

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**



**Université Kasdi Merbah Ouargla**



**THÈSE DE DOCTORAT EN Es SCIENCES**

**Spécialité : Génie Civil**

**Option : Matériaux**

**Présenté par**

**KEBAÏLI Nabil**

**Pour obtenir le titre de**

**Docteur en Génie Civil**

**Thème**

**L'ASPHALTE CAOUTCHOUC  
VALORISATION DE LA POUDRETTE DE  
CAOUTCHOUC EN DOMAINE ROUTIER**

Soutenue publiquement le 02/02/2017 à la salle de conférences devant le jury composé de :

<b>KRIKER Abdelouahed</b>	<b>Professeur</b>	<b>UKM Ouargla</b>	<b>Président</b>
<b>BENTABBA Med Tahar</b>	<b>Professeur</b>	<b>UKM Ouargla</b>	<b>Examineur</b>
<b>HACINI Messaoud</b>	<b>Professeur</b>	<b>UKM Ouargla</b>	<b>Examineur</b>
<b>KHENFAR Med Moualdi</b>	<b>Professeur</b>	<b>UTL Laghouat</b>	<b>Examineur</b>
<b>BENMEBAREK Sadok</b>	<b>Professeur</b>	<b>UMK Biskra</b>	<b>Examineur</b>
<b>ZERZOUR Ali</b>	<b>Professeur</b>	<b>USTHB Alger</b>	<b>Directeur de thèse</b>

**Année universitaire : 2016 / 2017**

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

## Remerciements

Tout d'abord, je tiens à rendre grâce à Dieu, de m'avoir donné la patience et la santé afin d'accomplir ce modeste travail de recherches.

Ce travail de recherche a été réalisé par le soutien du Laboratoire « Etude et Valorisation des Ressources Naturelles en Zones Arides » EVRNZA sis à la faculté des Sciences Appliquées.

En premier lieu, j'aimerais exprimer ci-dessous ma profonde gratitude envers celles et ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de cette étude. Cette liste n'étant pas exhaustive, je tiens à m'excuser de l'oubli involontaire de certaines personnes.

Je désire témoigner, de ma profonde reconnaissance envers mon directeur de thèse, Pr ZERZOUR Ali, enseignant à l'USTHB et Ex Directeur de l'ENSTP-Alger qui m'a soutenu tout le long de mon travail, ses conseils et orientations ont largement contribué à la réussite de cette thèse.

Je remercie énormément Dr BELABDELOUAHAB Farid, Enseignant à l'ENSTP-Alger, pour toute la disponibilité qu'il m'a accordée dans la conduite de mes travaux de recherches, son aide précieuse et sa disponibilité tout le long de mon travail ont rendus enfin cette thèse soutenable.

Je remercie Pr KRIKER Abdelouhad, doyen de la faculté des Sciences Appliquées et Directeur du laboratoire de recherche EVRNZA d'avoir accepté de présider le jury et pour sa disponibilité ainsi que pour tout les essais et analyses réalisés au sein de son laboratoire.

J'adresse mes vifs remerciements aux membres de jury, Pr BENMEBAREK Sadok de l'université de Biskra ainsi que Pr KHENFAR Med Moualdi de l'université de Laghouat pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et le temps qu'ils ont bien voulu consacrer à la lecture de ce mémoire.

Je suis très reconnaissant envers Pr BENTABBA Med Tahar et Pr HACINI Messaoud de l'université d'Ouargla pour leurs conseils et critiques constructives qui ont amplement contribué à enrichir la thèse et d'avoir voulu accepter d'être parmi les membres de jury.

Mes remerciements vont également à Monsieur HADDADI Smaïl, Directeur du laboratoire Routes et Aérodromes à la faculté de Génie civil USTHB d'avoir accepté de préparer la modification du bitume au sein de son laboratoire.

Je tiens à remercier l'ensemble du personnel du laboratoire des Travaux Publics du Sud, LTPS-Ouargla de m'avoir facilité la réalisation d'une bonne partie de mes recherches dans un excellent cadre professionnel, je leur suis profondément reconnaissant pour leur aide continue et soutien sans limite.

Enfin, je remercie du fond du cœur mes parents, auxquels je dédie mon mémoire de thèse, pour leur soutien permanent sans faille et leurs encouragements tout au long de mes études, et sans lesquels rien de tout cela n'aurait été possible, ainsi que mes frères et sœurs ; Abdelkrim, Rachid, Mustapha, Keltoum, Saïda, Somya et Amine.

Mes vifs remerciements vont à mon beau père Hamdi Bachir pour ses conseils, aide, encouragements et soutien logistique.

Enfin, je souhaite exprimer ma gratitude envers ma famille particulièrement à ma femme, Fatma, qui a su m'aider dans les moments difficiles par sa patience et son aide précieuse, sans oublier mes enfants : Abderrahim, Lina, Sara, Amira et M<sup>ed</sup> Abderrachid.

N. K

**Abstract :** The bitumen, in its traditional configuration, presents limits vis-a-vis the conditions and environmental requirements which become increasingly hard. Indeed, vis-a-vis the growth unceasingly of the traffic as well in a number as in payloads, combined to the aggressive climatic conditions it became paramount to seek more powerful binders.

One of the solutions consists in incorporating fine powders resulting from the crushing of rubbery waste in the bitumen according to the hot process 'Wet process'. In addition to the environmental advantage, this technique aims to improving the properties of the bituminous mix from mechanical and rheological side.

To concretize this, two types of bitumen modified via two varieties of fine powder according to several formulations made it possible to follow the influence of proportioning in fine powders on the intrinsic properties of the bitumen on the one hand and on the mechanical performances of the bituminous concrete on the other hand.

The tests carried out showed that the addition of fine powders, in a certain interval, has a significant influence on the rheological and mechanical performances of the asphaltic concrete particularly on Marshall Stabilities and creep.

The performances of the new composite 'Asphalt rubber' compared with the ordinary bituminous mix made it possible to evaluate them improvements made in term of mechanical resistances especially and to predict the behavior of asphalt rubber one time on roadway.

**Key words :** bitumen, rubber, rubber-asphalt, powder, bituminous material, polymer, stability.

**ملخص :** إن التشكيلة الحالية للزفت تحوي عدة نقائص مما يحد من فعاليته أمام الظروف المناخية و المتعلقة بالنقل التي هي في استعصاء مستمر. فأمام النمو التدريجي لحركة المرور و كذا تزايد الحمولات المترتب عنها بالإضافة إلى الظروف المناخية العدوانية أصبح من الضروري البحث عن روابط زفتية أكثر قوة و فعالية. و يتمثل الحل المدروس في دمج مسحوق دقيق الناتج عن سحق النفايات المطاطية داخل زفت الطرقات وفقا للآلية الحارة. فبالإضافة للعامل البيئي ترمي هذه التقنية لتحسين خصائص الخرسانة الزفتية من الجانب الميكانيكي و السلوكي. و لتحقيق هذا الغرض، أخذنا عينتين من الزفت و تم تعديلهما بواسطة نوعين من مسحوق النفايات المطاطية ذات حبيبات مختلفة الأقطار وفق تشكيلات مختلفة مما سمح بمتابعة تأثير المساحيق الدقيقة على الخواص الجوهرية للزفت من جهة و على الخصائص الميكانيكية للخرسانة من جهة أخرى. خلصت الاختبارات الجارية إلى أن إضافة مسحوق للنفايات المطاطية للزفت العادي بنسبة معينة لها تأثير هام على الأداء الميكانيكي و السلوكي للخرسانة الزفتية و خاصة على استقرارات مارشال و كذا الارتخاء. كما أن مقارنة مقاومة المركب الجديد (الزفت المطاطي) مع المزيج العادي أظهر تحسينات كبيرة خصوصا فيما يتعلق بالمقاومة الميكانيكية و التنبؤ بسلوك الزفت مطاطي بعد إدماجه في الطريق.

**كلمة مفتاحية:** الزفت - المطاط - الزفت المطاطي - مسحوق دقيق - خليط خرساني - بوليمير - استقرار.

**Résumé :** Le bitume, dans sa configuration traditionnelle, présente des limites face aux conditions et exigences environnementales devenues de plus en plus rudes. En effet, face à la croissance sans cesse du trafic aussi bien en nombre qu'en charges utiles, conjugué aux conditions climatiques agressives il est devenu primordial de chercher des liants plus performants.

Une des solutions étudiée consiste à incorporer des poudrettes issues du broyage des déchets caoutchouteux au sein du bitume selon le procédé à chaud 'Wet process'. Outre l'avantage environnemental, cette technique vise à améliorer les propriétés de l'enrobé de point de vue mécanique et rhéologique.

Pour concrétiser ceci, deux types de bitume modifié par l'intermédiaire de deux variétés de poudrette selon plusieurs formulations a permis de suivre l'influence du dosage en poudrettes sur les propriétés intrinsèques des bitumes d'une part et sur les performances mécaniques du béton d'autre part.

Les essais réalisés ont montrés que l'adjonction de poudrettes, dans un certain intervalle, possède une influence significative sur les performances mécano-rhéologiques du béton bitumineux notamment sur les stabilités Marshall et le fluage.

