2 » sur la TBA des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction de teneur en NBR.

On tire des graphes de la figure 9.23 que :

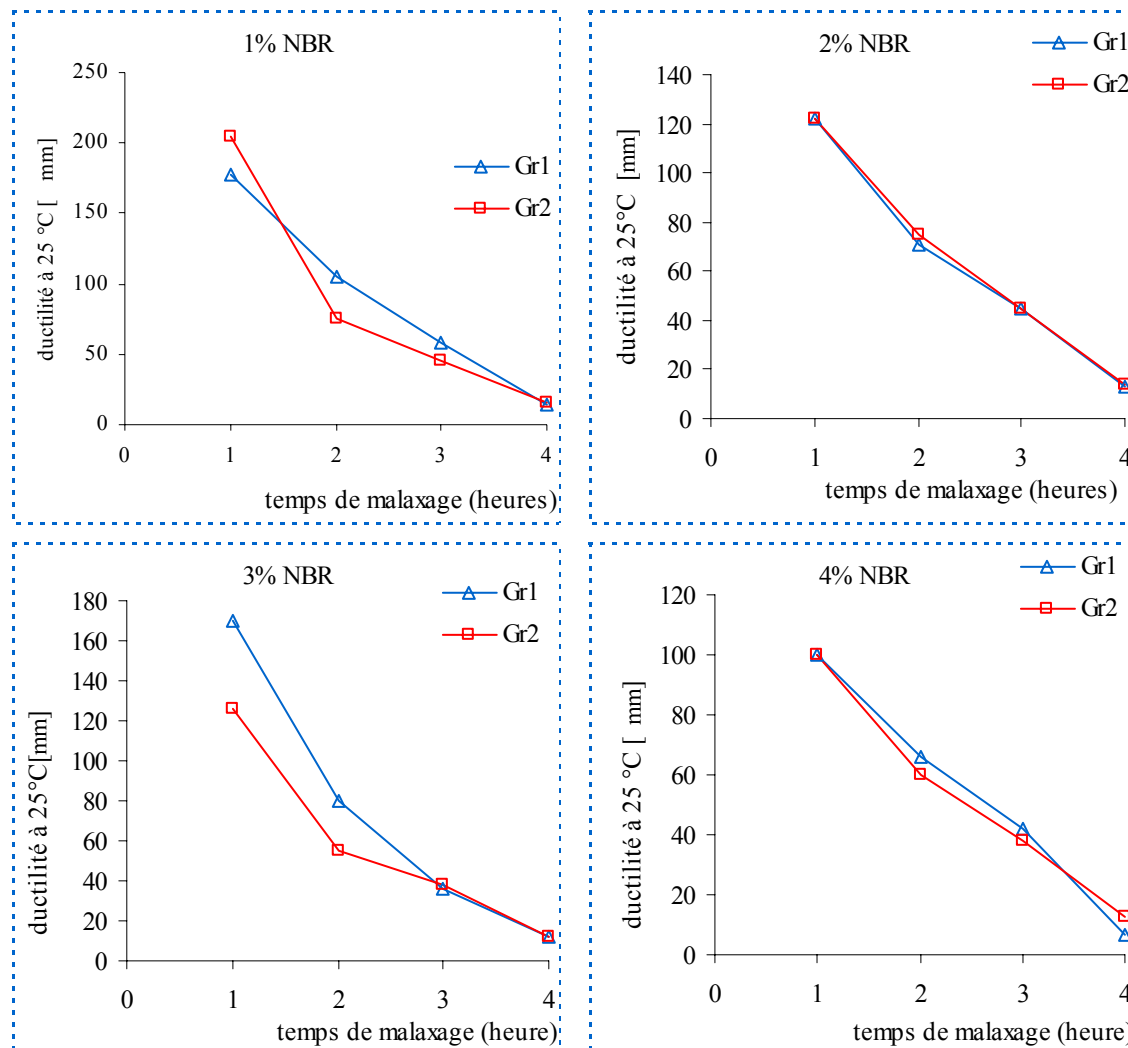
- la TBA augmente pour la granulométrie « Gr1 » avec la teneur en NBR à une et quatre heures de malaxage.

- La granulométrie grosse présente une évolution appréciable à une heure de malaxage dans l'intervalle de 1 à 2 % NBR.

## IX-2.4 Influence sur la ductilité des liants à base des granulométries « Gr1 et Gr2 »

### IX-2.4.1 Influence du temps de malaxage sur la ductilité des liants.

La figure 9.24 montre l'évolution de la ductilité des liants à base de bitume B modifiés l'un par la granulométrie fine Gr1 et l'autre par la granulométrie grosse Gr2 en fonction de temps de malaxage.



**Fig 9.24** Influence de la granulométrie « 1 et 2 », sur la ductilité des liants modifiés en fonction du temps de malaxage.

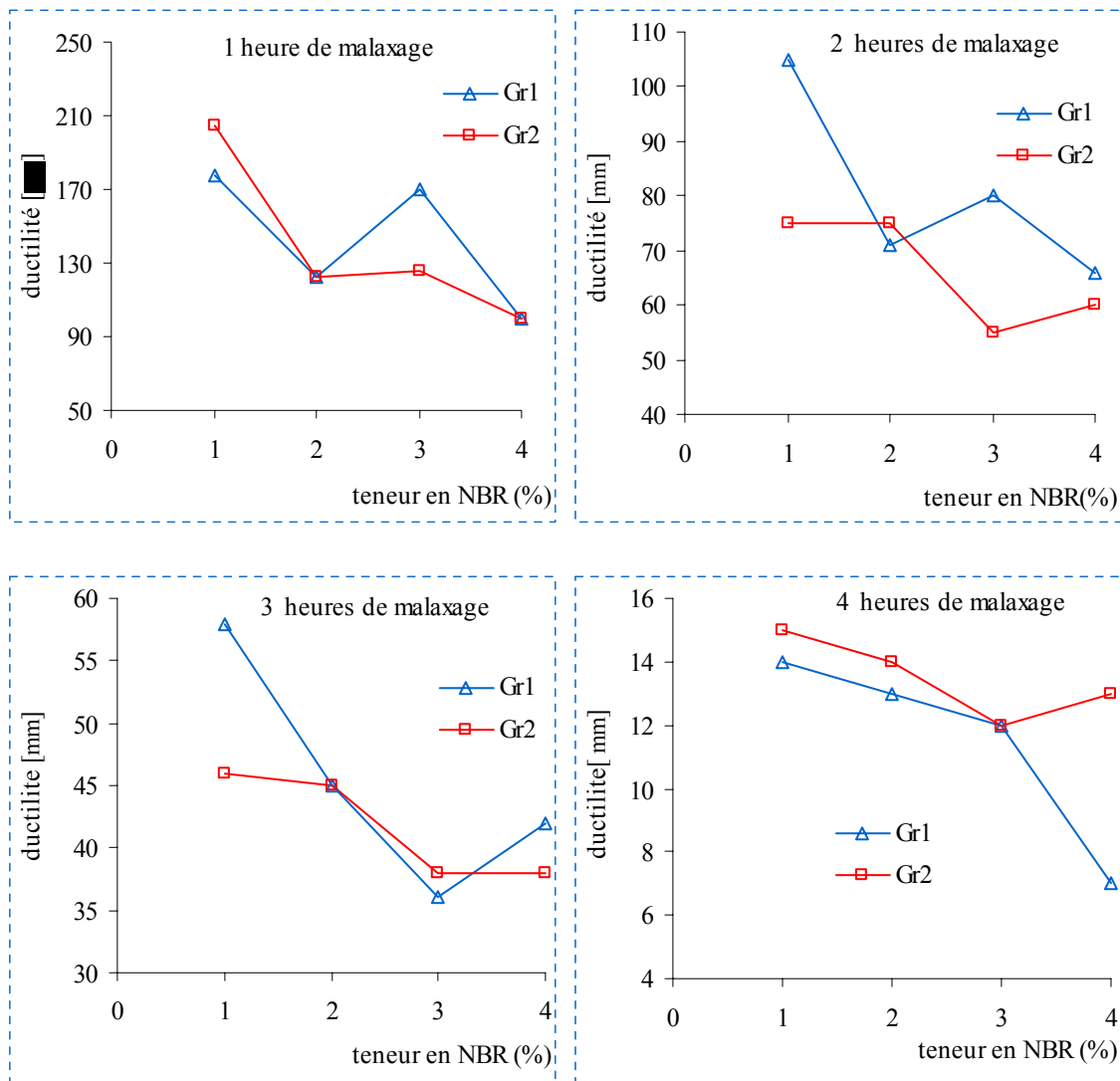
On constate à partir de la figure 9.24 que :

- la ductilité diminue avec le temps de malaxage et cela pour les deux granulométries.

- A 2 et 4% NBR les courbes de la ductilité des liants à base des deux granulométries sont très proches.
- A partir de trois heures de malaxage, la granulométrie n'a pas d'influence.

#### IX-2.4.2 Influence de la teneur en NBR sur la ductilité.

L'influence de la granulométrie « 1 et 2 », sur la ductilité à 25 °C des liants modifiés en fonction de teneur en NBR est représentée dans la figure 9.25.



**Fig 9.25** Comparaison de l'influence de la granulométrie « 1 et 2 » sur la ductilité des liants modifiés à base de bitume (B) en fonction de teneur en NBR.

Lors de l'expérimentation on a remarqué visuellement qu'à 3 et 4 % de NBR, la différence de l'homogénéité des mélanges, et on le confirme surtout à quatre heures de malaxage, ou on constate un éclatement brusque de l'échantillon

On tire de la figure 9.25 que :

- Les mêmes allures des liants en fonction de la teneur en NBR pour les deux granulométries à 1 et 3 heures de malaxage, sont observées.

### Conclusion

La granulométrie a une influence sur les caractéristiques des mélanges (bitume –NBR)

- Pénétrabilité
- TBA
- Ductilité

La granulométrie Gr1 (fine) améliore la consistance, le point de ramollissement et la ductilité de mélange ce qui est de conformité avec les résultats d'autres chercheurs.

### IX-2.5 Susceptibilité thermique

Les liants modifiés par des polymères sont peu susceptibles, donc ont un indice nettement positif. Par contre un indice proche de zéro ou négatif caractérise les bitumes très susceptibles.

Les résultats de la variation des pénétrabilités en fonction de la température sont donnés par les tableaux 9.4 et 9.5 et illustrés par les figures 9.26 et 9.27.

**Tableau 9.4** Variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume (B)  
Granulométrie (Gr1) en fonction de la température

Référence Température °C	Granulométrie « Gr1 »				
	B(0)	B (1)	B (2)	B (3)	B (4)
10	14	9	8	8	7
15	17	10	11	11	12
20	25	16	17	21	16
25	47	21	21	23	19
30	59	14	19	24	21
35	111	20	23	33	22
40	161	26	34	40	29

**Tableau 9.5** Variation de la pénétrabilité des liants modifiés à base de bitume B Granulométrie (Gr2) en fonction de la température

Référence Température °C	Granulométrie « Gr2 »				
	B(0)	B (1)	B (2)	B (3)	B (4)
10	14	8	8	13	8
15	17	9	11	11	13
20	25	16	13	17	21
25	47	18	14	19	23
30	59	16	26	32	27
35	111	20	33	55	37
40	161	24	42	67	49

Pfeffier et Van Doormal ont montré l'existence d'une relation linéaire entre le logarithme décimal de la pénétration et la température.  $\text{Log (pen)} = AT+C$

Où :

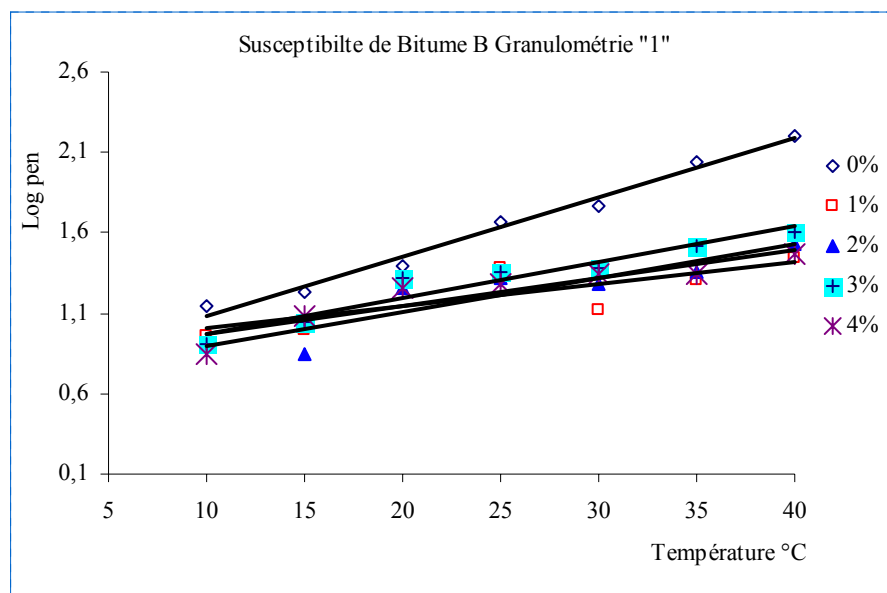
A : la susceptibilité thermique.

C : une constante

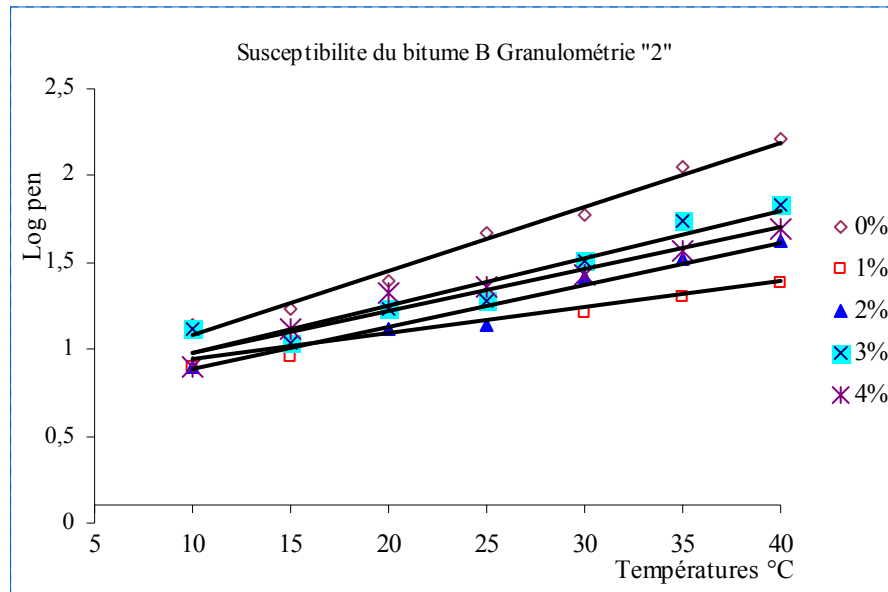
La valeur de A varie entre 0.015 et 0.06.

L'indice de pénétration (IP) qui représente la susceptibilité des bitumes routiers.

Sur les figures 9.26 et 9.27 nous représentons les graphes semi-logarithmique de la pénétrabilité des liants en fonction de la température selon la méthode LCPC.



**Fig 9.26** Variation de la pénétrabilité des liants modifiés par le NBR « Gr1 » en fonction de la température

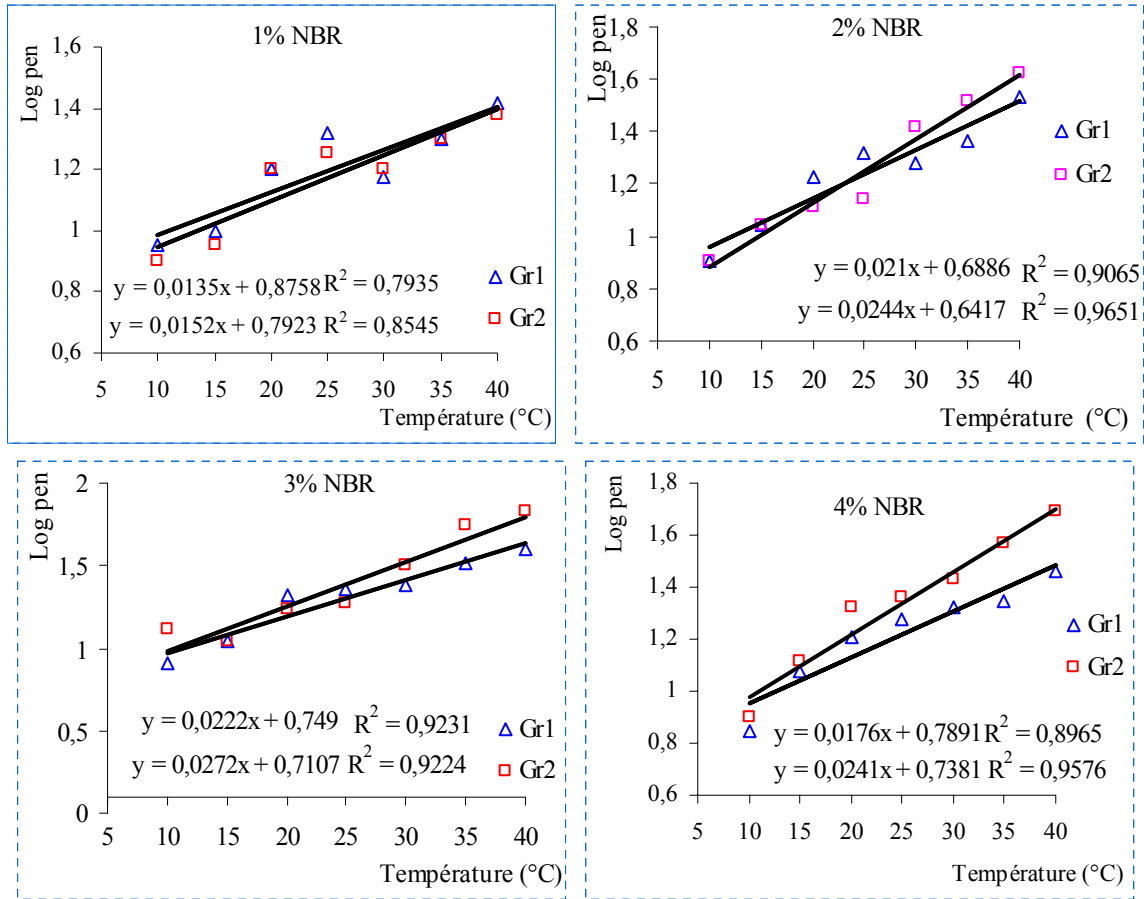


**Fig 9.27** Variation de la pénétrabilité des liants modifiés par NBR « Gr2 » en fonction de la température

Nous constatons que les courbes de tendance avec pour la granulométrie « Gr1 » (figures 9.26 et 9.27) c'est-à-dire la plus fine, la susceptibilité thermique sont des droites beaucoup plus serrées (confondues), ce qui est légèrement différent pour la granulométrie « Gr2 »

- La superposition des courbes de tendance des liants à base de la granulométrie « Gr1 » est respectivement comme suit 0 % plus susceptible puis 3 % puis (2, 4 et 1 % de NBR)
- La superposition des courbes de tendance des liants à base de granulométrie « Gr2 » est respectivement comme suit le bitume pur 0% plus susceptible et de même pour 3 % puis (4, 2 et 1 %)

Une comparaison entre les deux granularités du polymère, leurs influences sur la pénétrabilité pour chaque teneur en NBR sont données par la figure 9.28.