Les performances du nouveau composite 'Asphalte caoutchouc' comparés à l'enrobé ordinaire a permis d'évaluer les améliorations apportées en terme de résistances mécaniques surtout et de prédire le comportement de l'asphalte caoutchouc une fois sur chaussée.

**Mots clés :** bitume, caoutchouc, asphalte-caoutchouc, poudrette, enrobé bitumineux, polymère, stabilité.

## SOMMAIRE

Remerciements.....	i
Résumé / Abstract.....	ii
Sommaire .....	iii
Liste des tableaux .....	vi
Liste des figures .....	vii
Lexique .....	ix
Introduction générale .....	01

### PARTIE I : PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

#### CHAPITRE I : BITUME ET ENROBÉS BITUMINEUX

1. GÉNÉRALITÉS SUR LES BITUMES .....	05
1.1. Définition et historique .....	05
1.2. Provenance du bitume .....	05
1.3. Fabrication des bitumes .....	07
1.4. Composition chimique des bitumes .....	10
1.5. Description de la structure Sol/Gel d'un bitume .....	11
1.6. Vitrification et cristallisation des bitumes .....	13
2. CARACTERISATION PHYSIQUE DES BITUMES .....	13
2.1. Essais technologiques .....	14
2.2. Essais rhéologiques .....	20
2.3. Spécifications concernant les bitumes .....	25
3. ENROBÉS BITUMINEUX .....	26
3.1. Méthodes de formulation des enrobés bitumineux .....	27
3.2. Détermination des propriétés mécaniques des enrobés bitumineux .....	29
4. ESSAIS NON HOMOGENES DES ENROBÉS BITUMINEUX .....	31
4.1. Essai Marshall .....	31
4.2. Essai Duriez .....	32
4.3. Essai de compactage (PCG).....	33
5. ESSAIS HOMOGÈNES DES ENROBÉS BITUMINEUX .....	34
5.1. Essais de fatigue (NFP 98-261-1) .....	34
5.2. Essai à l'ornièrre .....	34
5.3. Essai de fluage dynamique .....	35
5.4. Essai MAER .....	35
5.5. Essai de module complexe ( $E^*$ ) .....	35
6. NOTION DE MODULE COMPLEXE DES ENROBÉS .....	36
6.1. Définition et importance du module .....	36
6.2. Méthodes d'essai .....	37
6.3. Détermination du module .....	38
6.4. Modèles rhéologiques analogiques visco-élastiques linéaires .....	39
6.5. Principe d'équivalence temps-température .....	41
7. CONCLUSION .....	42

**CHAPITRE II : POLYMÈRES ET BITUME POLYMÈRE**

1. INTRODUCTION.....	44
1.1. Historique des polymères.....	44
1.2. Classification des polymères synthétiques.....	45
1.3. Propriétés macroscopiques des polymères .....	53
1.4. Fabrication des polymères.....	56
2. POLYMÈRES DESTINÉS AUX BITUMES .....	60
2.1. Classement des polymères selon Lewandowski.....	62
2.2. Polymères thermdurcissables et polymères thermoplastiques .....	63
3. BITUME POLYMÈRE .....	66
3.1. Limites des liants bitumineux .....	66
3.2. Structure des bitumes modifiés par des polymères .....	66
3.3. Compatibilité des mélanges bitume-polymères .....	67
3.4. Les bitumes modifiés par les élastomères.....	68
3.5. Principaux types de bitume polymères .....	69
3.6. Domaines d'utilisation des bitumes polymères .....	69
3.7. Conclusion.....	70

**CHAPITRE III : POUDRETTE ET BITUME CAOUTCHOUC**

1. INTRODUCTION .....	72
2. LE CAOUTCHOUC .....	72
2.1. Caoutchouc naturel (NR).....	72
2.2. Caoutchouc synthétique .....	74
2.3. La vulcanisation .....	75
3. LA POUDRETTE DE CAOUTCHOUC .....	78
3.1. Fabrication de la poudrette de caoutchouc .....	78
3.2. Domaines d'utilisation et applications géotechniques de la poudrette caoutchoutée .....	78
3.3. Produits manufacturés à base de poudrettes caoutchoutées .....	79
4. MODE DE FABRICATION D'ASPHALTE CAOUTCHOUC .....	80
4.1. Historique des asphaltes caoutchouc .....	80
4.2. Procédés d'incorporation de poudrettes caoutchouc .....	80
4.3. Types d'Asphalte caoutchouc .....	85
5. INTERACTION BITUME-POUDRETTE .....	87
5.1. Mastic asphaltique caoutchouté .....	87
5.2. Performances du mastic bitume-poudrette .....	88
5.3. compatibilité bitume-poudrette .....	91
5.4. Gonflement de la poudrette .....	92
5.5. Facteurs commandant le gonflement de la poudrette .....	93
6. PERFORMANCES MÉCANIQUES DE L'ASPHALTE CAOUTCHOUC .....	94
6.1. Performances des chaussées en bitume-poudrette .....	94
6.2. Echechs de l'asphalte caoutchouté .....	96
6.3. Considérations sur le coût d'asphalte caoutchouc .....	97
7. QUELQUES CAS D'UTILISATION D'ASPHALTE CAOUTCHOUC .....	97
7.1. Projet INOPHONE.....	97
7.2. Projet Autoroute A26.....	98
8. CONCLUSION .....	100

## **PARTIE II : PARTIE EXPERIMENTALE**

### **CHAPITRE IV : MATERIAUX ET PROCEDURES D'ESSAIS**

1. INTRODUCTION .....	102
2. CARACTERISATION DES MATERIAUX UTILISÉS .....	102
2.1. Bitume 40/50 .....	102
2.2. Agrégats .....	103
2.3. Poudrette de caoutchouc .....	104
3. PRINCIPE ET DESCRIPTION D'APPAREILLAGE POUR BITUME .....	105
3.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille .....	105
3.2. Essai de ramollissement Bille & Anneau .....	106
3.3. Confection du bitume caoutchouc.....	106
4. MELANGE (BITUME MODIFIE-GRANULATS).....	107
4.1. Formulation du mélange .....	107
4.2. Confection et préparation des éprouvettes .....	109
4.3. Appareillage et résultats Marshall .....	111
4.4. Appareillage et résultats Duriez .....	112
5. CONCLUSION .....	113

### **CHAPITRE V : RESULTATS ET ANALYSES**

1. INFLUENCE DE LA POUDRETTE SUR LES BITUMES.....	115
1.1. Influence de la poudrette F sur la pénétrabilité .....	116
1.2. Influence de la poudrette F sur le ramollissement .....	117
1.3. Influence de la poudrette G sur la pénétrabilité .....	118
1.4. Influence de la poudrette G sur le ramollissement .....	119
1.5. Comparaison entre les deux poudrettes (F) et (G) .....	121
1.6. Synthèse sur les bitumes-caoutchouc .....	123
2. INFLUENCE DE LA POUDRETTE SUR LES PERFORMANCES DES BB .....	124
2.1. Influence de la poudrette F sur les stabilités .....	125
2.2. Influence de la poudrette F sur les compacités .....	125
2.3. Influence de la poudrette F sur les déformations .....	126
2.4. Influence de la poudrette G sur les stabilités .....	126
2.5. Influence de la poudrette G sur les compacités .....	127
2.6. Influence de la poudrette G sur les déformations .....	128
2.7. Comparaison entre les deux poudrettes F et G .....	128
2.8. Synthèse sur les asphaltes-caoutchouc .....	131
CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS.....	133
Références bibliographiques .....	136
Annexes .....	138

## LISTE DES FIGURES

Fig. I.1. Principe de fabrication des bitumes .....	15
Fig. I.2. Schéma de séparation chimique des constituants du bitume .....	16
Fig. I.3. Coupe d'un modèle de micelle d'asphaltenes selon Yen .....	17
Fig. I.4. Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume routier .....	17
Fig. I.5. Constitution chimique des micelles d'asphaltenes et de maltènes .....	18
Fig. I.6. Représentation schématique de 2 types de structure de bitume .....	19
Fig. I.7. Pénétrromètre à aiguille et automatique .....	22
Fig. I.8. Essai de pénétrabilité du bitume .....	22
Fig. I.9. Schéma de principe de l'essai TBA .....	23
Fig. I.10. Essai RTFOT .....	24
Fig. I.11. Exemple de ductilomètre .....	24
Fig. I.12. Essai RTFOT .....	25
Fig. I.13. Equipements pour essai PAV .....	26
Fig. I.14. Modèle de détermination de la viscosité .....	27
Fig. I.15. Schéma de principe du DSR .....	27
Fig. I.16. Schématisation du principe de l'essai BBR .....	28
Fig. I.17. Variation du module de rigidité en fonction du temps de charge et de la température ....	29
Fig. I.18. Matériau bitumineux .....	32
Fig. I.19. Organigramme de formulation de BB en Algérie .....	33
Fig. I.20. Types de comportement des matériaux bitumineux .....	35
Fig. I.21. Presse de compression Marshall .....	37
Fig. I.22. Schématisation de la presse Duriez et éprouvette .....	38
Fig. I.23. Presse à cisaillement giratoire (PCG) .....	38
Fig. I.24. Principe de l'essai de fatigue en flexion sur éprouvette trapézoïdale .....	39
Fig. I.25. Schéma d'appareil d'essai pour module de rigidité .....	41
Fig. I.26. Exemple d'isothermes du module complexe .....	47
Fig. I.27. Exemple d'isothermes du module complexe .....	47
Fig. II.1. Maille élémentaire de polyéthylène (cristallin) .....	51
Fig. II.2. Représentation schématique de chaînes polymères et de réseaux .....	55
Fig. II.3. Schéma de réticulation des chaînes polymériques .....	55
Fig. II.4. Détermination de Tg à partir des modifications du volume spécifique (ml/g) .....	58
Fig. II.5. Mesure de la température de transition Tg .....	58
Fig. II.6. Stades de polymérisation selon la viscosité .....	60
Fig. II.7. Schéma de l'élastomère SBS .....	65
Fig. II.8. Modèle du mélange de bitume polymères (à chaud et à froid) .....	69
Fig. III.1. Molécule de caoutchouc naturel .....	74
Fig. III.2. Molécule du polychloroprène .....	75
Fig. III.3. Structure du monomère butadiène et de son polymère associé, le polybutadiène .....	75
Fig. III.4. Effet de la vulcanisation sur le comportement d'un élastomère .....	77
Fig. III.5. Réticulation avec un et plusieurs atomes de soufre .....	78
Fig. III.6. Deux chaînes polymériques liées par leur atome de carbones .....	78
Fig. III.7. Poudrettes de caoutchouc .....	79
Fig. III.8. Procédés sec et humide dans la réalisation de l'enrobé caoutchouc .....	82
Fig. III.9. Etapes de fabrication d'asphalte caoutchouté dans le processus humide .....	84
Fig. III.10. Classes d'agrégats pour asphalte-caoutchouc .....	87