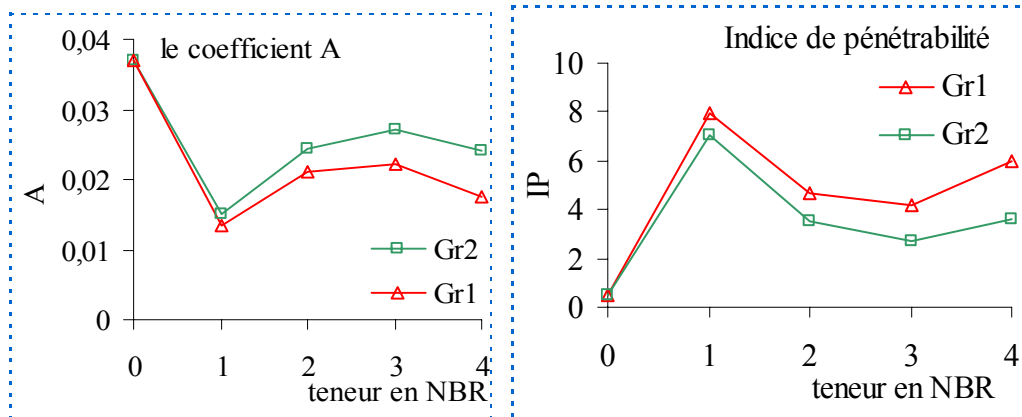


**Fig 9.28** Comparaison entre les courbes de tendance des deux granulométries pour chaque pourcentage.

Le tableau 9.6 illustre les valeurs de IP pour chaque granulométrie.

**Tableau 9.6** l'indice IP en fonction de teneur en NBR

Teneur NBR	0%	1%	2%	3%	4%
IP « Gr1 »	0,53	7,91	4,63	4,21	5,95
IP « Gr2 »	0,53	7,04	3,51	2,71	3,60



**Fig 9.29** le coefficient et l'indice IP en fonction de la teneur en NBR.

A partir de la figure 9.29, on remarque que :

- La granulométrie du polymère a un effet similaire aux températures inférieures à 25 °C, cette dernière influe sur les bitumes aux hautes températures de façon significative.
- La susceptibilité thermique diminue par rapport au bitume de base, (c'est-à-dire que le polymère a amélioré sa susceptibilité).
- Le coefficient de courbure A varie de « 0.0135 à 0.0222 » pour la granulométrie fine et de « 0.0152 à 0.0272 » pour l'autre.
- Plus la teneur en NBR augmente plus le coefficient (A) augmente jusqu'à 3% puis il diminue à 4%, la susceptibilité n'est pas proportionnelle à la teneur en NBR.
- La diminution de la susceptibilité thermique est très remarquable à 1 % de NBR et ceci pour les deux Granulométries, le coefficient ( $A < 0,0152$ ).

### **Conclusion :**

Le taux de diminution de la susceptibilité thermique est d'autant plus important que le polymère est de granularité fine.

Dans l'ensemble, les bitumes modifiés sont thermiquement moins susceptibles que les bitumes de base.

### **IX-2.6 Etude au vieillissement RTFOT**

Afin d'appréhender le comportement au vieillissement du bitume et du bitume modifié, l'essai RTFOT (le **R**olling **T**hin **F**ilm **O**ven **T**est) a été réalisé. Les conditions de l'essai sont

-température de malaxage : 190-210 °C.

-durée de malaxage : deux heures.

#### **IX-2.6.1 Influence de la granulométrie du NBR sur le vieillissement essai « RTFOT »**

Nous avons testé avec l'essai RTFOT le vieillissement des liants modifiés en fonction des deux granulométries « 1 et 2 »

#### **a) Pénétrabilité**

Les résultats de la pénétrabilité des liants avant et après l'essai de vieillissement RTFOT sont donnés par le biais des tableaux 9.7 et 9.8.

**Tableau 9.7** Evolution de la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « B » et granulométrie (Gr1) à l'essai de vieillissement

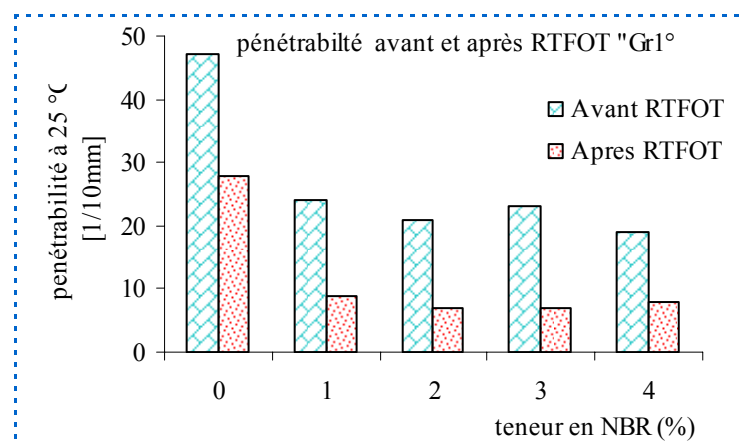
Teneur NBR	Granulométrie « Gr1 »				
	B (0)	B (1)	B (2)	B (3)	B (4)
Pénétrabilité à 25°C					
Avant RTFOT [1/10mm]	47	24	21	23	19
Après RTFOT [1/10mm]	28	9	7	7	8
$\Delta$ Pénétrabilité [1/10mm]	19	15	14	16	11
Pénétrabilité restante [%]	59.6	37.5	33.3	30.4	42.1

**Tableau 9.8** Evolution de la pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « B » et granulométrie (Gr2) à l'essai de vieillissement

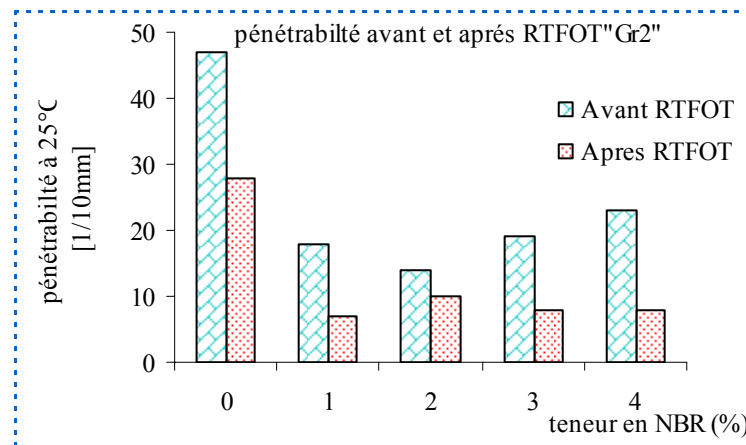
Teneur NBR	Granulométrie « Gr2 »				
	B (0)	B (1)	B (2)	B (3)	B (4)
Pénétrabilité à 25°C					
Avant RTFOT [1/10mm]	47	18	14	19	23
Après RTFOT [1/10mm]	28	7	10	8	8
$\Delta$ Pénétrabilité [1/10mm]	19	11	4	11	15
Pénétrabilité restante [%]	59.6	38.8	71.4	42.1	34.8

Les tableaux 9.7 et 9.8 montrent que la pénétrabilité des bitumes diminue après l'essai de vieillissement au RTFOT.

Dans les figures 9.30 et 9.31 nous représentons les résultats de l'essai de vieillissement en fonction de la teneur en NBR, pour les deux granulométries.



**Fig 9.30** Pénétrabilité des liants modifiés à base du bitume « B » granulométrie (Gr1) avant et après vieillissement RTFOT



**Fig 9.31** Pénétrabilités des liants modifiés a base du bitume « B » granulométrie (Gr2) avant et après vieillissement RTFOT

On remarque dans les figures 9.30 et 6.31 que :

- la pénétrabilité des liants purs et modifiés a diminué après RTFOT.
- la pénétrabilité diminue d'une façon remarquable par rapport à celle du bitume pur.
- la granularité « Gr2 » engendre un vieillissement moindre par rapport la granulométrie fine pour 2 et 3 % NBR.

Selon la norme NF EN1426 la pénétrabilité restante, minimum doit être ( $\Delta Pen \geq 53 \%$ )  
Le bitume pur respecte ces spécifications.

### b) Ramollissement

Le durcissement par vieillissement change considérablement les propriétés des liants, les résultats de l'une des propriétés (point de ramollissement) sont donnés par le tableau 9.9 et 9.10.

**Tableau 9.9** Evolution de la température bille anneau des liants modifiés granulométrie (Gr1) a l'essai de vieillissement

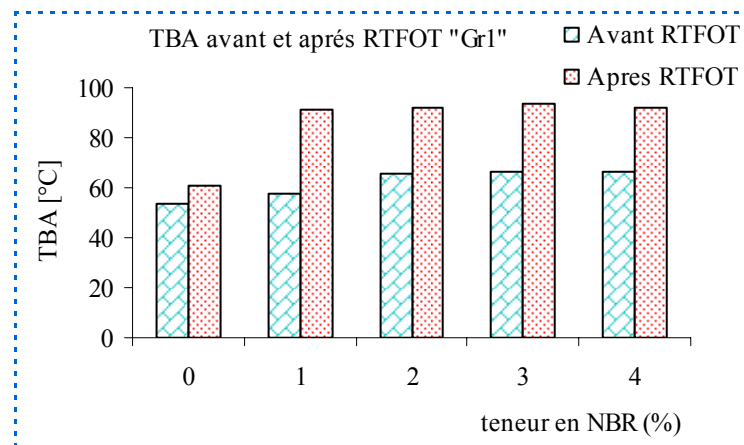
Teneur NBR	0%	1%	2%	3%	4%
TBA °C (Gr1)					
Avant RTFOT [1/10mm]	53,7	57,6	65,8	66,4	66,8
Après RTFOT [1/10mm]	61	91	92,1	94	92,3
$\Delta$ TBA [°C]	7,3	33,4	26,3	27,6	25,5

**Tableau 9.10** : Evolution de la température bille anneau des liants modifiés granulométrie (Gr2) a l'essai de vieillissement

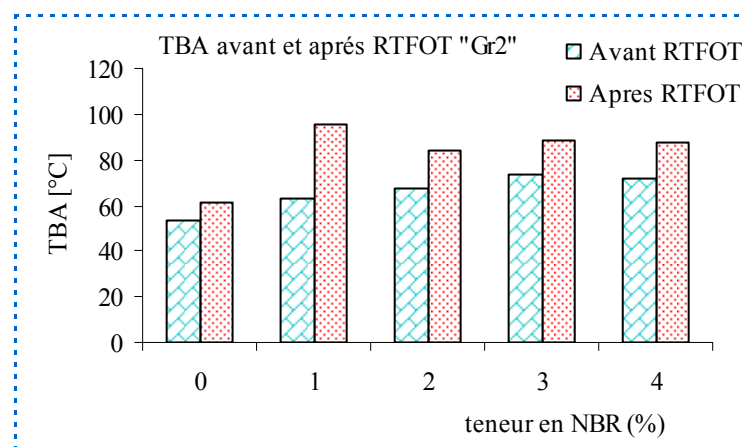
Teneur NBR	0%	1%	2%	3%	4%
TBA °C (Gr2)					
Avant RTFOT (1/10mm)	53,7	63,5	67,1	74	71,5
Après RTFOT (1/10mm)	61	95,3	83,7	88,6	87,2
$\Delta$ TBA (°C)	7,3	31,8	16,6	14,5	15,7

L'examen des résultats présentés au tableau 9.8 et 9.9 montre que le bitume réagit différemment avec chaque type de granularité et teneur en polymère.

Les figures 9.32 et 9.33 représentent les variations de la température de point de ramollissement (bille anneau) avant et après l'essai RTFOT.



**Fig 9.32** Evolution de la température TBA au vieillissement des liants modifiés à base du bitume « B » granulométrie (Gr1)



**Fig 9.33** Evolution de la température TBA au vieillissement des liants modifiés à base du bitume « B » Granulométrie (Gr2)

A partir des figures 3.32 et 3.33 nous constatons que :

- la température bille anneau (point de ramollissement) augmente après RTFOT pour toutes les teneurs en NBR.
- la température de ramollissement augmente d'une façon considérable par rapport à celle de bitume pur, surtout pour 1 %.
- L'augmentation de la température bille anneau après RTFOT est à peu près constante pour les teneurs 2, 3 et 4 % NBR.

Afin de suivre l'évolution de l'effet du vieillissement sur pénétrabilité et la TBA, nous avons calculé le taux de variation de chacun. Ce taux est calculé par exemple :

$$\% Pen = \frac{Pen \text{ avant RTFOT} - Pen \text{ après RTFOT}}{Pen \text{ avant RTFOT}} \times 100$$

$$\% TBA = \frac{TBA \text{ après RTFOT} - TBA \text{ avant RTFOT}}{TBA \text{ avant RTFOT}} \times 100$$

Ces taux de variation sont représentés par les figures 9.34 et 9.35.

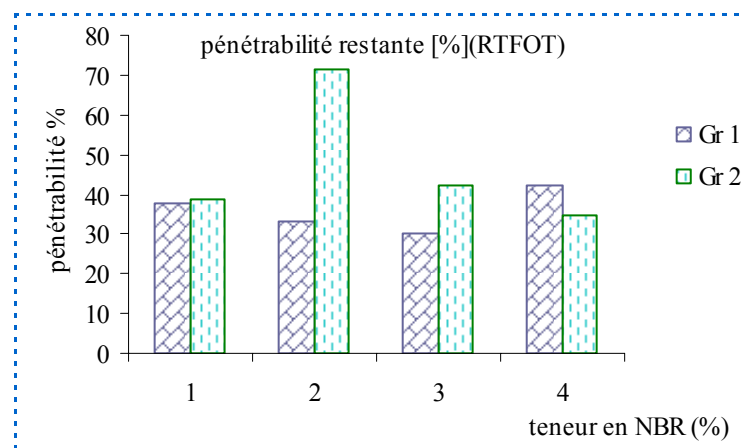


Fig 9.34 Pénétrabilité restante après l'essai de vieillissement RTFOT.

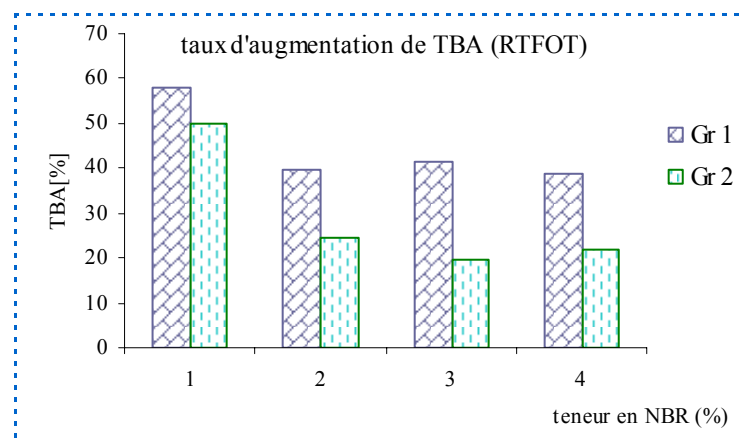


Fig 9.35 Taux d'augmentation de la TBA des liants modifiés après essai RTFOT.

Les figures 9.34 et 9.35 montrent ce qui suit :

La pénétrabilité restante des liants modifiés est importante pour la granulométrie grosse (Gr2) à 2 et 3 % de NBR, elle est moins importante pour la granulométrie (Gr1).