---

Fig. III.11. Schéma des trois zones modèles .....	92
Fig. III.12. Etapes de dispersion du polymère dans le bitume .....	94
Fig. IV.1. Bitume pur 40/50 .....	102
Fig. IV.2. fractions granulaires 0/III, III/8 et 8/15 utilisées .....	103
Fig. IV.3. Courbes granulométriques des trois fractions granulaires utilisés .....	103
Fig. IV.4. Courbes granulométriques des poudrettes (F) et (G) utilisées .....	104
Fig. IV.5. Courbe rhéologique type du caoutchouc pour un chargement en traction [I0] .....	104
Fig. IV.6. Dispositif de l'essai de pénétrabilité à l'aiguille .....	105
Fig. IV.7. Appareil digital de ramollissement Bille et anneau .....	103
Fig. IV.8. Schéma de principe du mélangeur bitume caoutchouc .....	107
Fig. IV.9. Courbe granulométrique du mélange et fuseau 0/I4 .....	108
Fig. IV.10. Conservation et écrasement des éprouvettes Marshall .....	110
Fig. V.1. Effet de la poudrette (F) sur la pénétrabilité des bitumes .....	22
Fig. V.2. Effet de la poudrette (F) sur la T.B.A des bitumes .....	24
Fig. V.3. Variation de la TBA en fonction de la teneur en PEHD .....	25
Fig. V.4. Effet de la poudrette (G) sur la pénétrabilité des bitumes .....	25
Fig. V.5. Effet de la poudrette (G) sur la T.B.A des bitumes .....	26
Fig. V.6. Influence de la teneur en déchets sur la T.B.A du bitume .....	26
Fig. V.7. Effet des poudrettes (F) et (G) sur la pénétrabilité du bitume TOT .....	27
Fig. V.8. Effet des poudrettes (F) et (G) sur la pénétrabilité du bitume NAF .....	27
Fig. V.9. Effet des poudrettes (F) et (G) sur le ramollissement du bitume TOT .....	28
Fig. V.10. Effet des poudrettes (F) et (G) sur le ramollissement du bitume NAF .....	28
Fig. V.11. Effet de la poudrette (F) sur les stabilités Marshall .....	121
Fig. V.12. Effet de la poudrette (F) sur les compacités Marshall .....	122
Fig. V.13. Influence de la poudrette (F) sur les déformations .....	122
Fig. V.14. Influence de la poudrette (G) sur les stabilités .....	123
Fig. V.15. Influence de la poudrette (G) sur les compacités .....	123
Fig. V.16. Influence de la poudrette (G) sur les déformations .....	124
Fig. V.17. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les stabilités Marshall du bitume TOT .....	124
Fig. V.18. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les stabilités Marshall du bitume NAF .....	124
Fig. V.19. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les compacités du bitume TOT .....	125
Fig. V.20. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les compacités du bitume NAF .....	125
Fig. V.21. Influence de la teneur en déchets sur la compacité .....	125
Fig. V.22. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les déformations du bitume TOT .....	125
Fig. V.23. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les déformations du bitume NAF .....	126
Fig. V.24. Influence de teneur en déchets sur le fluage .....	126



## Lexique

**Asphalte:** bitume solide, sec ou friable ou simplement roche (souvent calcaire) imprégnée de bitume et qui a été concassée. C'est aussi le revêtement de cette roche.

Aussi il lieu de faire la distinction entre les mots français "asphalte" et "bitume" et leur homologue anglais "bitumen" et "asphalt".

**Asphalt :** en anglais Américain (ou asphalt cement) désigne ce que l'on nomme bitume, de même "asphaltic" se traduit par bitumineux. En anglais (Anglais) et en allemand, il désigne l'enrobé bitumineux (mélange de bitume et de granulats).

**Asphalte oxydé.** Obtenu par soufflage, ou oxydation (réaction chimique entre l'asphalte et l'oxygène introduit dans le produit) des résidus de distillation du pétrole. Ce procédé a pour effet notamment d'augmenter le point de ramollissement du produit et de le durcir.

**Asphalt-rubber concrete :** implique l'utilisation d'un mélange du l'asphalte-caoutchouc avec les agrégats dense-graded dans les applications des mélanges chauds.

**Bitume :** terme générique décrivant tout mélange d'hydrocarbures lourds sous forme visqueuse ou solide et dont la couleur varie du brun foncé au noir.

**Bitume routier:** bitume raffiné pour répondre à certaines spécifications routières.

**Bitumen (en anglais):** fraction du bitume qui est entièrement soluble dans le tétrachlorure de carbone.

**Bitume caoutchouté :** bitume caoutchouc fillerisé, à un composant, destiné à être appliqué à chaud à l'aide d'un racloir, d'une truelle ou de tout autre moyen recommandé par le fabricant, et utilisé pour le revêtement des toitures et pour l'imperméabilisation à l'eau".

Essentiellement, il s'agit d'un mélange d'asphalte non oxydé, de poudrettes de caoutchouc (pneus recyclés réduit en poudre) et d'élastomères.

**Bitume-élastomère:** Mélange intime de bitume de distillation du pétrole avec un pourcentage minimum d'élastomère.

**Bitume modifié:** Matériau bitumineux dont la composition a été modifiée chimiquement ou physiquement par l'addition de produits destinés à accroître ses performances.

**Caoutchouc régénéré :** Obtenu par traitement des granulats de caoutchouc vulcanisé, des chambres à air et autres déchets de caoutchouc par la chaleur et des agents chimiques suivis d'un travail mécanique intensif en vue de «dévulcaniser» le caoutchouc afin de retrouver ses caractéristiques d'origine.

**Granulats :** particules de caoutchouc résultant du traitement de réduction de dimension des pneus de granulométrie comprise entre 1 et 10mm

**Poudrette :** Produits du traitement du caoutchouc pour le réduire en particules fines inférieures à 2mm

**Réutilisation :** Toute technique par laquelle un pneu est utilisé à nouveau pour le même usage que celui pour lequel il a été créé.

**Rubber aggregate :** Rajoutant la poudrette de caoutchouc au mélange chaud d'asphalte en utilisant le processus sec, qui maintient sa forme et sa rigidité physiques.

**SBS :** copolymère Styène Butadiène Styène.

**Transition vitreuse :** Changement d'état du polymère ou du matériau composite polymérisé, sous l'action de la température, et entraînant des variations importantes de ses propriétés mécaniques.

## INTRODUCTION GÉNÉRALE

Devant les besoins sans cesse croissant des ressources en matériaux et aux exigences et conditions de préservation de l'environnement dans une vision de développement durable, il est devenu nécessaire et pertinent de prospecter et d'étudier toutes les possibilités et opportunités de réutilisation et de valorisation des déchets et sous produits industriels notamment dans le domaine de génie civil et routier qui en sont les gros consommateurs.

En effet, les déchets de caoutchouc en fin de cycle, dont les pneumatiques usagés en constituent une grande partie, sont très répandus dans la nature, leur encombrement et leur faible biodégradabilité incite à les valoriser en matériaux de construction aux propriétés originales et très utiles tel que la poudrette de caoutchouc. Ainsi la poudrette de caoutchouc, issue du broyage des éléments caoutchouteux, est un procédé qui a le mérite d'allier les intérêts de la route à ceux de l'environnement et qui, économiquement, devrait se révéler très compétitif.

A cet effet, l'objectif de notre travail de recherche est de valoriser la poudrette de caoutchouc dans le domaine routier et particulièrement en couche de roulement où la poudrette est incorporée dans le mélange lors de la fabrication de l'enrobé, le but à travers cette application est d'améliorer les performances du bitume, donc de l'enrobé, notamment ses propriétés rhéologiques, mécaniques et acoustiques. C'est dans ce cadre que s'inscrit notre thèse de doctorat.