- Le pourcentage de la pénétrabilité restante est sensiblement constant à 1% pour les deux granulométries, nous pensons que le mastic obtenu par ce pourcentage prend les caractéristiques du bitume pur.
- Le taux d'augmentation de la température de point ramollissement des liants modifiés entre les deux granulométries est important à 3 % NBR, augmente d'une façon voisine ou égale pour 2 et 4% et faiblement à 1 % NBR.

### **Conclusion**

De l'examen de cette partie, il ressort que tous les bitumes subissent un vieillissement après leur passage à l'essai RTFOT. Ce vieillissement s'exprime par :

- Une diminution de la pénétrabilité,
- Une augmentation de la température bille et anneau.

Nous constatons que les pourcentages d'augmentation de TBA et de la pénétrabilité restante des liants modifiés à base de granulométrie Gr2 sont meilleurs par rapport à ceux obtenus à base de Gr1.

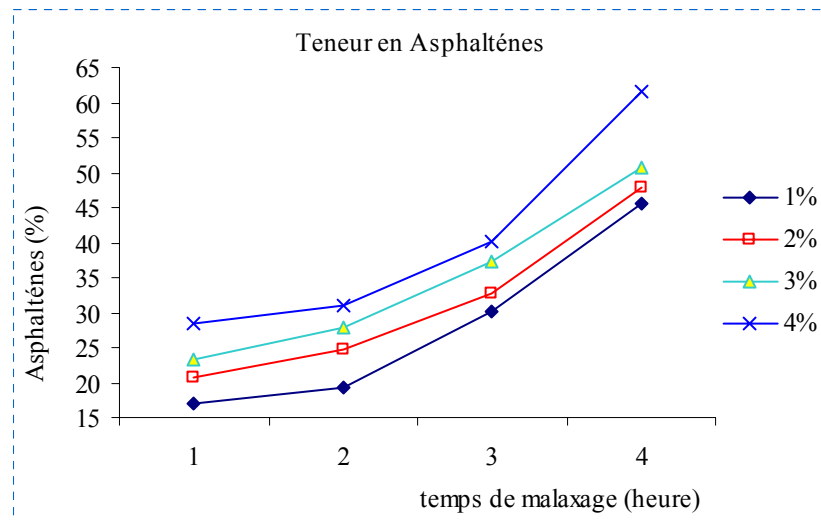
Les caractéristiques des liants modifiés subissent un grand changement par rapport aux caractéristiques du bitume pur.

### **IX-2.7 Détermination du pourcentage d'asphaltènes**

Nous avons essayé de suivre l'évolution des asphaltènes dans les liants modifiés avec l'augmentation de la teneur en polymère et le temps de malaxage, en utilisant la technique de séparation par distillation des bitumes modifiés dans le n-heptane, pour le bitume modifié par le NBR de granulométrie Gr1.

### Variation des Asphaltènes

La figure 9.36 montre cette évolution des asphaltènes des liants modifiés à base de bitume « B » et de granulométrie « Gr1 » pour chaque temps de malaxage.

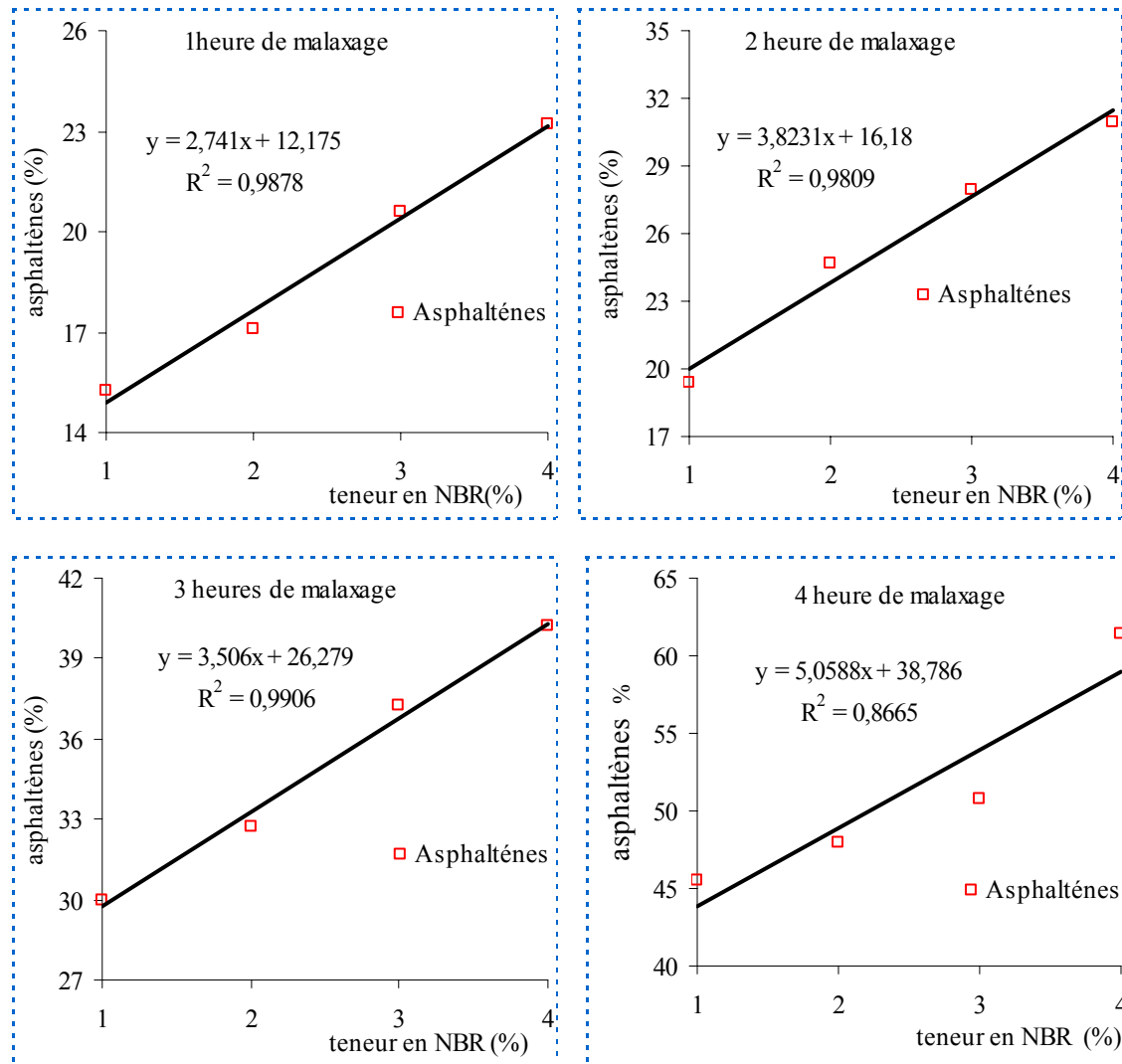


**Fig 9.36** teneur en asphaltènes en fonction de teneur en polymère et du temps de malaxage.

La figure 9.36 montre que la teneur en asphaltènes augmente avec la teneur en NBR et le temps de malaxage.

#### a) Influence de la teneur en NBR.

L'influence de la teneur en NBR sur la variation des asphaltènes est montrée dans la figure 9.37.



**Fig 9.37** variation de pourcentage d'asphaltènes en fonction de la teneur en NBR.

Le temps de malaxage joue un rôle très important, on remarque dans les graphes de la figure 9.37 que :

- pour les trois cas (1, 2 et 3 heures de malaxage), l'évolution des asphaltènes en fonction de la teneur en NBR est linéaire. Elle est rapide pour deux heures de malaxage (pente plus grande).

#### b) Influence de temps de malaxage.

La figure 9.38 montre l'évolution de la température TBA et le taux d'asphaltènes.

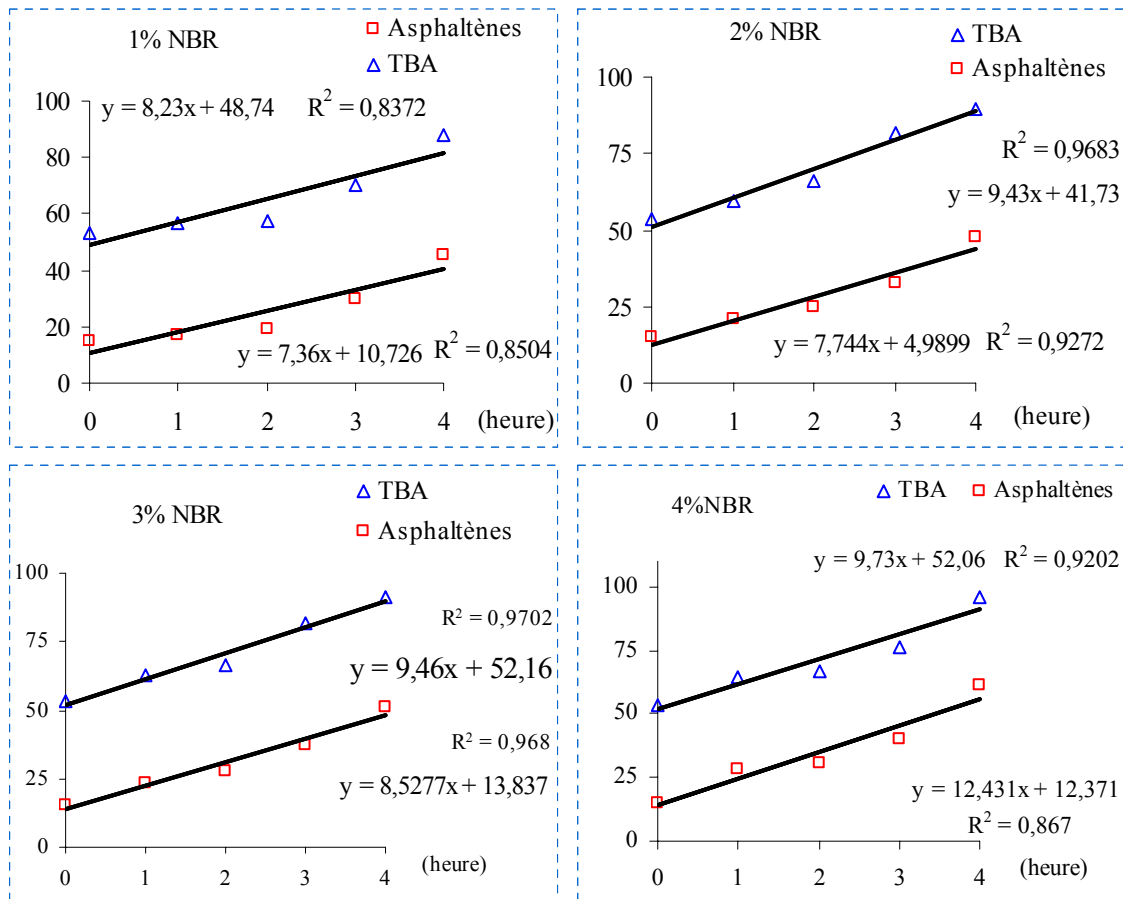


Fig 9.38 température TBA et l'évolution des asphaltènes.

Les courbes d'évolution d'asphaltènes et de températures du point de ramollissement (bille anneau) montrent que :

- Les pentes des droites de la TBA varie légèrement en fonction de la teneur NBR a partir de 2 % (le coefficient de pente prends les valeurs de 9,43 à 9,73).
- Les pentes des droites d'asphaltènes prennent les valeurs de 7,36 à 7,74 puis elles s'élèvent rapidement à trois et quatre heures (absorption des huiles).

L'utilisation du déchet acrylonitrile butadiène (NBR) comme modifiants des liants bitumineux a eu une influence perceptible sur les mélanges obtenus.

Le NBR influe sur les performances de la consistance des bitumes associé au bitume A de pénétrabilité 39 1/10mm, la susceptibilité et la ductilité sont améliorée comparées à celles obtenus avec le bitume B de pénétrabilité 47 1/10 mm

## **X- ETUDE DES GRANULATS**

Même si les granulats peuvent faire l'objet d'une étude détaillée, on se limitera dans notre mémoire à présenter quelques essais qu'on a effectué.

Les granulats de cette étude sont les plus couramment utilisés par les entreprises pour la réalisation des chaussées. Les mélanges retenus sont à base de la connaissance des caractéristiques des matériaux locaux et une exploitation économique des ressources.

### **IX-1 Origines des granulats**

Les sables naturels résultent :

Soit de la désagrégation naturelle de roches généralement siliceuses : ce sont les sables ronds

Soit du concassage de roches ou de gravier : ce sont les sables de concassage

Soit du mélange de sables ronds et de concassage : ce sont les sables mixtes.

Les sables artificiels sont des sables provenant du recyclage de résidus industriels ou de matériaux de construction.

Les granulats utilisés dans notre recherche proviennent des carrières de Keddara et Cap Djinet. Il s'agit :

- du sable concassé 0/3 issu du concassage de la roche sédimentaire carbonatés (calcaires) de .KEDDARA.

- des gravillons 3/8 et 8/15 de nature basaltique (CAP DJINET).

### **IX-2 Analyse Chimique**

Le rôle du minéral est aussi important, car il consolide la structure du liant, il permet d'augmenter le module du mastic, améliore sa résistance à l'écoulement et en réduit sa susceptibilité thermique.

Les analyses ont été effectuées au laboratoire Hussein Dey LCTP. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 10.1.

**Tableau 10.1** Résultats de l'analyse chimique des granulats

Echantillon Constituant	Sable 0/3 %	Gravier 3/8 %	Gravier 8/15 %
Insoluble( $\text{SiO}_2$ +Silicates)	17.15	70.3	68.5
Oxyde de fer et d'Aluminium $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{Al}_2\text{O}_3$	3.35	7.23	10.1
Gypse ( $\text{CaSO}_4+2\text{H}_2\text{O}$ )	Traces	Traces	Traces
Chlorures Na Cl	0.12	0.12	0.17
Carbonates $\text{CaCO}_3$	74.8	19.85	18.97
Anhydride Carbonique $\text{CO}_2$	32.62	8.72	8.34
La perte au feu	33.25	9.25	9.02
Eau de constitution	0.63	0.53	0.68
Bilan chimique pondéral	98.05	98.01	98.42

Les résultats du tableau 10.1 montrent que :

#### Pour les graviers

- les graviers 3/8 et 8/15 qui proviennent de la même carrière ont des constituants sensiblement différents.
- Les insolubles ( $\text{SiO}_2$  +Silicates) sont importants, ce qui montre qu'ils sont basaltiques.

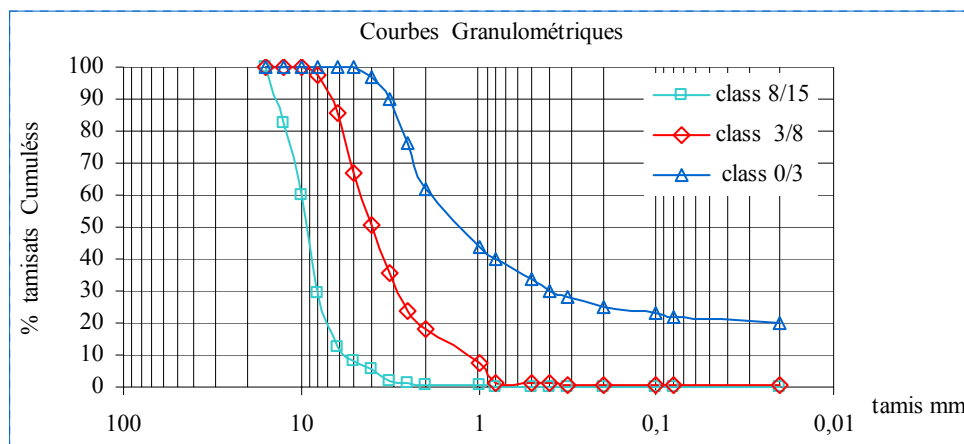
#### Pour les sables

- un pourcentage important de Carbonates  $\text{CaCO}_3$  est présent, ce qui montre que le sable est calcaire. Celui-ci donne une bonne rigidité au mastic et une meilleure adhésivité, ainsi qu'une bonne conductivité, la chaleur spécifique est moins importante pour la formule d'enrobé contenant des granulats calcaires [82].

### X-3 Les essais effectués sur les granulats :

#### X-3.1 Analyse Granulométrique

Nous présentons les résultats de l'analyse granulométrique selon la norme NFP 18-560 dans la figure 10.1.



**Fig 10.1** Courbes Granulométriques des Fractions 0/3, 3/8 et 8/15

Nous remarquons que les trois classes granulaires présentent des granularités continues.

L'analyse granulométrique de la fraction sableuse 0/3 de Keddara a révélé un faible pourcentage en éléments fins. L'approvisionnement des trois fractions granulaires a été effectué en période pluviale, l'aire de stockage n'étant pas couverte, les fines ont été emportées par les eaux de pluies.

Ce manque a été corrigé par apport de fines (ajout des fines de la même nature en broyant le sable lui même), ce qui nous a permis de corriger la courbe granulométrique du mélange destinée à l'enrobage afin de pouvoir l'insérer dans le fuseau spécifique avec des pourcentages acceptables.

Notons que par sa nature calcaire ; le sable de Keddara présente une excellente adhésivité avec les liants hydrocarbonés.

### X-3.2 Caractéristiques Intrinsèques

Les caractéristiques intrinsèques des granulats sont regroupées dans le tableau 10.2.

**Tableau 10.2** Caractéristiques des fractions granulaires.

Essai \ classe	0/3	3/8	8/15	Observation
NF P18-573 LA (%)	/	13.10	13.80	<15 très bon
NF P18-572 MDE(%) -Sec	/	17.60	13.50	13 ≤ MDE ≤ 20 bon à moyen MDE < 13 très bon
Propreté superficielle	/	0.75	0.99	≤ 2
NF P18-597 Equivalent de sable (%)	64	Sable propre		
NF P94-054 Poids spécifique (g/m <sup>3</sup> )	2.60	2.65	2.68	/

Les résultats du tableau 10.2 indiquent que les granulats des deux fractions 3/8 et 8/15 ont des caractéristiques mécaniques bonnes à très bonnes.

Le sable 0/3 est propre.

Les poids spécifiques des fractions sont satisfaisants.

Le sable contient 21 % de fines (figure 10.1).

- **Conclusion**

Dans l'ensemble, nous avons des granulats qui présentent de bonnes caractéristiques intrinsèques pour la fabrication de l'enrobé bitumineux.

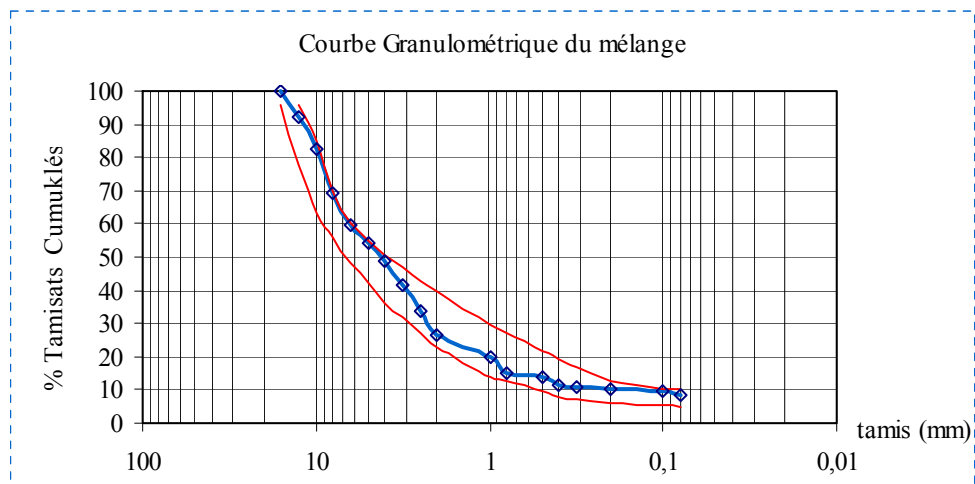
## XI- ENROBES BITUMINEUX

### XI-1 Formulation de l'enrobé

#### a) Courbe granulométrique du mélange.

Selon les méthodes de formulation en vigueur dans les différents laboratoire de travaux publics de notre pays, nous avons opté pour un mélange de trois classes granulaires (sable 0/3, gravier 3/8 et 8/15) pour la fabrication d'un mélange hydrocarboné (enrobé bitumineux) BB 0/14, s'insérant dans un fuseau de référence LCPC.

La figure 11.1, représente la courbe granulométrique du mélange et le fuseau de référence.



**Tableau 11.1** Composition de la formule utilisée.

Fraction granulaire	0/3	3/8	8/15
% du mélange	36	22	42
Teneur en liant (%)	6.021		

**c) Mode de fabrication d'éprouvettes**

Les étapes de fabrication des éprouvettes d'enrobés, chauffage malaxage, et remplissage sont donnés dans les figures 11.2 à 11.4.

**Fig 11.2** Etuve**Fig 11.3** Malaxeur**Fig 11.4** Entonnoir

Tous le matériel (moules, hausse etc..), les matériaux et du mélange sont chauffés à la température d'enrobage désirée (figure 11.2) (comprise pour les enrobés étudiés entre 150°C et 180°C). Ensuite, les granulats sont pesés et homogénéisés (mélangés par un fouet quelques secondes) (figure 11.4)

Les différents poids sont déterminés en fonction de la compacité visée. Enfin, on ajoute la quantité de bitume nécessaire. Le mélange est de nouveau remplacé dans une étuve pendant quelques minutes. Le moule, rempli d'enrobé, (figure 11.4) sera compacté. ( figure 11.5)

**Fig 11.5** Dame de compactage.

A noter que la compacité  $C_p$  d'un échantillon est donnée par la formule suivante :

$$C_p = \frac{MVA}{MVR} \times 100 \quad \%$$

Avec :

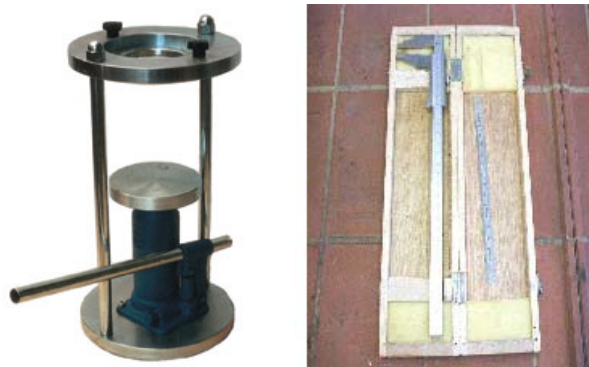
MVA: masse volumique apparente de l'échantillon,

MVR: masse volumique réelle du mélange bitumineux préparé.

La masse volumique réelle "théorique" MVR d'une éprouvette à une compacité de 100% (teneur en vides nulle), est déterminée à partir des densités et des proportions des différents constituants.

La MVR de notre mélange est égale à 2,37 t/m<sup>3</sup>.

Après compactage les éprouvettes sont refroidies pendant trente minutes sous l'eau à la température ambiante, puis démoulées au moyen d'un démouleur (figure 11.6).



**Fig 11.6** Démouleur d'éprouvettes et pied à coulisse

Après démoulage, les éprouvettes sont conservées vingt quatre heures à la température ambiante, puis sont soumises aux différents essais.

#### **d) Résultats de l'essai MARSHALL (NFP 98-251-2)**

On a ajouté l'essai mécanique en vue de comparer entre les deux granulométries du polymère. NBR, et ce pour une modification à deux heures de malaxage.

Après avoir confectionné les éprouvettes selon la procédure normalisée, L'écrasement est effectué après vingt quatre heures.

Les résultats de formulation de l'essai Marshall en fonction des deux granulométries du polymère et pour deux heures de malaxage sont donnés par le tableau 11.2.

**Tableau 11.2** Résultats de l'essai Marshall du mélange étudié.

	Gr1	Gr2	Spécifications
Stabilité Marshall (kg)	1206.8	1138	>800
Fluage Marshall (1/10mm)	37	39	20-40
Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	2.29	2.29	/
Compacité (%)	93.90	93	92-97
% vides résiduels	6.1	7	
Quotient Marshall KN/mm	3.26	2.91	/

L'essai Marshall a été effectué pour les deux granulométries. Les résultats montrent que l'enrobé à base de granulométrie fine Gr1, présente une meilleure résistance aux déformations permanentes ( $QM = \frac{SM}{FM}$ )

## XI-2 FLUAGE STATIQUE

### XI-2.1 Introduction

Ce présent travail consiste en l'amélioration des caractéristiques du mélange bitumineux et de leurs comportements.

Après avoir étudié l'influence du NBR sur les caractéristiques du bitume pur, nous nous intéressons à présent sur le comportement des enrobés bitumineux modifiés, vis-à-vis du fluage

### XI-2.2 Conditions d'essais

L'essai consiste à soumettre des éprouvettes cylindriques de bétons bitumineux sous l'action d'une charge axiale constante durant le temps. Ensuite annuler la charge et enregistrer la courbe de recouvrance qui consiste à déterminer les déformations d'une éprouvette cylindrique soumise verticalement à une contrainte constante de température constante.

Notre objectif consiste en la détermination de l'influence de la température sur le comportement rhéologique de l'enrobé. En raison du climat qui caractérise l'ALGÉRIE on a choisi trois températures d'essai « 25, 40 et 60°C ».

En enregistrant la réduction de la hauteur  $\Delta h$  en fonction du temps, la déformation relative

$$\varepsilon(t, T) = \frac{\Delta h}{h} \times 1000 \text{ nous permet d'obtenir la courbe } \varepsilon = f(t) \text{ pour une température } T_i.$$

L'enregistrement des déformations s'effectue à l'aide d'un ordinateur grâce à un système d'acquisition de données toutes les cinq secondes durant deux heures de temps.

L'essai est réalisé avec des éprouvettes MARSHALL de béton bitumineux modifié au teneurs « 0, 1, 2, 3 et 4 % de NBR, le mélange bitume polymère est malaxé pendant deux heures ». Les conditions opératoire de fluage sont présentées dans le tableau 11.3.

**Tableau 11.3** Conditions de l'essai de fluage statique.

Diamètre [mm]	101
Poids [kg]	1140
Hauteur [mm]	64
Durée du chargement (sec)	3600
Durée du déchargement (sec)	3600
Température [°C]	25-40-60
Contrainte en [MPa]	0.14
Nombre d'éprouvette	4

#### **XI-2.2.1 Fabrication et préparation des éprouvettes :**

Nous avons confectionné des éprouvettes de hauteur moyenne de  $64 \pm 0.5$  mm et d'un diamètre de 101,14 mm.

Les moules utilisés sont ceux de l'essai Marshall, l'énergie de compactage est de 50 coups par face.

Les compacités ont été choisies de telle sorte qu'elles soient entre 92 et 96 %. Le nombre d'éprouvettes pour chaque teneur et température est de quatre.

#### **XI-2.2.2 Mesure des diamètres et hauteurs**

La hauteur de l'éprouvette est mesurée en six points avec un angle de  $60^\circ$  chaque mesure est faite à  $1/10^e$  de millimètre. La hauteur prise est la moyenne arithmétique des mesures.

Le diamètre est mesuré en trois points, partie supérieure, inférieure et médiane avec une précision de  $1/10^e$  mm.

Le poids des éprouvettes est mesuré après vingt quatre heures, il est d'environ 1140 grs.

#### **XI-2.2.3 Conservation de l'éprouvette**

Vingt quatre heures après sa fabrication, l'éprouvette est mise dans une étuve pendant quatre heures à la température de l'essai soit 25, 40 ou  $60^\circ\text{C}$ .

**XI-2.2.4 Exécution de l'essai**

L'essai se fait selon les étapes suivantes

Après contrôle de la température durant le temps de conservations, l'éprouvette est retirée de l'enceinte, on la place entre les deux plateaux et on vérifie qu'elle est totalement immergée dans l'eau.

- On règle le niveau et on place le comparateur de telle sorte qu'il soit en contact avec l'éprouvette.

- On règle le comparateur à zéro et on applique la charge à l'éprouvette.

En parallèle un logiciel d'enregistrement des mesures toutes les cinq secondes est lancé.

Après une heure de chargement on enlève la charge brusquement sans déséquilibrer de l'appareil tout en continuant la prise des mesures.

**Remarques**

Les éprouvettes sont conservées à l'abri de la lumière.

Le temps écoulé entre le moment de la sortie de l'enceinte climatique et celui de du début de l'essai est très court de « quelques secondes ».

**XI-2.2.5 Contrainte appliquée**

Les contraintes appliquées ne doivent pas être trop élevée car des phénomènes de non linéarité apparaissent au delà d'un certain seuil. Il ne faut pas non plus que la contrainte soit insuffisante. Une gamme de contraintes entre  $0,5 \cdot 10^5$  à  $1,5 \cdot 10^5$  N/mm<sup>2</sup> est un bon compromis et l'on peut tester la majorité des enrobés bitumineux routiers [81].

Pour notre travail la contrainte choisie est ( $1,4 \cdot 10^5$  N/mm<sup>2</sup>=0.14 MPa).

La déformation permanente est considérée comme étant la première cause générant des dégâts aux enrobés bitumineux à chaud [88].

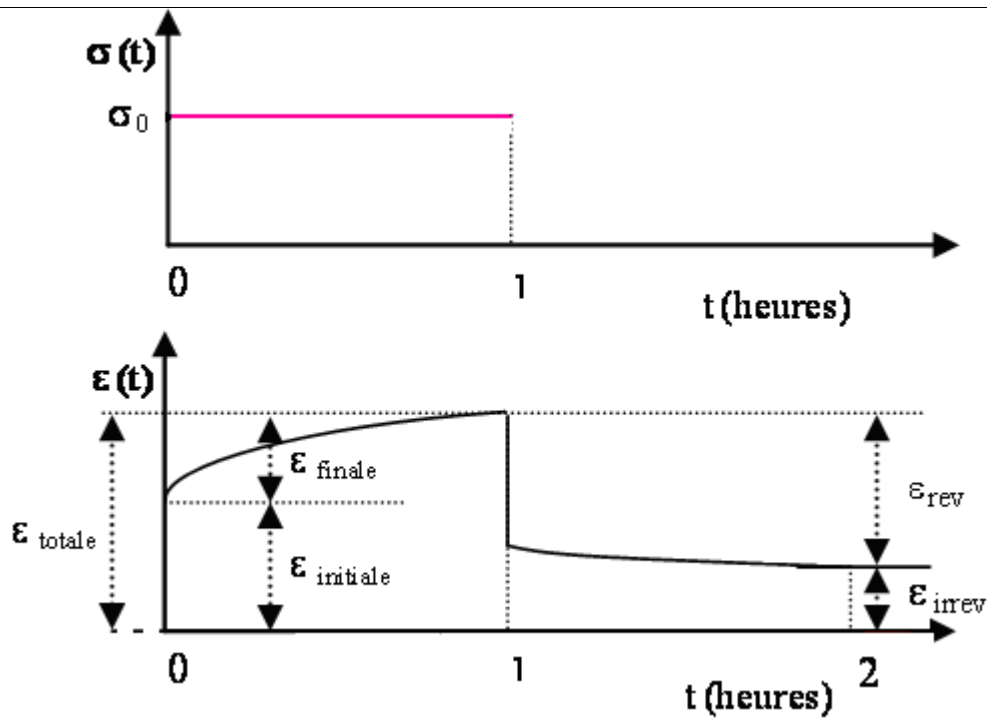
$\varepsilon(t, T)$  : La déformation axiale de l'éprouvette durant le temps de chargement

(t) en secondes et la température T en (° C)

Cette déformation est donnée par l'expression ci après :

$$\varepsilon(t, T) = \frac{\Delta h}{h_0} \times 1000 \quad [\%]$$

$h_0$  : hauteur initiale de l'éprouvette.



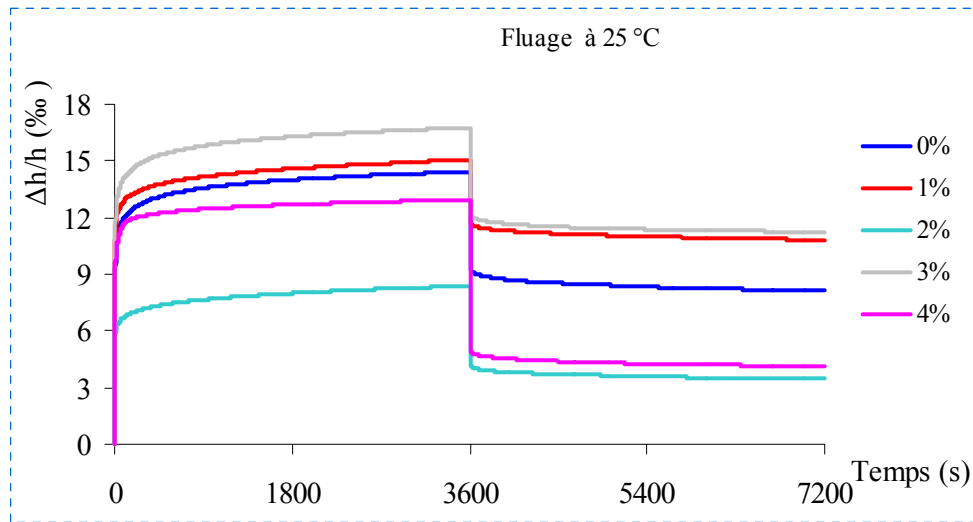
**Fig 11.7** Essai de fluage Statique, contrainte de compression appliquée et la repense de la déformation enregistré durant le temps de chargement et déchargement.