Pour atteindre cet objectif, on a scindé ce mémoire de thèse en deux grandes parties à savoir :

- une recherche bibliographique,
- une campagne d'essais au laboratoire,

La partie bibliographique, qui renferme les notions de base nécessaires à la compréhension du contenu du mémoire, renferme trois chapitres ;

Le premier chapitre est consacré à des généralités sur les mélanges bitumineux; après avoir relaté les essais classiques caractérisant les bitumes purs, les essais de détermination du comportement du matériau enrobé sont présentés selon les deux auteurs Bonnot (1984) et Di Benedetto (1990). L'essai NAT « Nottingham Asphalt Tester » qui est un essai homogène de module permettant de fournir des éléments entrant dans le dimensionnement des chaussées, est détaillé vue son importance.

Le deuxième chapitre traite les différents types de polymères et leur classification d'une part, ainsi que leur rôle et utilisation dans le bitume d'autre part. Pour cela les polymères thermoplastiques ainsi que les polymères thermodurcissables les plus utilisés en domaine routier, surtout en Europe, sont énumérés, l'interaction bitume-polymère est étudiée en détails.

Le troisième chapitre, consacré aux poudrettes et à l'Asphalte caoutchouc, dresse un état des lieux sur l'emploi des poudrettes de caoutchouc, les procédés de fabrication existants et les produits manufacturés à base de poudrettes. De même, il met l'accent sur l'utilisation de la poudrette dans le domaine routier suite au mélange avec l'asphalte en revêtement selon le procédé sec (dry) ou humide (wet), les performances du nouveau composite tant sur le plan rhéologique que mécanique sont abordées.

La seconde partie du mémoire, qui traite l'expérimentation au laboratoire sur un Béton Bitumineux 0/14 mm au moyen de deux types de bitume 40/50 et moyennant deux variétés de poudrette, s'articule autour de deux (02) chapitres de la façon suivante :

- Description des matériaux choisis, du matériel utilisé et de la méthodologie suivie pour étudier les caractéristiques d'identification et mécaniques des différents composants ainsi que le plan expérimental adopté pour étudier les différents paramètres.
- Analyse et interprétation des résultats obtenus pour identifier la variation des propriétés des bitumes d'une part, ainsi que le comportement du béton bitumineux en fonction des paramètres expérimentaux. A cet effet, des tests classiques sur les bitumes, seuls et modifiés à la poudrette, et des essais mécaniques réalisés sur les BB ordinaires (témoins) et ceux modifiés ont montré l'incidence sur leurs caractéristiques intrinsèques.

L'approche expérimentale est effectuée à l'aide de l'essai de stabilité Marshall et l'essai Duriez, qui demeurent jusqu'à présent les essais les plus utilisés dans les laboratoires algériens pour les formulations des enrobés bitumineux. L'essai Marshall, qui est un essai de compression simple régulé en température, fournit un ensemble d'informations entrant dans le dimensionnement des chaussées.

Suite aux différentes formulations réalisées selon plusieurs teneurs en poudrette, les performances de l'asphalte caoutchouc (enrobé à base de bitume-poudrette) notamment les stabilités, les compacités et les déformations ont été évaluées et comparées à l'enrobé témoin (enrobé à base de bitume ordinaire).

La multiplication des séries d'essais, selon plusieurs formulations, ont permis de relier entre les teneurs en poudrettes et les différents paramètres déterminés. Ce qui a permis d'aboutir sur un ensemble de corrélations intéressantes.

En plus de l'incidence sur les résistances mécaniques, les essais réalisés ont également montrés l'importance de quelques paramètres notamment la granulométrie de la poudrette (fine ou grenue) et le type du bitume de base sur les facteurs étudiés (stabilités, fluage, compacités, ...etc.).

La comparaison des résultats entre deux types de bitume d'origines différentes ont bien montré l'influence de la composition générique des bitumes, ce qui conduit à prendre en considération cet aspect dans les recherches futures.

En conclusion nous avons repris les points les plus pertinents de l'étude notamment les éléments aidant à la prédiction du comportement des enrobés modifiés. L'étude se termine par des recommandations jugées indispensables pour les recherches futures.

**PARTIE I :**  
**PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

# **CHAPITRE I**

## **LES BITUMES ET LES ENROBÉS BITUMINEUX**

# CHAPITRE I

## LES BITUMES ET LES ENROBÉS BITUMINEUX

### I.1. GENERALITÉS SUR LES BITUMES

#### I.1.1. Définition et historique

On désigne sous le nom de liants hydrocarbonés des substances constituées essentiellement d'assemblage d'atomes de carbone et d'hydrogène qui, au contact de particules solides telles que les granulats, développent des forces d'adhésion et de cohésion, assurant de la sorte une certaine rigidité et une résistance à la déformation en traction.

On distingue trois familles de liants hydrocarbonés; les liants naturels, les goudrons et les bitumes. Actuellement, on utilise principalement le bitume, mélange complexe de composés hydrocarbonés, provenant quasiment et exclusivement du traitement du pétrole brut.

Le bitume est un sous-produit d'hydrocarbures lourds, résidu noir de pétrole brut obtenu soit par distillation naturelle, soit par distillation en raffinerie. Les bitumes de distillation directe sont utilisés pour la confection d'enrobés à chaud.

Le bitume est un matériau léger, ductile et souple doté de bonnes propriétés d'adhérence, de plasticité, d'élasticité. Il est très peu réactif, insoluble dans l'eau, inerte à de nombreux agents chimiques, comme il est soluble dans de nombreux solvants organiques.

Bien que le bitume soit dur ou semi dur à la température atmosphérique ordinaire, celui-ci peut être liquéfié par chauffage, dissout dans des solvants pétroliers ayant différentes volatilités, ou en émulsionné par addition d'une huile de fluxage.

#### I.1.2. Provenance du bitume

Selon l'origine du bitume routier, on distingue trois types de provenance, il s'agit de;

**I.1.2.1. Bitume pur :** Il est obtenu par raffinage de bruts pétroliers et ne comporte aucun ajout. D'après son mode de fabrication, on peut obtenir un bitume dont la consistance est variable. Les conditions climatiques et le type de projet déterminent le choix du type approprié. On distingue ainsi plusieurs types de bitume allant du plus dur au plus mous identifiés par les classes : 20/30, 40/50, 80/100, ...

**I.1.2.2. Bitume naturel :** Le bitume existe à l'état naturel sous forme de résidu d'anciens gisements de pétrole dont les éléments les plus légers ont été éliminés au cours du temps par une sorte de distillation naturelle. Les gisements de bitume naturel se présentent soit comme de véritables lacs ou sous forme de filons en sous-sol. Le plus connu des bitumes naturels est le bitume de Trinidad qui relève du premier type de gisement.

Les bitumes naturels ne sont guère utilisés que comme ajouts pour certaines utilisations particulières, compte tenu de leurs caractéristiques spécifiques ; aptitude à être colorés, effet stabilisateur pour les asphaltes coulés...

**I.1.2.3. Asphalte naturel :** L'asphalte naturel est constitué par une roche calcaire imprégnée d'hydrocarbures lourds (jusqu'à 20%). L'asphalte naturel entre traditionnellement dans la composition de l'asphalte coulé. Il peut également être utilisé comme appoint dans les enrobés auxquels il apporte du liant et des fines.

### **I.1.3. Fabrication des bitumes**

Tous les bitumes sont issus de la distillation du pétrole brut, ils sont le résultat de l'élimination des huiles servant de solvants par évaporation ou distillation. Les principaux modes de fabrication des bitumes sont au nombre de quatre:

- a. **la distillation directe en raffinerie** qui permet de séparer les fractions légères du pétrole (essences, kérosène, gaz, ...) des fractions lourdes, ces dernières étant ensuite distillées sous vide pour produire fuels, huiles et bitume. La distillation directe des bruts est effectuée dans une unité particulière de raffinerie comportant une tour «atmosphérique» suivie d'une autre tour «sous vide».
- b. **le soufflage** les bitumes oxydés ou bitumes soufflés, réservés à des usages industriels, sont obtenus par l'injection d'air dans le résidu de la distillation sous vide, à une température élevée (280 °C en moyenne). L'objectif principal de ce mode de fabrication est l'optimisation des caractéristiques du bitume.
- c. **le désasphaltage** utilisé pour des résidus sous vide ayant une teneur en fractions lubrifiantes trop importante et consiste à traverser le résidu sous vide par un courant ascendant de solvant : la différence de solubilité des fractions bitumineuses vis-à-vis du solvant employé permet alors d'obtenir le bitume souhaité.

- d. **le craquage** : est un procédé de raffinage qui a pour but de transformer, en présence d'un catalyseur, les coupes lourdes à longues chaînes d'hydrocarbures en coupes légères pour être utilisées dans la fabrication du carburant. On notera qu'à haute température (450 à 550 °C) et à pression atmosphérique, les grosses molécules hydrocarbonées sont cassées pour avoir de petites molécules ayant un indice d'octane élevé. [16]

Sachant que de tels processus pourraient se produire dans la nature, au niveau des couches souterraines, les bitumes proviennent en conséquence de deux sources: naturelle ou industrielle.

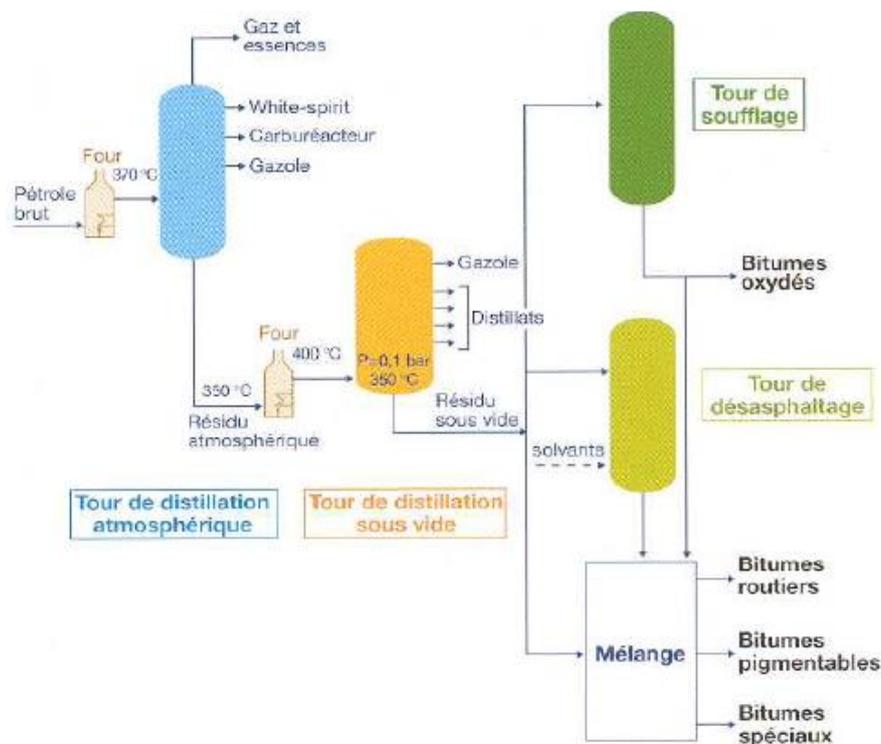


Figure I.1. Principe de fabrication des bitumes [1,7,11,26]

## I.1.4. Structure et composition chimique des bitumes

### I.1.4.1. Structure des bitumes

La composition élémentaire d'un bitume dépend essentiellement de l'origine de son brut et d'une manière moindre, des techniques de raffinage. Pour la structure, le bitume se compose de deux groupes génériques séparables selon leur solubilité dans le n-heptane:

- Les asphaltènes : la fraction précipitée par le précédent solvant (masse molaire supérieure à 900),

➤ Les maltènes : la fraction soluble (masse molaire jusqu'à 1250).

### ❖ 1/ Les maltènes

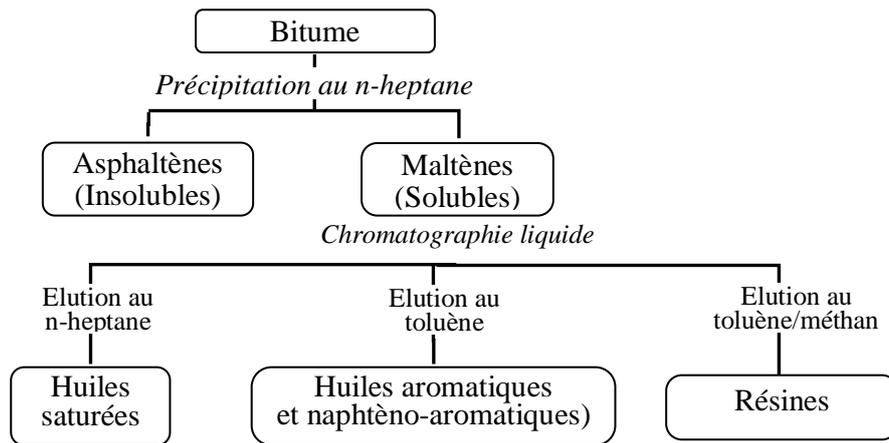
Les maltènes forment un produit huileux (molécules moins grosses) dans lequel baignent les asphaltènes. Les molécules de maltènes peuvent être encore fractionnées par chromatographie liquide en trois sous-familles d'hydrocarbures en fonction de leur polarité croissante : saturés, aromatiques et résines. [8]

- **Les saturés:** sont des huiles incolores ou légèrement jaunâtres composées principalement de molécules paraffiniques et de cycles naphthéniques. Elles représentent généralement moins de 10% d'un bitume. Leur masse moléculaire est de 300 à 2000 g/mole.
- **Les aromatiques:** sont des huiles visqueuses de couleur rouge-brun sombre, avec 30% de leurs atomes de carbone inclus dans des cycles aromatiques. Elles représentent 50 à 70% de la composition d'un bitume. Leur masse moléculaire est du même ordre que celle des saturés.
- **Les résines:** sont des solides noirs qui fondent par chauffage et représentent environ 10% du bitume routier. Elles sont caractérisées par de nombreuses ramifications, ce sont des systèmes condensés de cycles aromatiques, naphthéniques et hétérocycliques. Elles présentent une plus grande proportion de composés aromatiques que les huiles. Leurs molécules sont plus grosses et la proportion des hétéroatomes est plus élevée. La courbe de distribution de leur masse moléculaire s'étale de 500 à 50 000 g/mole. Leur taille est comprise entre 1 et 5nm.

### ❖ 2/ Les Asphaltènes [8]

Les molécules d'asphaltènes peuvent se retrouver sous deux états; le premier étant un état associé sous forme de micelles (entité élémentaire de quelques feuillets de molécules) ou, sous forme de paquets de micelles appelés agglomérats dans le second cas. Les micelles sont retenues ensemble par des forces de type hydrogène, dipolaires induites ou permanentes.

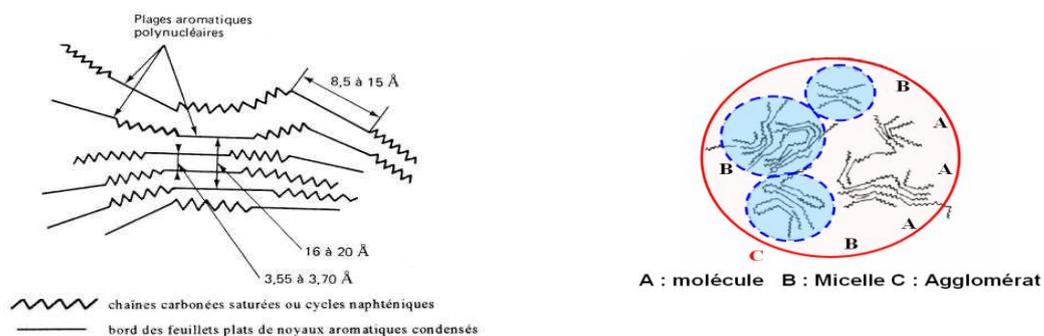
L'ensemble forme un système colloïdal constitué par une suspension de micelles d'asphaltènes peptisés par les résines dans un milieu huileux. En effet, les résines s'absorbent sur les asphaltènes et permettent leur dispersion dans le mélange huileux (hydrocarbures aromatiques et saturés), on dit qu'il y a peptisation. Les aromatiques assurent le rôle de solvant, tandis que les saturés assurent le rôle de flocculant.



**Figure I.2. Schéma de séparation chimique des constituants du bitume [11]**

La dispersion des agglomérats d’asphaltènes est plus ou moins forte selon la composition de la phase maltène (huiles+résines) ; la structure du bitume est, en effet, différente selon que les asphaltènes forment ou non un réseau floclé, baignant dans un milieu dispersant faiblement structuré par les résines.

L’utilisation de sélectifs tel que l’heptane et la technique de la chromatographie permettent d’obtenir la composition globale et générique du bitume comme illustré sur le schéma de la figure I.3 et la figure I.4.



**Figure I.3. micelles d’asphaltènes [11,34,36]**

**(a) Coupe d’un modèle de micelles d’asphaltènes selon Yen et Erdman**

**(b) Macrostructure des Asphaltènes selon Dickie et Yen**

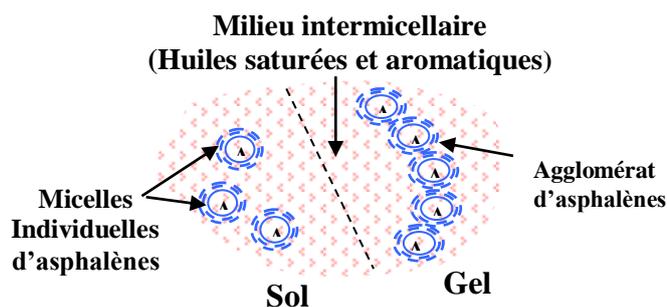


Figure I.4. Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume routier [7]

Le tableau I.1 résume les résultats trouvés par certains auteurs sur la composition chimique des bitumes Algériens en groupes génériques (SARA), appréciée par la méthode Iatroscan ou par chromatographie liquide.