- $\sigma_0$  : Contrainte de compression appliquée
- $\varepsilon_{\text{total}}$  : Déformation totale enregistrée après une heure de chargement.
- $\varepsilon_{\text{initial}}$  : Déformation initiale enregistrée après 15 secondes de chargement.
- $\varepsilon_{\text{final}}$  : Déformation finale complémentaire.
- $\varepsilon_{\text{irrev}}$  : Déformation irréversible ou complémentaire.
- $\varepsilon_{\text{révers}}$  : Déformation réversible

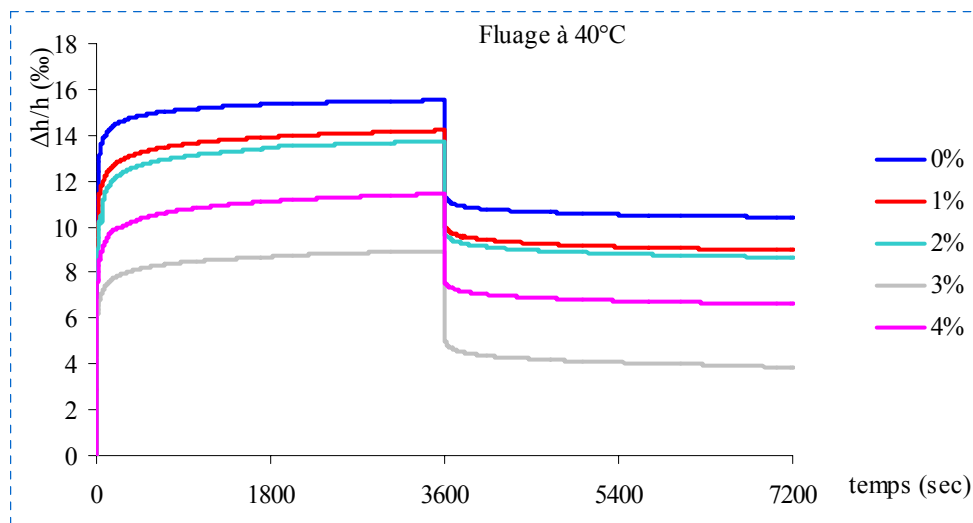
### XI-2.3 Résultats de l'essai de fluage statique : Analyse et interprétation

#### IX-2.3.1 Influence de la température

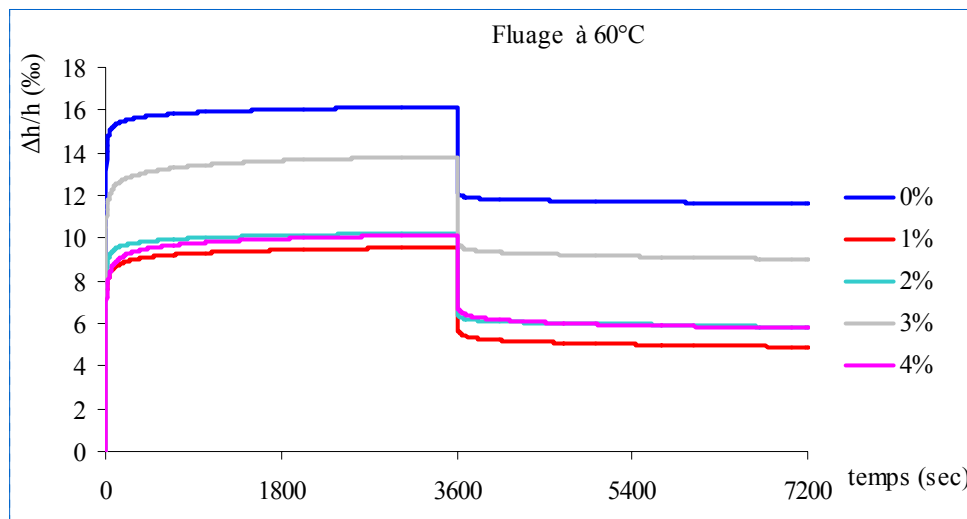
Les figures 11.8, à 11.10 montrent l'allure des courbes de déformation fluage-recouvrance en fonction de la température pour différents teneurs en NBR, respectivement au température 25, 40 et 60 °C et pour une contrainte constante définie précédemment.



**Fig 11.8** : Fluage statique à 25 °C des enrobés à base du bitume pur et les liants modifiés.



**Fig 11.9** Fluage statique à 40 °C des enrobés à base du bitume pur et les liants modifiés.



**Fig 11.10** Fluage statique à 60 °C des enrobés à base du bitume pur et les liants modifiés

Les déformations permanentes (irréversibles) existent pour tous les essais.

L'élasticité intervient dans les régimes transitoires par des variations instantanées de la déformation.

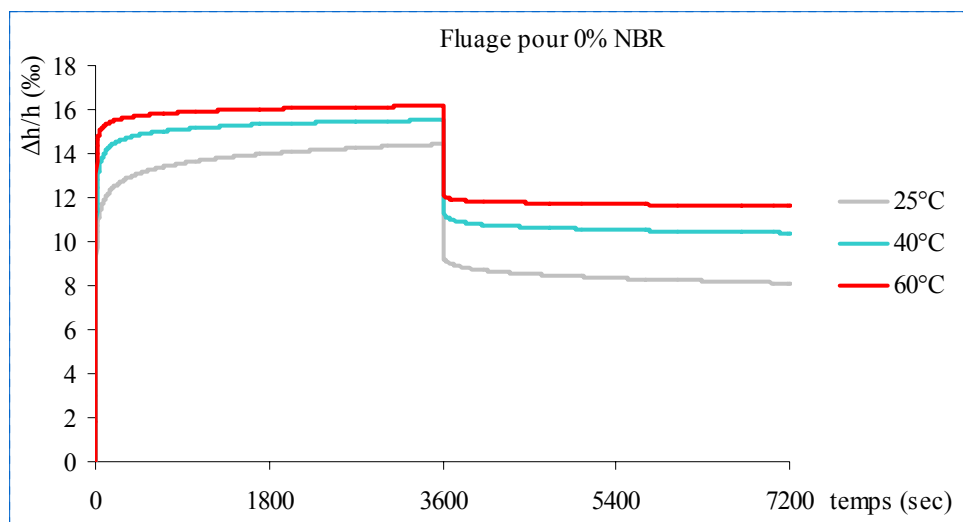
D'après les courbes des figures 11.8, 11.9 et 11.10, nous constatons :

- Les bétons bitumineux à base de bitume pur donnent des déformations les plus élevés aux températures 40 et 60 °C, ce qui confirme l'influence du polymère aux températures extrêmes.
- les liants modifiés à 3% de NBR présentent des déformations plus grandes que le bitume pur à 25 °C (figure 11.8), et des déformations maximales (courbe supérieure) au courbes des liants modifiés par (1, 2 et 4 % NBR) à 60 °C. Ce qui nous permet de lier ce comportement à la pénétrabilité élevée remarquée au chapitre susceptibilité (figures 3.26, 3.27) pour les deux granulométries les liants modifiés à 3% de NBR sont les plus susceptibles.
- Les déformations des bétons bitumineux modifiés à 4 % de NBR occupent une place intermédiaire dans les trois cas de températures. la courbe de déformation est supérieure uniquement a la courbe de : (2 % NBR pour 25 °C), (3 % NBR pour 40 °C) et (1 % NBR pour 60 °C).

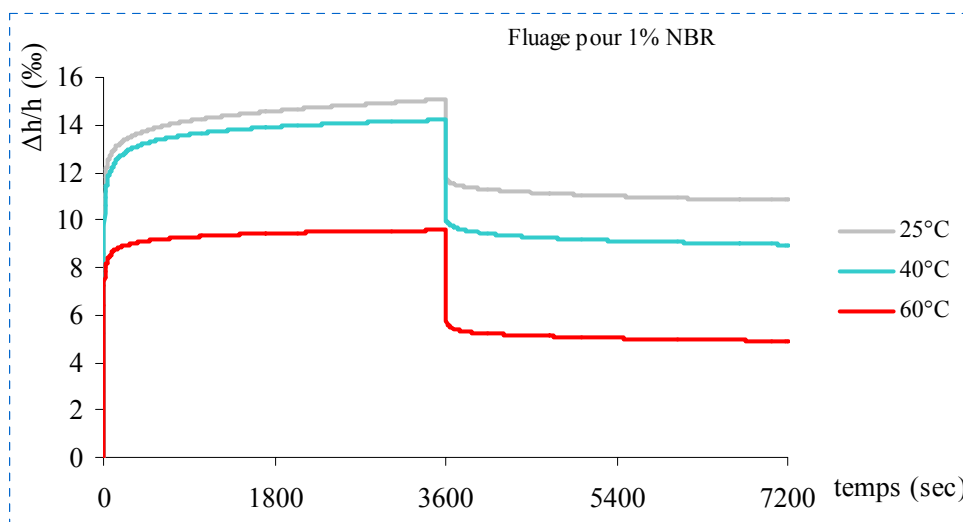
**Conclusion :** D'après les résultats obtenus des essais de fluage statique des enrobés bitumineux ordinaires et modifiés. Nous remarquons que pour l'enrobé ordinaire le comportement change avec la température ce n'est pas le cas pour le comportement des enrobés modifiés.

### XI-2.3.2 influence de la teneur en NBR

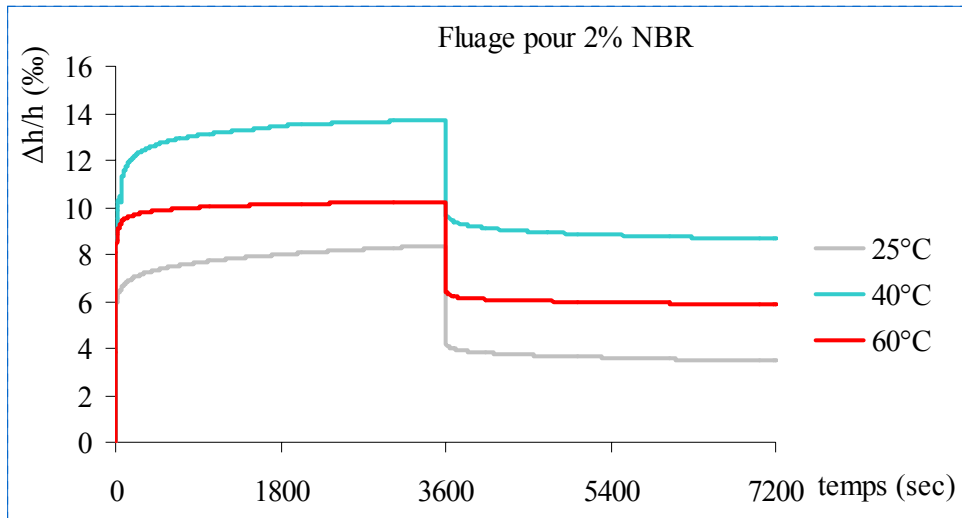
Les figures 11.11, à 11.15 montrent les courbes de déformation en fonction de la teneur en NBR. Des enrobé ordinaire (figure 11.11) et 1, 2, 3 et 4 % de NBR aux températures 25, 40 et 60 °C respectivement dans, figure 11.12, à 11.15.



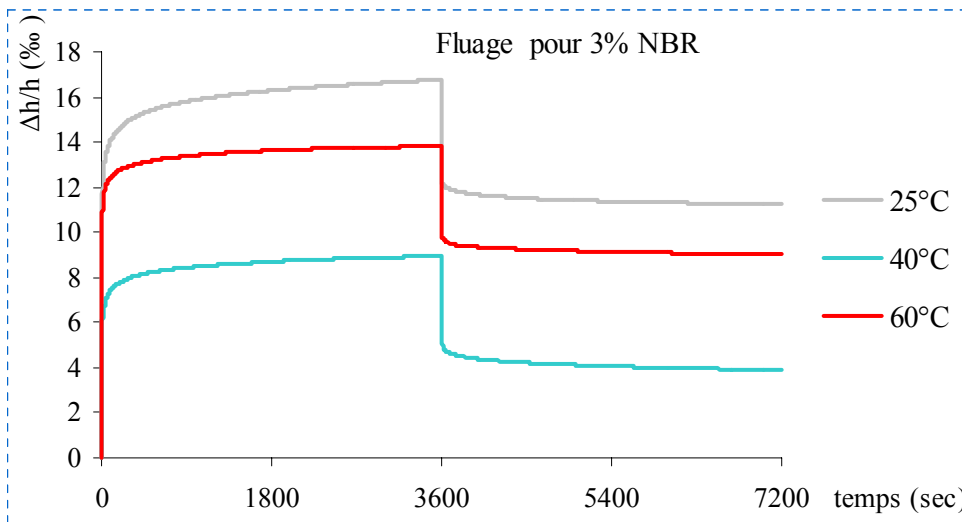
**Fig 11.11** fluage statique des enrobés à base du bitume pur aux températures 25,40et 60°C



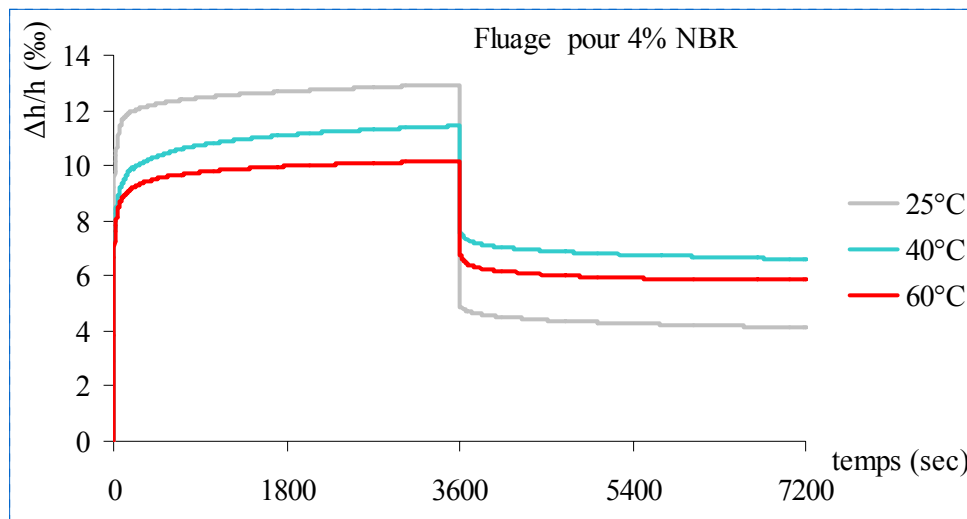
**Fig 11.12** Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 1% NBR aux températures 25.40et 60°C .



**Fig 11.13** Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 2% NBR aux températures 25,40 et 60°C .



**Fig 11.14** Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 3% NBR aux températures 25,40 et 60 °C .



**Fig 11.15** Fluage statique des enrobés à base des liants modifiés à 4 % NBR aux températures 25.40 et 60 °C.

- **Analyse des résultats**

D'après les résultats obtenus et représentés par les figures 11.12 à 11.15, nous constatons :

- plus la température augmente plus les déformations sont élevées pour l'enrobé à base de bitume pur. Les déformations présentent une faible variation entre les températures de 40 et 60 °C et de faibles déformations élastiques instantanées à 60°C pour l'enrobé ordinaire..
- les déformations diminuent avec l'augmentation de la température pour l'enrobé à base de liant modifié à 1 % de NBR. Les déformations présentent une faible variation entre les températures de 25 et 40 °C et de faibles déformations élastiques instantanées à 25 °C.
- Pour l'enrobé modifié à 2 % de NBR, les courbes de déformations à 25 et 60 °C, sont proches et faibles en comparaison à la courbe de déformations à 40°C.
- Pour l'enrobé modifié à base de 3 % NBR, les déformations à 25 et 60 °C, sont voisine est supérieures par rapport à la courbe de déformations à 40 °C.
- L'enrobé modifié à base de 4 % de NBR, présente des déformations totales qui diminuent avec la température. Ce béton bitumineux modifié présente lors de l'essai de fluage des déformations élastiques instantanées importantes à 25 °C ce qui donne de faibles déformations finales.

Le tableau 11.4 donne les déformations réversibles, irréversibles, initiales et totales pour chaque teneur et chaque température.

**Tableau 11.4** les déformations réversibles, irréversibles et initiales en fonction du %NBR

		$\varepsilon$ -NBR				
		0%	1%	2%	3%	4%
25°C	$\varepsilon_{rev}$ ‰	6,30	4,25	4,89	5,52	<b>8,79</b>
	$\varepsilon_{irr}$ ‰	8,12	10,821	3,47	11,23	<b>4,12</b>
	$\varepsilon_{init}$ ‰	10,00	11,46	5,95	12,31	<b>9,82</b>
	$\varepsilon_{tot}$ ‰	14,42	15,08	8,37	16,76	<b>12,92</b>
40°C	$\varepsilon_{rev}$ ‰	5,11	5,24	5,05	5,08	<b>4,83</b>
	$\varepsilon_{irr}$ ‰	10,40	8,96	8,66	3,86	<b>6,61</b>
	$\varepsilon_{init}$ ‰	11,76	10,62	9,51	6,18	<b>7,73</b>
	$\varepsilon_{tot}$ ‰	15,51	14,21	13,71	8,95	<b>11,44</b>
60°C	$\varepsilon_{rev}$ ‰	4,56	4,65	4,40	4,78	<b>4,32</b>
	$\varepsilon_{irr}$ ‰	11,59	4,90	5,83	9,03	<b>5,84</b>
	$\varepsilon_{init}$ ‰	14,02	7,56	8,58	11,06	<b>7,26</b>
	$\varepsilon_{tot}$ ‰	<b>16,15</b>	<b>9,56</b>	<b>10,23</b>	<b>13,81</b>	<b>10,16</b>

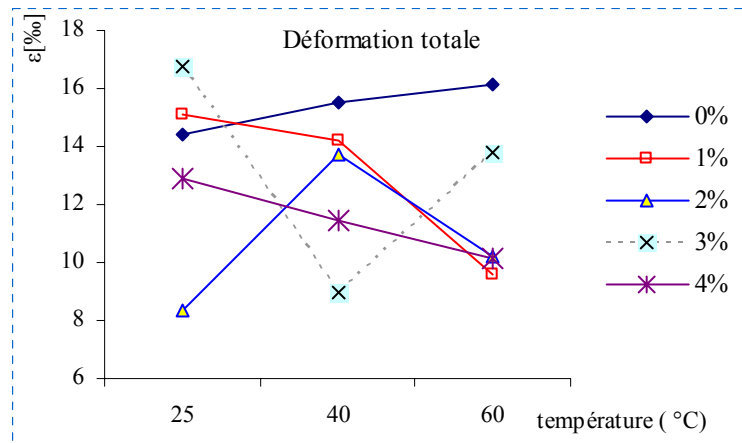
### XI-2.3.3 Influence de la température sur les déformations

Les résultats obtenus à partir des essais de fluage statique en compression simple nous ont permis d'évaluer les caractéristiques rhéologiques des mélanges étudiés.