Tableau I.1. Composition chimique des bitumes algériens selon certains chercheurs algériens [36]

Bitume	Saturés (%)	Aromatiques (%)	Résines (%)	Asphaltènes (%)
80 / 100	8.72 à 19.0	34.7 à 58.55	18.33 à 30.30	14.61 à 23.0
40 / 50	10.97 à 19.0	30.40 à 50.19	20.41 à 30.50	17.91 à 35.55

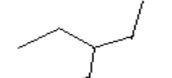
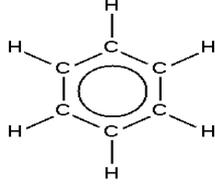
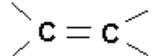
#### I.1.4.2. Composition chimique des bitumes

De point de vue chimique, le bitume fait partie de la famille des liants hydrocarbonés, sa composition chimique, bien qu'elle soit complexe, est constituée essentiellement de carbone (80 à 87%) et d'hydrogène (8 à 12%). En outre, des hétéroatomes tels que le soufre (1 à 9%), l'azote (0 à 1,5%) et l'oxygène (0,5 à 1,5%) sont présents.

On trouve également dans les bitumes des métaux : vanadium (10-2000 ppm) ou nickel (20-200 ppm) mais aussi aluminium, silicium, chrome, cuivre, zinc, plomb, ...) à l'état de traces.

Le bitume est un mélange de composés hydrocarbonés de masses molaires et de structures chimiques variées, appartenant en majorité aux groupes aliphatiques et naphténiques. Les molécules des composés des bitumes sont constituées de motifs hydrocarbonés de quatre types énumérés dans le tableau I.2, toutefois, rares sont les molécules constituées d'un seul de ces motifs.

Tableau I.2. Motifs hydrocarbonés composant la molécule de bitume [22]

<b>Paraffiniques</b> saturés linéaires ou ramifiés (chaînes linéaires sans cycle)	<p><b>Chaînes linéaires</b> </p> <p><b>ramifiées</b> </p>
<b>Naphténiques</b> saturés cycliques (cycles à liaisons simples)	
<b>Aromatiques</b> : présence d'au moins un cycle avec doubles liaisons de type benzène	<p></p> <p><b>Benzène</b></p>
<b>Oléfines</b> : chaînes contenant une ou plusieurs doubles liaisons	

La figure I.5 énumère les différents constituants chimiques entrant dans la composition des maltènes et asphaltènes.

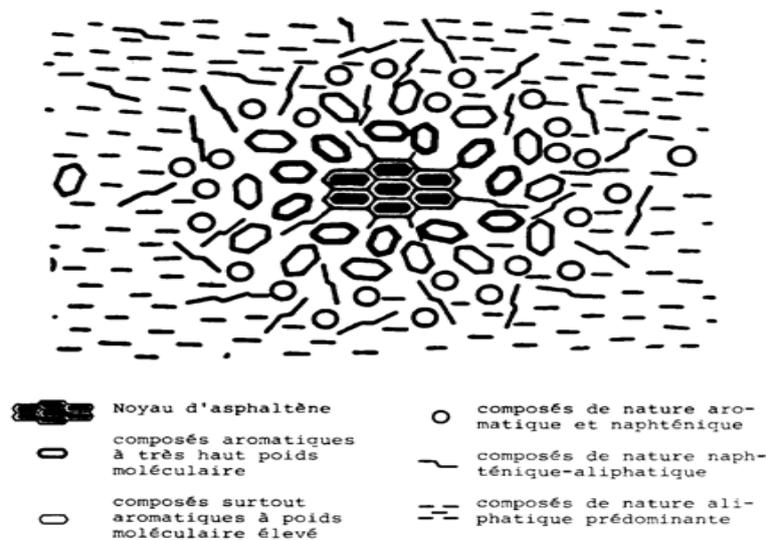


Figure I.5. Constitution chimique des micelles d'asphaltènes et de maltènes [39]

### I.1.5. Description de la structure Sol/Gel d'un bitume

Les proportions relatives des différentes familles de constituants, citées ci-dessus, influent énormément sur l'équilibre et la structure du système colloïdal bitumineux. En effet, les particules solides sous forme de micelles de quelques microns de diamètre (les asphaltènes) se trouvent dispersés dans une phase liquide et continue (les maltènes).

Selon le degré de dispersion et d'organisation des micelles dans la phase dispersante, on distingue deux grandes classes de structure pour bitume;

- Structure de type **Sol** : dispersion complète, bitume riche en huiles aromatiques et résines (milieu solvant) et pauvres en huiles saturées (milieu floculant) et asphaltènes.
- structure de type **Gel** : dispersion partielle, bitume pauvre en aromatiques et résines mais riche en huiles saturées et asphaltènes, cas des bitumes fortement soufflés.

La structure de type Sol-Gel, structure intermédiaire, est caractérisée par des agglomérats de micelles d'asphaltènes baignant dans un milieu dispersant structuré par les résines. La plupart des bitumes routiers possèdent cette structure intermédiaire et présentent, de ce fait, un comportement viscoélastique.

Pour connaître la position des bitumes fabriqués par rapport aux deux états extrêmes Sol et Gel, on fait référence à l'indice d'instabilité colloïdal « IC », défini comme suit:

$$IC = (\% \text{ Asphaltènes} + \% \text{ Saturés}) / (\% \text{ Résines} + \% \text{ Aromatiques})$$

Lorsque l'IC est faible, le bitume est désigné comme un Sol, par contre lorsque l'IC est fort, le bitume est désigné comme un Gel. La figure I.6 schématise selon le cas la structure des deux types de bitume Sol et Gel.

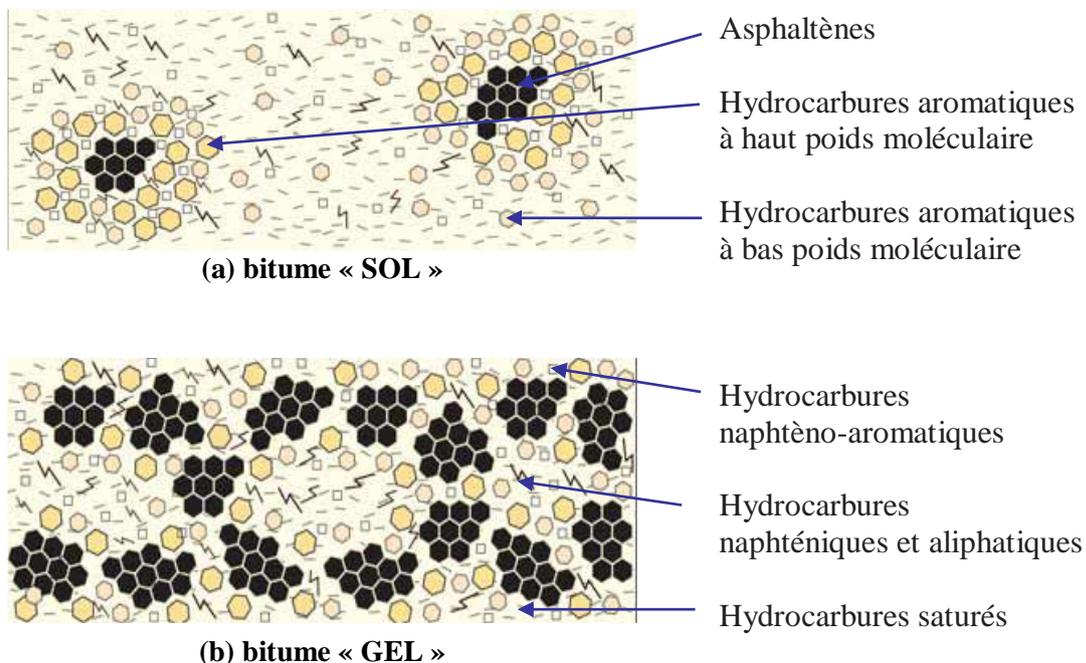


Figure I.6. Représentation schématique des 2 types de structure de bitume [29,36]

D'après l'indice d'instabilité colloïdal IC, la structure du bitume peut être classée en fonction de sa composition générique comme exposé en tableau I.3.

**Tableau I.3. Structures des bitumes en fonction de leurs compositions génériques [36]**

Type de structure	Asphaltènes (%)	Résines (%)	Huiles (%)
Gel	> 25	< 24	> 50
Sol	< 18	> 36	< 48
Sol - Gel	21 à 33	30 à 34	45 à 49

**Remarque:** En domaine routier, les structures Sol-Gel sont les plus appropriées.

### I.1.6. Vitrification et cristallisation des bitumes

La vitrification concerne la phase huileuse, les maltènes, qui ne cristallisent pas mais vitrifient à basse température, cela s'observe aisément par calorimétrie différentielle ou par des mesures diélectriques. Typiquement, la température de transition vitreuse d'un bitume se situe entre -50 et -10 °C et s'étale sur une dizaine de degrés. [60]

Pour ce qui est de la cristallisation, celle-ci affecte un type de paraffines au sein du bitume dites paraffines cristallisables qui présentent des fusions brutales aux températures 40-60 °C. Dans la zone de température de fusion et de dissolution des paraffines présentes dans le bitume, on note un comportement thixotrope des bitumes.

Les paraffines cristallisables, qui sont des alcanes linéaires de masse molaire faible, peuvent être aisément différenciées parmi les dérivées saturées, par les techniques calorimétriques.

La teneur en paraffine n'est pas le seul critère à prendre en considération pour en étudier l'influence sur les propriétés mécaniques et physique des bitumes. Il faudrait préciser leur état de dispersion dans le bitume, leur structure et leur capacité d'interaction avec les asphaltènes. [60]

## I.2. CARACTERISATION PHYSIQUE DES BITUMES

Le bitume utilisé dans les enrobés confère aux revêtements de chaussées des propriétés viscoélastiques. Un bitume approprié assure des performances sur le plan de la résistance à l'orniérage, à la fissuration thermique, à la fissuration dû à la fatigue et à l'arrachement; ces caractéristiques contribuent à la réalisation de revêtements sécuritaires, durables et économiques.

Plusieurs types d'essais permettent de caractériser les bitumes. Cependant, deux principales catégories se distinguent : les essais standards de caractérisation (mis au point dans les années 1920) et les essais rhéologiques (apparus dans les années 1940). [49]

- les essais technologiques (ou standard) permettent de caractériser la consistance du produit dans des conditions normalisées. Ils définissent les spécifications sur lesquelles sont fondés les choix des bitumes pour les diverses applications. [8]
- les essais rhéologiques permettent de mesurer une grandeur physique définie (module, complaisance, viscosité). La rhéologie est l'étude physique des déformations de la matière liées à la viscosité, la plasticité, l'élasticité et l'écoulement sous l'effet des contraintes. La mesure de ces grandeurs physique a pour but de prévoir le comportement mécanique des matériaux, et en l'occurrence, du bitume. [8]

Les tests du premier type permettent de « matérialiser » simplement le comportement du matériau, alors que les mesures mécaniques, plus complexes et plus longues à exécuter, apportent plutôt des éléments de compréhension de ce comportement.

### **I.2.1. Essais technologiques**

Le bitume est caractérisé conventionnellement par un panel d'essais dits « technologiques » qui permettent d'évaluer la consistance d'un bitume et son évolution en fonction du temps, ces essais sont normalisés à l'échelle européenne. Dans ce qui suit, on indique les essais les plus courants entrant dans cette catégorie d'essais.

#### **I.2.1.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille (NF T66-004)**

Cet essai, permet d'apprécier la consistance d'un bitume, par mesure de l'enfoncement à une température de 25°C d'une aiguille normalisée chargée à 100g dans un échantillon de bitume durant un intervalle de temps de 5sec. La pénétrabilité est alors la distance parcourue par l'aiguille, exprimée au 1/10<sup>e</sup> de millimètres mesurée par un pénétromètre (figures I.7 et I.8).

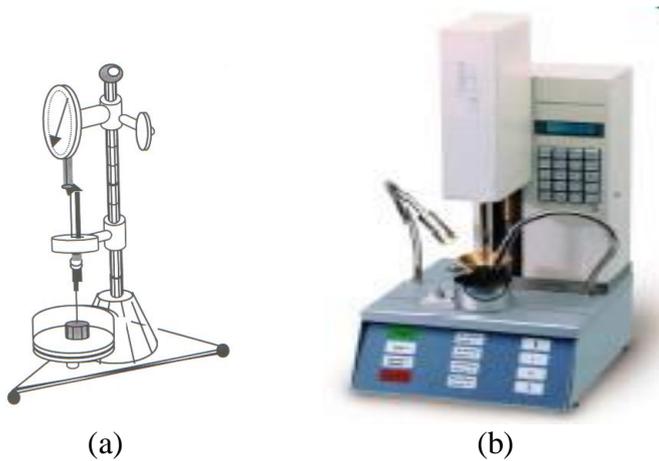


Figure I.7. Pénétrromètre a : à aiguille, b : automatique

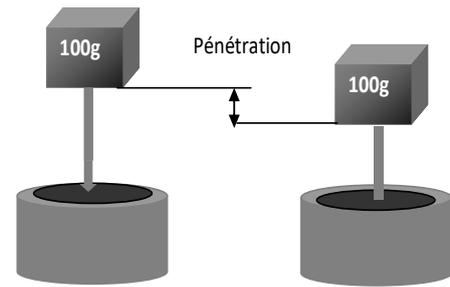


Figure. Essai de pénétrabilité pour le bitume

Figure I.8. Principe de l'essai de pénétrabilité du bitume

Cet essai permet également la mesure de la susceptibilité du bitume (indice de pénétrabilité) à partir de mesures de la pénétrabilité à différentes températures.

Le tableau ci-dessous regroupe les catégories de bitume commerciales.

Tableau I.4. Catégories de bitumes routiers[10,20]

Consistance	Dur				Mou
Appellation	20/30	40/50	60/70	80/100	180/220
Pen. 25°C	20 à 30	35 à 50	50 à 70	70 à 100	180 à 220
TBA °C	55 à 63	50 à 56	45 à 51	42 à 48	34 à 43

On utilise également la notion d'indice de pénétrabilité les (IP) pour caractériser la susceptibilité thermique d'un bitume. On notera qu'on peut déterminer IP de deux manières; [7]

- soit à partir de Pen25 (pénétrabilité à 25°C) et de TBA en considérant que cette température correspond à une pénétrabilité de l'ordre de 800 (IP de Pfeiffed),
- soit en effectuant des mesures de pénétrabilité à différentes températures (en général entre 10 et 35°C) (IP dit LCPC) par l'application de la formule :

$$(\log P1 - \log P2)/(T1 - T2) = 1/50 * (20 - IP)/(10 + IP)$$

Le bitume est d'autant moins susceptible à la température que l'IP est plus élevé en valeur algébrique. Il est à noter que les bitumes d'IP bas, ont tendance à avoir des caractéristiques newtoniennes et visqueuses (type SOL). Lorsque l'IP augmente, les caractéristiques sont de plus en plus non-newtonienne et élastiques (type GEL). [8]

### I.2.1.2. Point de ramollissement bille et anneau (NFT66-008)

Cet essai détermine la température à laquelle un produit bitumineux atteint un certain degré de ramollissement dans les conditions normalisées. Le bitume est liquéfié par chauffage et versé dans deux anneaux en laiton de dimensions normalisées, puis refroidi à la température ambiante. Une bille d'acier est placée au centre de l'échantillon puis l'ensemble est chauffé progressivement à raison de 5°C par minute.

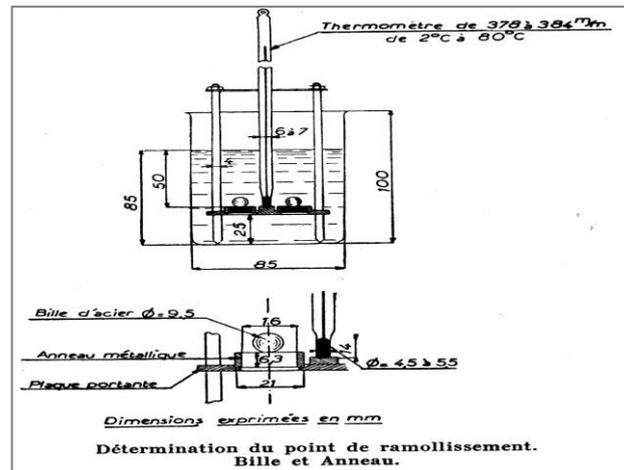


Figure I.9. Schéma de principe de l'essai TBA

La température correspondant à l'instant où la bille d'acier touche la plaque inférieure est le point de ramollissement bille et anneau (TBA) du bitume considéré (figure I.9). La TBA ainsi obtenue caractérise la susceptibilité thermique du matériau; plus la température bille-anneau est faible, plus est susceptible le bitume

Les résultats des deux essais empiriques précédents (Pénétrabilité à 25°C et Température Bille Anneau) permettent l'identification et le classement du bitume relatif.

### I.2.1.3. Teneur en asphaltènes (NF T66-015)

Elle sert de point de repère pour caractériser le vieillissement du bitume. On mesure la proportion de bitume non soluble dans l'heptane.

### I.2.1.4. Densité relative (NF T66-007)

La densité des bitumes mesurée au pycnomètre se fait généralement à 25°C. Elle est définie par le rapport de la masse d'un volume de bitume donné à une température donnée sur celle d'un égal volume d'eau mesurée à la même température.

La connaissance de la densité des produits bitumineux permet de:

- trouver les volumes à partir des masses et vice-versa,
- calculer le pourcentage des vides dans les mélanges bitumineux routiers compactés.

#### **I.2.1.5. Perte de masse au chauffage (NF T66-011)**

Le bitume soumis à des températures élevées, voit sa masse diminuer avec le temps. La perte de masse au chauffage du bitume est le rapport exprimé en pourcentage de la différence de masse entre la prise initiale de bitume (avant chauffage) et la prise finale sur la masse initiale. L'échantillon de bitume est placé dans une étuve et chauffé pendant cinq heures à une température de 160°C.

Cet essai a pour but de rendre compte des modifications apportées aux propriétés du bitume après l'action de la chaleur et d'en déduire une indication approximative sur sa stabilité dans le temps et sous l'action des agents atmosphériques.

#### **I.2.1.6. Point d'éclair et point de flamme (NF T60-118)**

Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle les vapeurs s'enflamment à l'approche de la flamme. Le point de feu est déterminé à partir du moment où l'huile prend feu et brûle pendant au moins cinq secondes.