#### a) Déformations totales

Les déformations totales des bétons bitumineux sont enregistrées après une heure de chargement aux différentes températures et teneurs en NBR.

Les déformations totales en fonction de température de l'essai, pour chaque teneur sont illustrées dans la figure 11.16.



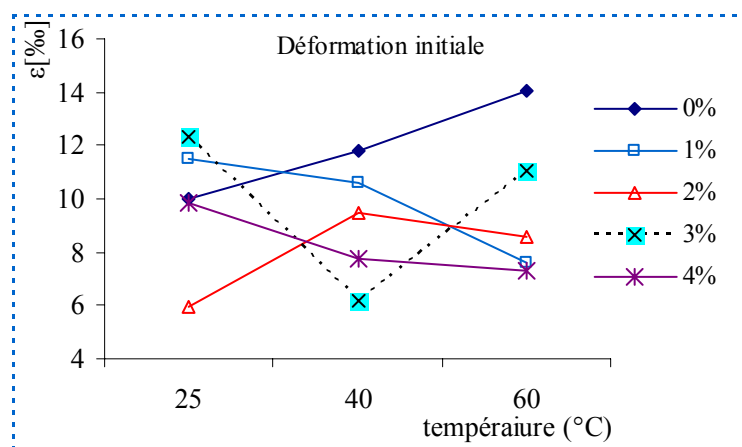
**Fig 11.16** Variation des déformations totales des enrobés modifiés

On remarque que

- les déformations totales augmente avec la température pour les enrobés bitumineux à base de bitume pur.
- pour les enrobés modifiés à base de 1 et 4 % de NBR, les déformations totales diminuent avec la température.
- Le béton bitumineux à base de liant modifié à 3 % de NBR, les déformations totales diminuées puis augmentent avec l'augmentation de température (allure concave) le cas contraire pour l'enrobé modifié à base de 2 % de NBR (allure convexe)

**b) Déformations initiales**

Nous présentons sur la figure 11.17 les déformations initiales pour chaque teneur en NBR en fonction de la température



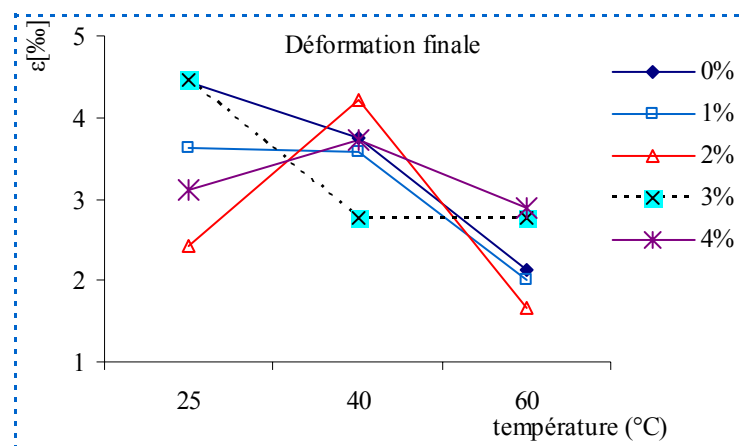
**Fig 11.17** Variation des déformations initiales des enrobés modifiés

De la même façon on tire de la figure 11.17, les déformations initiales en fonction de la température que :

- les déformations initiales augmentent avec la température pour les enrobés bitumineux à base de bitume pur.
- Pour l'enrobé modifié à 1 et 4 % de NBR, les déformation initiales diminuent avec la température.
- Les déformations initiales pour les enrobés modifiés à 3 % de NBR passe par un minimum pour 40 °C.

### c) Déformations finales

Nous présentons sur la figure 11.18 ci-dessous l'influence de la température sur les déformations finales, pour chaque teneur en NBR.



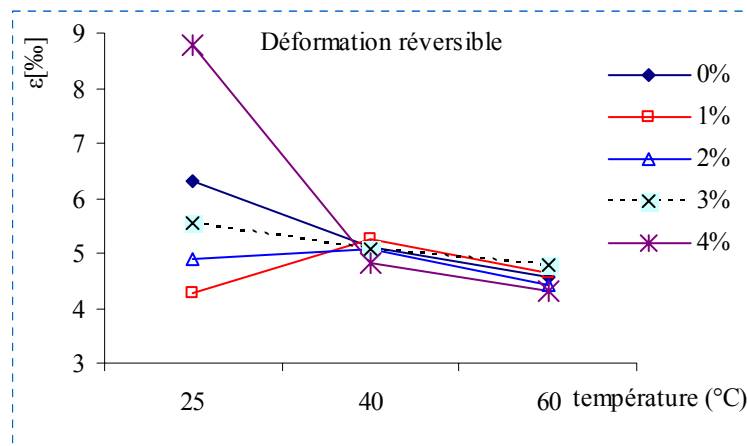
**Fig 11.18** Variation des déformations finales des enrobés modifiés

Nous constatons à partir de la figure 11.18 que :

- L'enrobé à base de bitume pur présente globalement des déformations finales maximales par rapport aux enrobés modifiés.
- L'enrobé bitumineux à base de 2 % NBR présente deux cas extrêmes, Les déformations finales sont maximales à 40 °C et minimales à 25 et 60 °C.

**d) Déformations réversibles**

La figure 11.19 montre les déformations réversibles en fonction de la température.



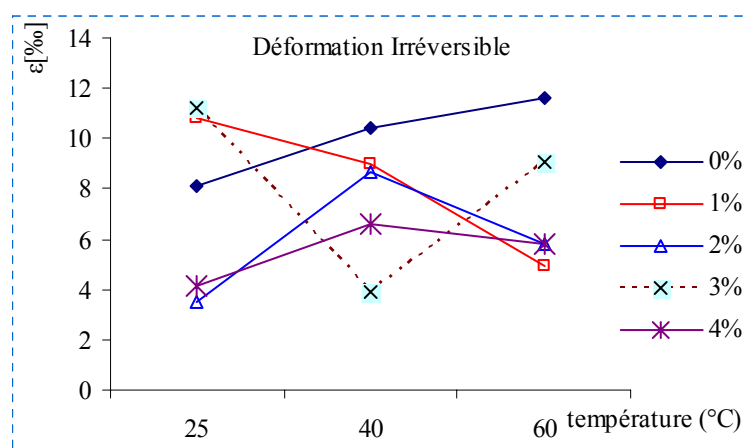
**Fig 11.19** Variation des déformations réversibles des enrobés modifiés

Nous remarquons à partir des graphes de la figure 11.19 :

- Les déformations élastiques sont importantes pour l'enrobé modifié à base de 4 % de NBR. à 25 °C
- Pour les enrobés ordinaire ou modifiés dans l'intervalle de 40 °C à 60 °C, les déformations réversibles sont voisine et diminuent avec la température.

**e) Déformations irréversibles**

Nous présentons sur la figure 11.20, l'influence de la température sur les déformations irréversibles, pour chaque teneur en NBR.



**Fig 11.20** Variation des déformations irréversibles des enrobés modifiés

Pour les déformations irréversibles (figure 11.20) nous constatons que:

- Les déformations permanentes augmentent avec la température pour les enrobés ordinaires.

- Les déformations irréversibles diminuent avec l'augmentation de la température pour les enrobés modifiés à base de 1 % de NBR.

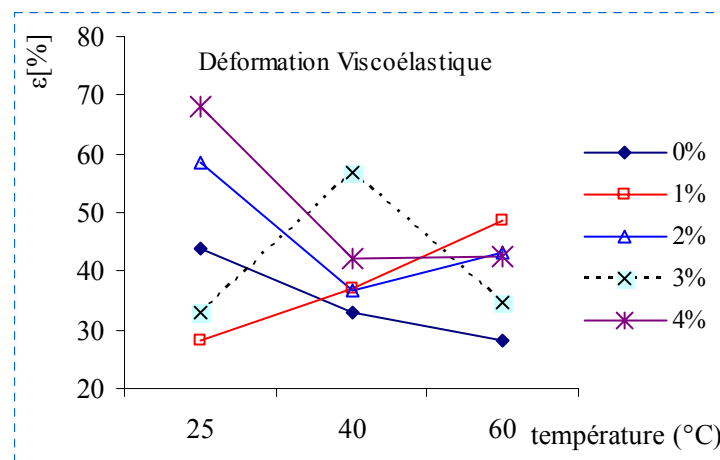
### f) Recouvrement viscoélastique

Nous présentons (tableau 11.5) les résultats obtenus pour le recouvrement viscoélastique.

**Tableau 11.5** Taux de variation des déformations réversible aux déformations totales

Recouvrement Viscoélastique $\frac{\text{déformation réversible}}{\text{déformation totale}}\%$	Teneur NBR	Température °C		
		25	40	60
	0%	43,71	32,95	28,24
	1%	28,23	36,91	48,65
	2%	58,47	36,86	43,05
	3%	32,96	56,82	34,64
	4%	68,06	42,20	42,52

La figure 11.21 illustre les résultats du rapport déformation réversible à la déformation totale RVE.



**Fig 11.21** Variation du recouvrement viscoélastique des enrobés pur et modifiés.

De la figure ci-dessus nous constatons que:

- Les valeurs maximales du recouvrement viscoélastique s'obtiennent pour une teneur de 2 et 4 % de NBR à la température de 25 °C.
- Plus la température augmente plus la valeur du recouvrement augmente pour l'enrobé à base de 1 % NBR.

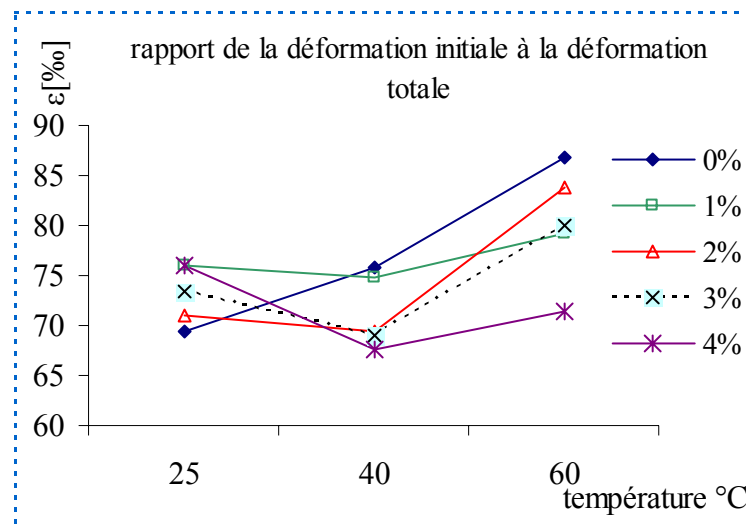
- La partie réversible des enrobés est améliorée par rapport au bitume de base quelque soit la teneur en NBR pour les températures 40 et 60 °C.

**g) Rapport de la déformation initiale à la déformation totale**

Les résultats du calcul du rapport de la déformation initiale à la déformation totale sont donnés dans le tableau 11.6, est présenté sous forme de graphe en la figure 11.22.

**Tableau 11.6** Variation des déformations initiales rapportées aux déformations totales en fonction de la température et la teneur en NBR

Rapport de la déformation initiale à la déformation totale			
Température °C	25	40	60
0%	69,32	75,82	86,80
1%	76,02	74,77	79,13
2%	71,07	69,34	83,81
3%	73,43	69,04	80,04
4%	76,01	67,54	71,47



**Fig 11.22** Variation du rapport de déformation initiale à la déformation totale

On remarque :

- A 40 °C, plus la teneur en NBR augmente plus le rapport de la déformation initiale à la déformation totale diminue.
- A 60 °C, les rapports de la déformation initiale à la déformation totale des enrobés modifiés sont inférieurs au rapport de l'enrobé pur.

- 。 Pour les trois cas de températures, le rapport de la déformation initiale à la déformation totale est minimum à 40 °C pour les enrobés modifiés à 2, 3 et 4 % de NBR..

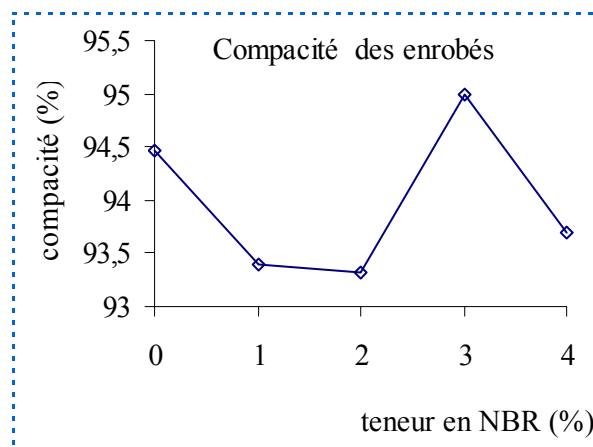
Le tableau 11.6 montre que plus de 65 % de la déformation de fluage est atteinte dans la phase initiale (quelle que soit la température.)

#### XI-2.3.4 Influence de la teneur en NBR sur la compacité

Le tableau 11.7 résume la compacité des enrobés en fonction de la teneur en NBR .et représenté par la figure 11.23.

**Tableau 11.7** Variation de la compacité en fonction de la teneur en NBR

Température °C	Compacité %
0%	94,46
1%	93,39
2%	93,31
3%	94,98
4%	93,69



**Fig 11.23** Variation de la compacité des enrobés modifiée en fonction de la teneur en polymère NBR

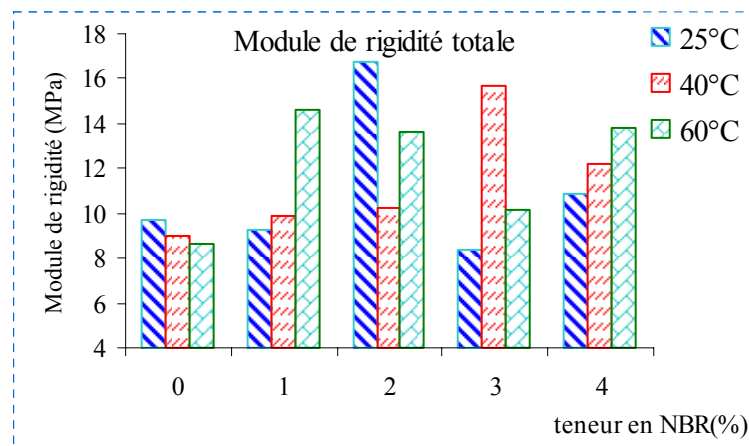
La modification n'a pas apporté d'amélioration sur la compacité des enrobés modifiés, sauf l'enrobé à 3 % de NBR.

### XI-2.3.5 Influence de la température et de la teneur en polymère sur les modules de la Rigidité des liants modifiés.

#### a) Le module de rigidité totale.

On définit le module  $|Rigidité_{initiale}| = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_{totale} (1 \text{ heure})} \text{ MPa}$

La figure 11.24 montre le module de rigidité total en fonction de teneur en NBR.



**Fig 11.24** Variation du module de rigidité totale en fonction de la température et de la teneur en NBR

On remarque à partir des histogrammes de la figure 11.24 que :

Plus la température augmente plus le module de rigidité totale diminue dans le cas d'un enrobé ordinaire.

A 25 °C, le mélange à 2 % de NBR présente le plus grand module de rigidité totale.

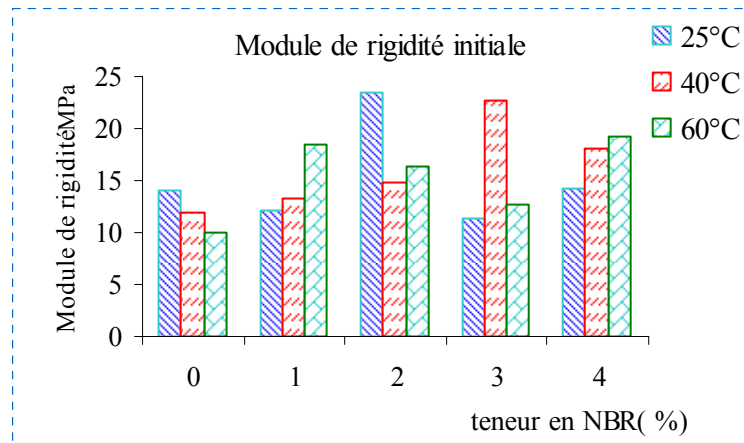
A 40 °C, le module de rigidité totale le plus élevé est obtenu par le mélange à 3 % NBR.

A 60 °C, c'est le mélange à 1 % de NBR qui donne le plus grand module de rigidité totale.

#### b) Le module de rigidité initiale

$|Rigidité_{initiale}| = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_{initiale} (15 \text{ secondes})} \text{ MPa}$

La figure 11.25 montre le module de rigidité initial en fonction de teneur en NBR.



**Fig 11.25** Variation du module de rigidité Initiale en fonction de la température et de la teneur en NBR

On remarque que :

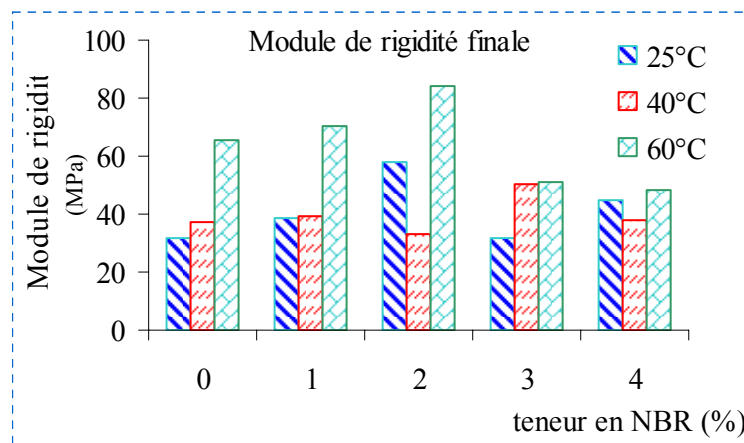
A 25 °C, le module de rigidité initiale le plus élevé est obtenu par le mélange à 2 % NBR.

A 40 °C, le mélange à 3 % de NBR présente le module de rigidité initiale le plus grand.

A 60 °C, c'est le mélange à 1 % de NBR qui donne le plus grand module de rigidité initiale.

**c) Le module de rigidité finale.**

Nous présentons sur la figure 11.26 l'influence de la teneur en NBR sur le module de rigidité finale.



**Fig 11.26** Variation du module de rigidité finale en fonction de la température et de la teneur en NBR

Des résultats de la figure 11.26, on remarque que :

- Les mélanges à 2 % NBR, présentent les plus grands module de rigidité finale à 25 et 60 °C.
- A 40°C, le mélange à 3 % de NBR donne le module de plus la teneur est grande plus le module diminue. Un module de rigidité initiale amélioré
- A 60°C plus la teneur en modifiant augmente plus le module de rigidité final diminue ce qui veut dire un comportement fragile.

**En résumé**, les enrobés modifiés à 3 % de NBR présente de bonne résistance à 40 °C.

A 25 et 60 ° C c'est l'enrobé modifié à 2 % NBR qui présente de bonnes caractéristiques.

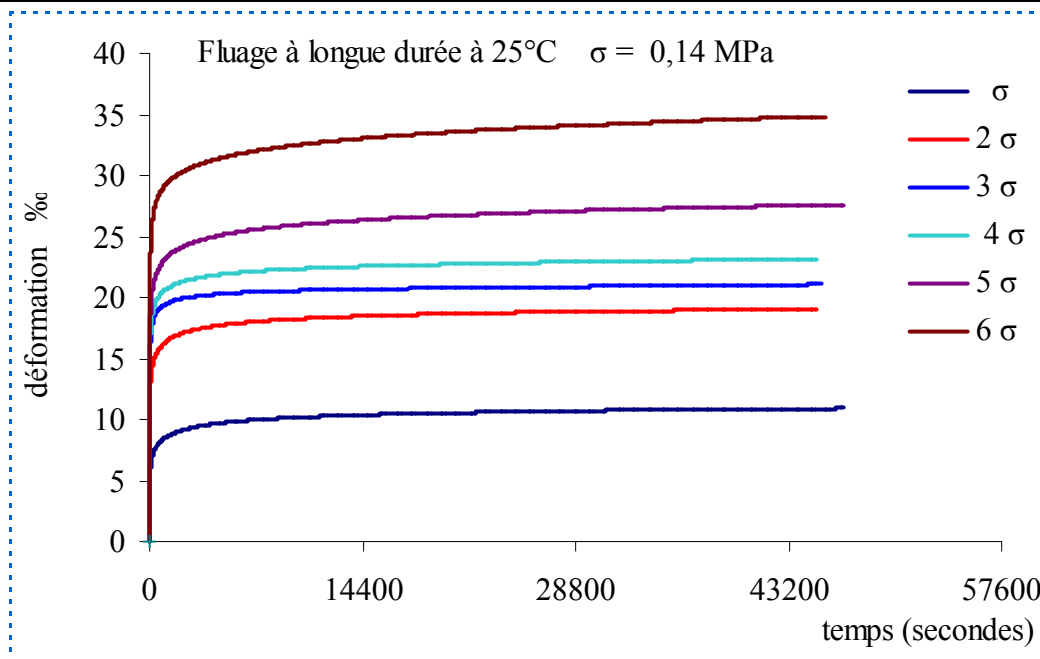
La compacité des enrobés modifiés diminuées par rapport au bétons bitumineux ordinaire sauf le cas de liant modifié à 3 % NBR son enrobé acquis une forte compacité.

### **Influence du chargement**

Afin de suivre l'évolution de la déformation de fluage sous l'action prolongée du chargements, nous avons soumis les éprouvettes de type Marshall à l'action de différent chargements durant environs 12 heures à la température ambiante (25 °C).les contraintes appliqués sont des multiples de  $\sigma = 0.14$  MPa.

**Tableau 11.8** contraintes appliquées.

	1 $\sigma$	2 $\sigma$	3 $\sigma$	4 $\sigma$	5 $\sigma$	6 $\sigma$
Contrainte (MPa)	0.14	0.28	0.42	0.56	0.70	0.84

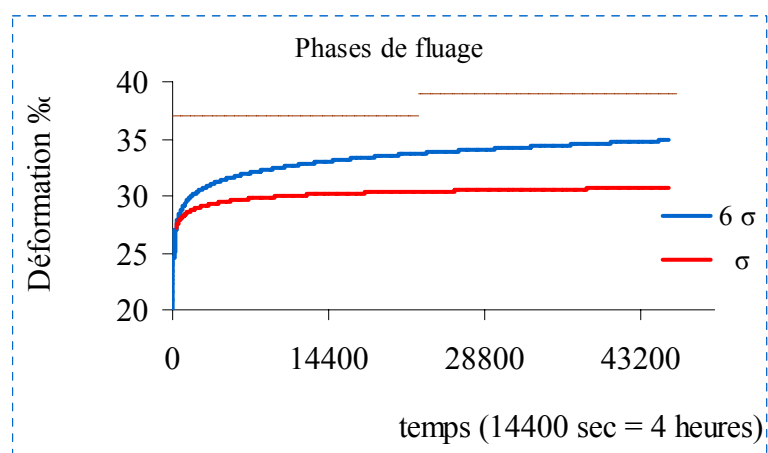


**Fig 11.27** influence de la charge et de la durée d'application.

On remarque que la déformation augmente avec la contrainte, sans pour autant dépasser le stade de la phase secondaire de fluage. Donc, à la température ambiante (voisine de 25 °C), il faudra plus de 0.84 MPa et bien plus de temps d'application de la charge pour avoir les trois phases dans la courbe de fluage.

La figure 11.28 montre que :

A partir de la superposition des courbes de fluage, La vitesse de déformation pour la contrainte ( $6\sigma$ ) est importante, ce qui nous laisse qu'à partir de  $6\sigma$  et pour des temps plus long les courbes vont tendre vers la phase tertiaire du fluage.



**Fig 11.28** Phases de déformation en fonction de la contrainte

*Conclusion  
Générale*

## CONCLUSION GENERALE

Devant l'accroissement successif du trafic routier, la chaussée routière nécessite une amélioration constante de ces performances, lesquelles dépendent des matériaux utilisés lors de la formulation des enrobés bitumineux.

L'enrobé bitumineux dans sa configuration traditionnelle n'assure plus un bon fonctionnement des chaussées (apparition de plus en plus de fissures thermiques, d'ornières du à la canalisation des poids lourds etc). Des études ont montré qu'en incorporant des polymères (déchets industriels) comme modifiant du liant ou comme additif, une amélioration sensible des performances de chaussées est perceptibles.

Nous avons dans, ce mémoire étudié l'influence d'un déchet industriel provenant de la société SAEL, sur les caractéristiques des liants modifiés et des enrobés bitumineux.

Le polymère Acrylo-nitrile Butadiène Rubber) NBR a été utilisé comme modifiant du liant à différentes teneurs.

Ce travail a été mené au laboratoire de routes et aéroports de la faculté de Génie Civil de l'USTHB. Une importante campagne expérimentale a été effectuée, elle comportait trois phases la modification du bitume, la confection des éprouvettes et la réalisation des essais de fluage.

Deux sortes de variables d'essais ont été distinguées : les variables de formulation (bitume, teneur en NBR, granulométrie du NBR, etc) et les variables de sollicitation (température, contrainte)

Dans cette conclusion générale nous allons résumer les points importants et exposer les perspectives essentielles.

Une synthèse bibliographique a été présentée dans la première partie de ce mémoire. D'une part elle nous a permis d'approcher le comportement rhéologique des matériaux. D'autre part elle a montré l'existence d'une panoplie de méthodes pour l'étude et l'utilisation des déchets industriels dans les enrobés bitumineux, et la mise en évidence de l'importance des phénomènes visqueux et de la température sur le comportement de ces matériaux. Les polymères ont une influence considérable sur le comportement des

bitumes et des enrobés bitumineux. Les caractéristiques mécaniques des enrobés dépendent sensiblement des variables d'essai (variables de formulation et de sollicitation)

La campagne expérimentale a été scindée en trois parties : la modification de bitume, la confection des éprouvettes d'enrobés et la réalisation des essais de fluage.

Pour ce qui est de la modification du liant, nous avons utilisé un appareillage de modification déjà opérationnel au laboratoire de route et aérodromes. En ce qui concerne la confection d'éprouvettes, le matériel destiné à la confection des éprouvettes Marshall a été utilisé. En fin pour l'essai de fluage statique nous l'avons réalisé avec un appareillage simple basé sur le dispositif œdométrique régulé en température et conçu au laboratoire de route aérodromes pour la mesure des déformations axiales et l'application de chargement. La régulation en température est relativement rapide (de 15 à 30 minutes selon la température)

Dans la formulation du liant modifié, nous avons suivi l'évolution de ces performances en fonction de la granulométrie et de la teneur en NBR de consistance du bitume. A la suite de l'analyse des résultats, il est confirmé que le bitume de base influe sur les propriétés des liants modifiés. Le classement des bitumes en fonction de leurs pénétrabilités ne donne pas obligatoirement les mêmes résultats lors de la modification (particulièrement pour les bitumes de même classe). Les résultats montrent que :

- la consistance du bitume influe sur les résultats, les caractéristiques des liants modifiés à base de bitume « A » de pénétrabilité 39 1/10mm présentent de meilleures performances que celles à base du bitume « B » de pénétrabilité 47 1/10mm (susceptibilité, ductilité, point de flamme et point d'éclair).
- la granulométrie du NBR, influe sur les performances du liant modifié. La granulométrie fine améliore des caractéristiques du mélange (susceptibilité, ductilité)
- de l'ensemble des résultats, il est à noter que la teneur de 4 % en NBR, conduit à des performances moins intéressantes propriétés physiques. Ce qui nous permet de limiter la variation de la teneur à 3 % pour cette classe étudiée.

Dans la confection des éprouvettes, nous avons utilisé la granulométrie fine et le bitume B. En général la modification permet une amélioration des propriétés des liants ainsi que leurs enrobés. Comme il y a toujours un seuil à tous les phénomènes l'excès du modifiant mène à un comportement fragile, ce qui est le cas par 4 % de NBR.

Une diminution de la compacité pour les liants à base de 1, 2 et 4 % de NBR est constatée par rapport à l'enrobé traditionnel. La compacité est maximale pour l'enrobé à base de 3 % NBR (95 % représente un gain de 3%).

En fin les essais de fluage réalisés sur des enrobés bitumineux aux différents teneurs en NBR comme modifiant dans le liant, ont montré que :

Les bétons bitumineux modifié à 2 % de NBR présentent de meilleures performances au niveau de la résistance à l'essai de fluage pour les températures de 25 et 60°C.

Les bétons bitumineux modifiés à 3 % NBR présente une bonne résistance au fluage pour la température de 40°C et ce qui se traduira en pratique par donne une épaisseur économique (plus faible) pour les couches de chaussées routières

En perspective, il serait souhaitable d'associer au NBR un autre composé pour améliorer encore le comportement du mélange bitumineux. Etudier l'influence du temps de malaxage et la vitesse de malaxage et évidemment la fatigue et le module complexe de ces mélanges.

Au vue des résultats obtenus l'adjonction de polymère NBR au liant améliore les performance des bétons bitumineux, et que les caractéristique de ces derniers dépendent des caractéristiques des bitumes de base en comparaison avec les résultats des travaux de docteur déjà réalisés dans ce domaine.



*Références*  
*Bibliographiques*

## Références Bibliographiques

---

### Références Bibliographiques

- [1]Yen. T.F., (1981). "Structural differences between asphaltenes isolated from petroleum And from coal liquid", Chemistry of asphaltenes, advances in chemistry Series 195, 1981,pp.39-51.
- [2]Jean, F., Corté, H. Di Benedetto « matériaux routiers bitumineux, constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges, ISBN 2-7462-0960-8 ,Lavoisier 2005.
- [3]Béranger. J., Rivoire, J., Samanos, J., Vaniscote, J.C., (1989). "Liants modifiés", Revue générale des routes et aérodromes, 66 1, pp.69-80
- [4]Kumari. D. Chollar, B.H., Zenewitz, J.A., Boone, J.G.(1990). "Chemical modification of asphalts", Proceedings symposium on chemistry and characterization of asphalts, pp.53 1-540.
- [5]Yves. Mouton., matériaux organique pour le génie civil,approche physico-chimique,ISBN 2-7462-0757-5.Lavoisier 2003
- [6]William. E. J., Nomenclature and terms, bituminous Materials –Asphalt, tars and Piches, Ed Arnold J Hoiberg, interscience Publishers , New York 1964 Vol 1 pp1-24
- [7]Bestougef. M. H., chemical composition and structure of asphaltènes, their importance among natural organic compounds, Bulletin de la Société Chimique de France 1967vol 12pp 4773-47782.
- [8]Rouse. P.E. Jr., (1953). "theory of the linear viscoelastic properties of dilute solutions of coiling polymers", J.Chem. Phys. 2 1, pp. 1 272- 1 280.
- [9]Williams. M.L., Landel, R.F., Ferry, J.D., (1955). "The temperature dependance of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass forming liquids ",J.Amer. Chem. Soc., 77, pp. 370 1-3707
- [10]Kolbanovskaja. A.S., Mikhajlov. V.V., Sotnikova V.N.,(1963). Automob Dorogi, URSS, 2, 16.
- [11]Ferry, J.D., Viscoelastic properties of polymers, New York, John Wiley and Sons,(1961).
- [12]Jongepier. R. Kuilman., B.(1 969). "Characteristics of the rheology of bitumens", proceedings of the association of asphalt paving technologist, 3 8,pp.98- 122.
- [13]Christensen. D.W., Anderson, D.A., (1992), "Interpretation of dynamic mechanical test data for paving grade asphalt cements", Proceedings of the association of asphalt paving technologists, 6 1, pp.67-98.
- [14]Saal. R.N.J., Baas.P.W., Heuklom.W., 41946 ' les structures colloïdale des bitumes asphaltiques' ,J Chim Physic,43 pp 235-262.
- [15]Brule. B., liant modifiée par les polymères pour les enduits et enrobés spéciaux » rapport des laboratoires PC6 Fév1986 p8.

## Références Bibliographiques

---

- [16]Roffey. R., Hjalmarsson. K., Norqvist. A., Microbial dégradation of bitumen used for encapsulating radioactive waste lieu Finlande, Final FOA Report C 40238-4-9 1987,87p
- [17]Association Internationale de la route (AIPCR), "Use of modified bituminous binders, special bitumens and bitumens with additives in road pavements",LCPC Ed.,Paris, 1999.
- [18]Chaala A., Roy C. And Aït-Kadi A., "rheological properties of asphalt modified with pyrolyhc carbon black" , Submitted to FUEL (1995).
- [19]Hoiberg. A.J., (Eds). Bituminous materials : Asphalts, Tars and Pitches, Vol. 1. New Jersey Interscience publishers, 1964, 432 p.
- [20]Gaéstel C , Smadja R ,Lamminan K.A. Contribution à la connaissance des propriétés des bitumes routiers, Revue Générales des Routes et Aérodrômes 1971 Vol 466 pp85-94.
- [21]Dron R Bestougef M A Voinovitch I A rapport de recherche LCPC Mars 1978 N° 75
- [22]Ramond G., Such, C., "Bitumes et bitumes modifiés. Relations structures, propriétés, composition". Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées –168 – Réf. 3485 - juillet août 1990, pp 23-44.
- [23]Liang. Z., Smith. J. W.,Woodhas. R .T., Brevet d'invention World patent Application stabilized bitumen composition 1994.
- [24]Brion Y et Brule « étude des mélanges bitumes-polymères : composition structure propriétés » rapports des laboratoires juillet1986
- [25]Rostler. F.S., White. R.M., and Dannember E. M., "Carbon black as a Reinforcing agent for asphalt" ( 1977). AAPT, vol.46, pp 376-40 1.
- [26]Desmazes.C et al .A. , protocol for reliable measurement of zero shear –viscosity in order to evaluate anti-rutting performance of binders in2000 Eurasphalt .Eurobitume Congress 2000 Barcelona.
- [27]Bahia H.U., (1994). "The use of crumb rubber and carbon black for modification Of paving-grade asphalt binders". Carbon black world 94, Houston, Texas, 12.
- [28]Airola. C., Bonnvie –Sveendsen . M., Brodersen. K., Forsstrom. H.,Wingefors. S. (Nordic Liaison Comittee for Atomic Energy). Longterm properties of bituminized waste products. Edited by M. Snellman et M.Valkiainen. Espoo : Technical Research of Finland, 1985. 88 p.
- [29]Kraus. G., Rollman. K.W., "Morphology and mechanical behaviour of bitumen modified with SB block polymers" into rubber conference , numburg,germany,sept1980,
- [30]Dony. A., liants bitumes polymers de la fabrication à la mise en oeuvre en enrobes influence de la nature du bitume sur leurs propriétés mécaniques leur micromorphologie et leur stabilité thermiques Lab P Et Ch1991

## Références Bibliographiques

---

- [31] Durrieu. F., Dony. A., Influence de la nature du bitume sur les propriétés et la stabilité des liants bitumes polymers, bulletin liaison labo P.Ch 1990.
- [32] R. Chambard., L. Francken., J. Lessage., Stawiarsky. et C. Such., Chapitre 3 Les Liants Hydrocarbonés Matériaux Routier Description Et Propriétés Des Constituants P39 176 Ed Hermes Lavoisier 2003
- [33] Kraus. G., «Modification of asphalt by block polymers of Butadien and Styren» ACS Philadelphie Mai 1982.
- [34] Diani E Gargani L' bitumen modification with SBS thermoplastic elastomers, 4e Symposium Eurobitume Madrid 1989..
- [35] Gazeau. S., Brule. B., Caractérisation du Comportement Rhéologique et thermique de bitume –copolymères d'ethylene ,Proceeding, Congres Rilem Mechanical Tests For Bituminous Materials Lyon 1997.
- [36] Marechal. J. C., Ghaleb. M., Bonnet. D., « Vieillesse Des Revêtements d'étanchéité En Bitume Elastomères SBS » CSTB N°237 ? 1983
- [37] Mandel., sur les corps viscoélastiques à comportement linéaire compte rendu de l'Académie des sciences 241p 1920-1912 ,1955.
- [38] Duriez. M., Arrambide. J., Nouveau traité de matériaux de construction Tome III, édition Dunod, Paris 1962
- [39] Turmel. C., Dony. A., Bitumes polymères Adaptons nos tests aux Techniques d'aujourd'hui 5th Eurobitume congress Stockholm 1993 .
- [40] Desmoulin. D., Deneuillers. C., Une Nouvelle Génération d'enrobés Au Bitume Elastomère, 2<sup>nd</sup> Eurasphalt Eurobitumes Congress Barcelona 2000.
- [41] A. Kellomaki., D. Pylkkanen., Les propriétés d'adhésion des constituants d'un enrobé. Revue Bitume Actualité N°97 Oct 1993. ISSN 0406-3678
- [42] Bonnot. J., “La détermination des propriétés des matériaux en vue du dimensionnement des chaussées”. Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées, janvier - février 1973, n°63, pp.73-82.
- [43] Bonnot. J., “Essais mécaniques pratiques de formulation et de contrôle des enrobés bitumineux rapport général”. Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées, juillet-août 1984, n°132, pp.79-90.
- [44] DI. Benedetto., H., “Nouvelle approche du comportement des enrobés bitumineux : résultats expérimentaux et formulation rhéologique”, Mechanical Tests for Bituminous Mixes, Characterization, Design and Quality Control, Proceedings of the Fourth Rilem Symposium, Budapest, 1990.
- [45] M. Niefar., comportement thermomécanique des enrobés bitumineux expérimentation Et modélisation thèse de Doctorat ENTPE INSA 1997.

## Références Bibliographiques

---

- [46]Huet. C., Etude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbonés. Thèse de Docteur Ingénieur, Paris: Faculté des Sciences de l'université de Paris, 1963, 69 p.
- [47]Champion. L., Etude des comportements rhéologique et mécanique de liants routiers ou modifiés par un polymère. Thèse de Doctorat, Lyon: INSA de Lyon, 1999, 274 p.
- [48]Lee. N.K., Hesp. S.A.M., "Low-temperature fracture toughness of polyethylene-modified asphalt binders", Transportation Research Record, vol. 1436, 1994, pp 54-59.
- [49]Durand. A., Sutton. O., Morel. J., Muller. G., Investigations 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.
- [50]Doubbaneh. E., Comportement Mécanique des Enrobés Bitumineux des « Petites » aux « Grandes » Déformations. Thèse présentée devant l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1995, 217 p.
- [51]Airey. G.D., Rahimzadeh. B., Collop. A.C., "Evaluation of the linear and non-linear viscoelastic behaviour of bituminous binders and asphalt mixtures". International Symposium on Bearing Capacity of Roads, Railways and Airfields , 2002.
- [52]Airey. G.D., Rahimzadeh. B., Collop. A.C., "Viscoelastic linearity limits for bituminous materials". 6th international Rilem Symposium on Performance Testing and Evaluation of Bituminous Materials, Zurich, avril 2003
- [53]Olard. F., Etude et modélisation de comportement thermo-mécanique des enrobés bitumineux, Mémoire de recherche pour l'obtention du Diplôme d'Etudes Approfondies de Génie Civil de l'Ecole Doctorale MEGA de Lyon, juillet 2000.
- [54]Garcia-Morales. M., Partal. P., Navarro., F. J., Martinez-Boza. F., Gallegos. C., Gonzalez. N., Gonzalez O., Munoz. M. E., Viscous properties and microstructure of recycled EVA modified bitumen, FUEL ,83, 2004, pp 31-38.
- [55]DI. Benedetto., de . LA Roche, C., "State of the Art on Stiffness Modulus and Fatigue of Bituminous Mixtures". Bituminous binders and mixtures : state of the art and interlaboratory tests on mechanical behavior and mix design, E&FN Spon, Ed. L. Francken, 1998.
- [56]Soltani. M.A., Fatigue des enrobés bitumineux. Thèse de doctorat présentée devant l'Institut National des Sciences Appliquées de LYON, 1998.
- [57]Charif. K., Contribution à l'étude du comportement mécanique du béton bitumineux en petites et grandes déformations. Thèse de doctorat : Ecole Centrale Paris, janvier 1991, 277 p.
- [58]Francken. L., Vanelstraete. A., "Relation between mix stiffness and binder complex modulus", The Rheology of Bituminous Binders, Eurobitume Workshop, 1995.

## Références Bibliographiques

---

- [59]Ugé. P., Gest. G., Gravois. A., “Nouvelle méthode de calcul du module complexe des mélanges bitumineux”, Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées,
- [60]Zeng. M., Bahia. H.U., Zhai. H., Anderson. M.R., Turner. P., “Rheological modeling of modified asphalt binders and mixtures”, Annual Meeting of the Association of Asphalt paving Technologists, 2001.
- [61]Witczak. M.W., Andrei. D., Mirza. W., “Development of Revised Predictive Model for the Dynamic (Complex) Modulus of Asphalt Mixtures”, Interteam Technical Report, NCHRP Project 1-37A, University of Maryland, March 1999.
- [62]Witczak. M.W., Pellinen. T.K., AC Mixture Response Comparison to Performance E\* and Sm Prediction Equation Methodology Results, Superpave Support and Performance Models Management, NCHRP 9-19, Task C – Simple Performance Test, westrack Experimental Site, July 2000.
- [63]Heukelom. W., Klomp. J.G., “Road design and dynamic loading”, Proceedings AAPT, Vol. 33, 1964
- [64]Frankcken, L. Vanelstrate, A., “Complex moduli of bituminous binders and mixes. Interpretation and evaluation”, 1st European Eurobitume and Eurasphalt Congress, Strasbourg, 1996.
- [65]Francken. L., Vanelestrete. A., Leonard. D., Pilate. O., “New developments in the PRADO volumetric mix design”, 6th international Rilem Symposium on Performance Testing and Evaluation of Bituminous Materials, Zurich, avril 2003.
- [66]Such. C., Hadrzynski. F., Ramond, G., “Sand Asphalt Rheology”, Proc. Eurobitume Workshop, Luxembourg, paper 54, 1999.
- [67]Berthelot. C. B., Crockford and lytton comparison of alternative tests methods for predicting asphalt concrete rut performance in 44 th annual conference of the Canadian technical Asphalt Association 1999.
- [68]Kandhal. P. S., Coarse Versus Fine Graded Superpave Mixtures Comparative Evaluation of resistance to rutting 2002 NCAT( National Center for Asphalt Technology)
- [69]Kaloush. K. E., and M. W. Witczak., simple performance Test for permanent Deformation of Asphalt Mixtures TRB abstract 2002
- [70]Dogmon. Englelend. B. J., Caracterisation des deformation d’orniérage des chaussées bitumineuses. These doctorat 2005. Institut de Lyon.
- [71]Anderson. D.A., “Programme SHRP : Méthodes d’essais et spécifications des liants”, Revue Générale des Routes et des Aéroports, n°714, janvier 1994.
- [72]Langlois. P., Beaudoin. M., et Proteau., D., « Formulation d’Enrobés Superpave : l’expérience du Laboratoire des chaussées du ministère des Transports du Québec », Atelier international sur l’utilisation de la presse à cisaillement giratoire, LCPC, Nantes, 12 et 13 décembre 1996

## Références Bibliographiques

---

- [73]Bonnier.P., Testing modelling and numerical analysis of the mechanical behaviour of bituminous concret 1993 Delft University delft.p.162
- [74]Walzak. I., Détermination des produits organiques d'altération chimiques et radiochimiques du bitume, applications aux enrobés bitumés. Thèse doctorat janvier 2000 INSA Lyon, page 29-206.
- [75]Ramond. G., Such. C., (1990). "Bitumes et bitumes modifiés", Bulletin de liaison du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 168, pp.65-89.
- [76]Corbett. L.W.,(1969) Composition of asphalt based of Generic fraction using solvent deasphalting elution –adsorption chromatography. and densimetric characterization, analytique chemistry 41,pp.576-585.
- [77]Yao. 2. And Monosmith CL., (1986). "Behavior of asphalt mixtures with carbon black reinforcement". AAPT, 2 1, pp 564-585.
- [78]Hadrzynsky. F., Such. C., modélisation du comportement rhéologiques des bitumes polymères .le modèle autocohérent, Bulletin des laboratoire des ponts et chaussées 1998
- [79]Pfeiffer. J. Ph., et van. Doormaal., PM1936 « propriétés of bitumen »J Inst 22 p414
- [80]Zenke G., «Polymer-modifizierte stra benbaubitumen in spiegel von literaturer gebnissen-versuch eines resumes » die asphalstrasse, Heft 1/1985,4/1985,6/1985.
- [81]Uge. P. Van De Loop. J., les déformations permanentes des enrobés bitumineux Canadien Technical Asphalt Association Regina les 4-5 et 6 novembre 1974 44p
- [82]Highter. W.H., Wali.D.J., « thermalpropeties of some asphalt concrete » Transportation Reaserch Record n° 968, p. 38-45, 1984
- [83]Introduction a l'étude des lois de comportement J Barde fascicule1 1974 page 5.
- I84]Ministère des transports. Spécifications relatives aux granulats pour chaussées. SETRA. LCPC. Avril 1984, pp 4-8.
- [85] Ministère des Travaux Publics. Recommandations sur l'utilisation des bitumes et des enrobes bitumineux à chaux. CTTTP 2000, pp 23-70.
- [86] Ahmezade. P., Tegdemir. M., Kalyoncuoglu. S F., laboratory investigation of the properties of asphalt concrete mixtures modified with Top SBS Construction and building Materials(2006)
- [87]Routes « les liants modifiées, les liants avec les additifset les bitumes spéciaux », AIPCR N°303 III-1999.
- [88]Masad. E.A., Little. D. N. Tashman., L .Saadeh S.I., AL. Roussan. T., et Sukhwani. R., evaluation of agregate Characteristics affecting HMA concrete performance rapport technique, Texas transportation institute, the Texas A&M University System College Station December2003

## Références Bibliographiques

---

[89] Chebil. S., Étude des liants bitumineux modifiés par le noir de carbone et le charbon de bois pyrolytiques, sous-produits de la décomposition thermique sous vide des pneus et du bois hors d'usage. Thèse de maîtrise en environnement, Université de Sherbrooke, Québec, Canada, 1996.

[90] Olard. F., Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux à basses températures relations entre les propriétés du liant et de l'enrobe. .Thèse de doctorat. INSA de Lyon .2003, p221.

[91] Haddadi. S., Influence de la poudrette de caoutchouc sur le comportement au fluage des enrobés bitumineux. Thèse de doctorat, Université science st de la technologie Houari Boumediene, Algérie, 2007.

A decorative border consisting of a repeating diamond-shaped pattern of small crosses, forming a rectangular frame around the page.

*Annexes*

## Dictionnaire de Rhéologie

**Corps vieillissant** : corps dont les propriétés dépendent de l'âge ; le temps  $t$  figure explicitement dans les équations de comportement

$$y(t) = [x(\tau)_{-\infty}^t ; x(t) ; x'(t) \dots ; t]$$

$$-\infty < \tau < t$$

**Recouvrance** : diminution de la déformation résultant de la suppression de la sollicitation

**Restitution de forme** : Opération dans laquelle le tenseur de déformation se retrouve ramené à zéro.

Dans une déformation homogène et continue, le corps retrouve sa forme et ses dimensions initiales

**Effacement** : après une opération de restitution de forme, diminution en norme de l'écart entre la contrainte actuelle et la contrainte existant éventuellement avant toute déformation. Si cet écart devient nul au bout d'un temps suffisamment long, l'effacement est dit total.

Si cet écart reste différent de zéro quelle que soit la durée d'observation, l'effacement est dit partiel.

Un effacement total caractérise un comportement viscoélastique.

**Viscosité newtonienne** : Cas où le coefficient de viscosité différentielle est indépendant de la vitesse de cisaillement et du temps (à température et à pression données). Dans le cas contraire, la viscosité est dite non newtonienne ou anormale.

**Coefficient de viscosité différentielle** : dans un essai de cisaillement, rapport entre un accroissement infiniment petit de la contrainte de cisaillement et l'accroissement correspondant à la vitesse de déformation de cisaillement.

L'inverse de ce rapport est appelé coefficient de viscosité différentielle.

## Annexe B

### Températures de l'essai selon les différentes classes de Bitume [85]

Classe de bitume	Températures d'essais
20/30	25-30-35-40-45
40/50	20-25-30-35-40
60/70	15-20-25-30-35
80/100	10-15-20-25-30

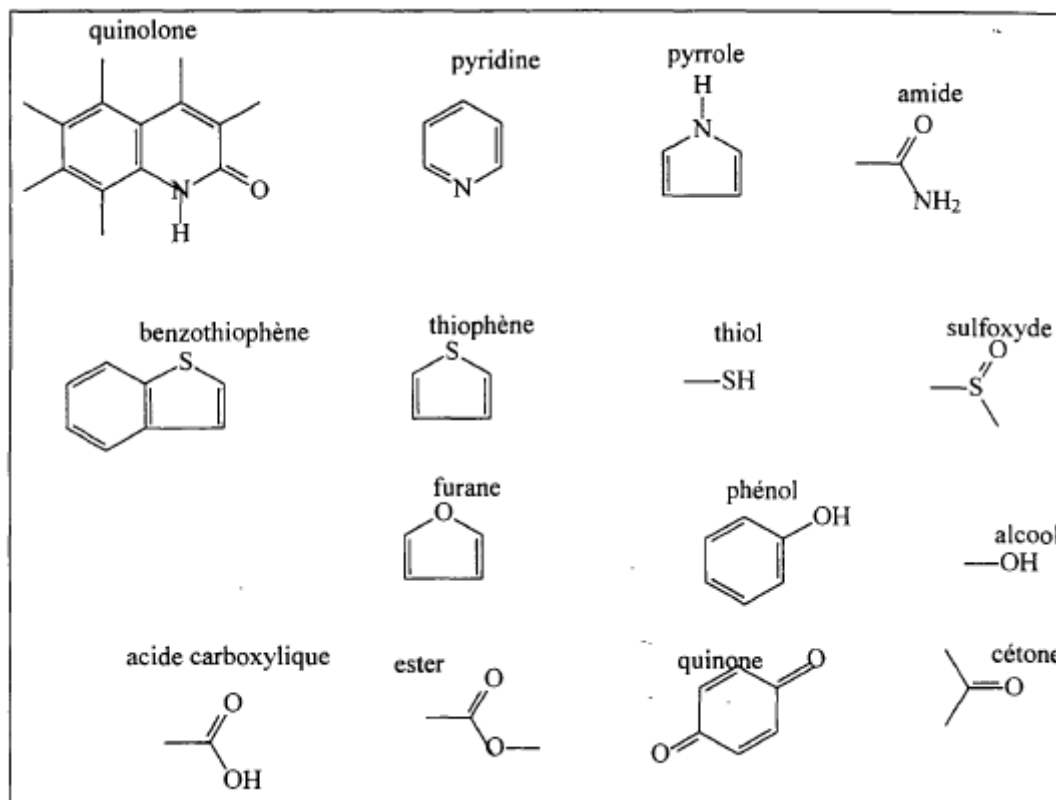
### Spécifications des bitumes

Spécifications	Méthode	20/30	35/50	50/70	70/100
Pénétrabilité à 25°C 1/10mm	EN 1426	20-30	35-50	50-70	70-100
Point de ramollissement °C	EN	55-63	50-58	46-54	43-51
Résistance au durcissement RTFOT à 163°C	EN12607-1				
Variation de masse, maximum ± %	EN12607-1	0.5	0.5	0.5	0.5
Pénétrabilité restante après durcissement minimum %	EN1426	55	53	50	46
Point de ramollissement après durcissement minimum°C	EN1427	57	52	48	45
Augmentation du point de ramollissement maximum, °C	EN1427	8	8	9	9
Point d'éclair minimum °C	22592	240	240	230	230
Solubilité minimum %(m/m)	EN12592	99	99	99	99

### Spécifications des Granulats utilisés en Technique routière [84]:

Micro Deval (MDE)	Los Angeles (LA)	Qualité
MDE<13	LA<15	Très bon
13≤MDE<20	15≤LA<20	Bon à moyen
20≤MDE<25	20≤LA<320	Moyen à Faible
MDE≥30	LA≥30	Médiocre

KKKKKKK



Motifs structuraux comportant des hétéroatomes