L'une des méthodes pour la détermination du point d'éclair est l'essai du point d'éclair à "l'appareil Cleveland à vase ouvert". On utilise un vase de laiton qui est partiellement rempli de bitume et chauffé. Une petite flamme est amenée au dessus de la surface de l'échantillon périodiquement, puis on note la température à partir de laquelle il y aura assez de dégagement de vapeurs pour produire un éclair instantané. Cette température sera désignée comme étant le point d'éclair. Cet essai sert à éviter les incendies lors de la fabrication de l'enrobé bitumineux.



**Figure I.10. Essai de détermination du point d'éclair**

#### **I.2.1.7. Solubilité (NF T 66-012)**

Cet essai détermine le degré de solubilité des matériaux bitumineux dans des solvants tels que le trichloréthylène, le sulfure de carbone ou le tétrachlorure de carbone. Il permet ainsi d'apprécier la pureté du bitume.

La solubilité est déterminée en dissolvant le bitume dans le solvant et en séparant les parties solubles et insolubles par filtration. La partie insoluble est séchée puis pesée. Le pourcentage insoluble est calculé et retranché à 100 pour obtenir le

pourcentage de matières solubles. Les produits bitumineux convenables obtenus à partir du pétrole non associé à d'autres matériaux ont une solubilité d'au moins 99,5% dans le solvant.

#### **I.2.1.8. Ductilité (NF T 66-006)**

Cet essai consiste à mesurer l'allongement d'une éprouvette de bitume de forme déterminée. La ductilité est la longueur exprimée en centimètres à laquelle peut être étirée une briquette standard de bitume sans se rompre sous des conditions contrôlées. La section transversale minimum de la briquette est de 1 cm<sup>2</sup>.



**Figure I.11. Exemple de ductilomètre**

L'essai de ductilité standard est exécuté sur les bitumes routiers à la température de 25°C, la vitesse d'étirage ou de séparation des deux extrémités de la briquette est de 5 cm/min.

#### **I.2.1.9. Température de fragilité Fraass (NF T 66-026)**

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 et d'essai bien définies. Cet essai renseigne sur les propriétés à froid d'un bitume.

D'après les travaux de Van der Poel, il s'agit d'une température d'iso-consistance correspondant à un module de 100 MPa pour un temps de charge de 11s et une pénétration de 1,25 dixième de millimètre. [22]

#### **I.2.1.10. Essai RTFOT (NF T 66-032)**

L'essai RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) est un test simulant l'oxydation du bitume lors du mélange de ce dernier avec les agrégats rocheux. Le bitume placé en film mince est régulièrement exposé à un flux d'air chaud dont le débit est contrôlé. Les propriétés habituelles du liant sont ensuite mesurées (pénétrabilité, température de ramollissement bille-anneau). Ces valeurs après RTFOT qui sont plus proches de celles du liant extrait de l'enrobé, sont comparées à celles obtenues auparavant.

A l'enrobage, les granulats chauffés aux environs de 160°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'essai RTFOT est employé pour évaluer jusqu'à quelle limite le bitume est abimé lors de la confection de l'enrobé. L'essai reproduit assez bien l'oxydation et les pertes de matières volatiles qui apparaissent dans la centrale d'enrobage et lors de la mise en œuvre [Figure I.12].

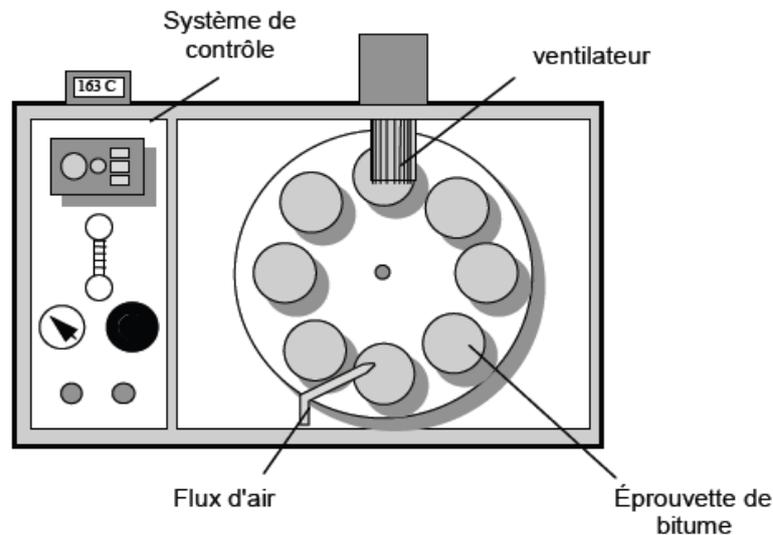


Figure I.12. Essai RTFOT [6,36]

#### I.2.1.11. Essai Pressure Aging Vessel (AASHTO PP1)

L'essai PAV "Pressure Aging Vessel" permet de simuler le vieillissement d'un bitume sur une route pendant 5 à 10 années de service.

Le résidu de l'essai RTFOT est chauffé et versé dans des plateaux métalliques 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 entre 90 et 110°C, une pression d'air de 300psi (2,1MPa) est appliquée dans le récipient.

Après 20 heures, 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 BA. Ces valeurs, dites après PAV, sont alors comparées aux valeurs initiales et aux valeurs obtenues après RTFOT. La figure I.13, illustre le processus d'essai.

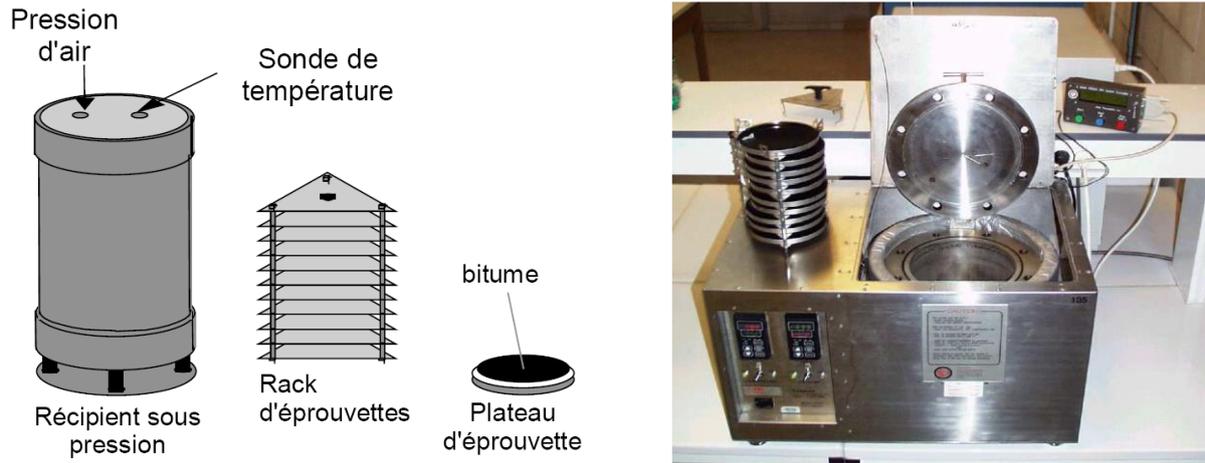


Figure I.13. Processus & Equipements pour l'essai PAV [8]

### I.2.2. Essais rhéologiques

Par essais rhéologiques (ou mécaniques), il est entendu que ce sont essentiellement des essais permettant de mesurer une grandeur physique définie telle que : module, complaisance, viscosité, module, ... Les essais rhéologiques, permettent de préciser le comportement des bitumes dans une large gamme de température et de sollicitation en vue d'atteindre les meilleures conditions d'utilisation des bitumes. [8]

Les méthodes de mesure des propriétés rhéologiques sont essentiellement des essais:

- comportant un échelon de sollicitation instantanée,
- de relaxation à déformation constante,
- de fluage à contrainte constante et leur recouvrance,
- à sollicitations périodiques.

Les propriétés rhéologiques du bitume sont essentielles sur le plan fonctionnel pour l'obtention de performances désirées des enrobés utilisés. Pour les bitumes, on utilise principalement la traction (à froid) et le cisaillement (à chaud).

Les essais ci-après englobent des exemples d'essais mécaniques.

#### I.2.2.1. Viscosité (ASTM D2170 & D217178)

La viscosité est définie comme étant la résistance offerte par un fluide à la mobilité relative de ses molécules.

Soient deux plaques de surface  $S$  situées à une distance  $e$  et se déplaçant parallèlement l'une par rapport à l'autre sous l'effet d'une force  $F$  et à une vitesse  $V$ . La viscosité dynamique ( $\eta$ ) est définie par la relation :

$$\tau = \eta * D$$

Avec :  $\tau = F/S$  : est la contrainte de cisaillement exprimée en  $[N/m^2]$  ou en  $[Pa]$   
 $D = V/e$  : est le taux de cisaillement exprimé en  $[s^{-1}]$   
 $\eta$  : viscosité dynamique

La viscosité cinématique est le rapport de la viscosité dynamique à la densité du bitume. Le viscosimètre "STV" permet la détermination de la viscosité spécifique des bitumes purs et cut-backs, tandis que la viscosité des émulsions de bitumes est déterminée au viscosimètre "Engler". L'appareillage d'essai est constitué de deux thermomètres (0 à 60°C) et (0 à 150°C) et d'une fiole normalisée selon la nature du bitume.

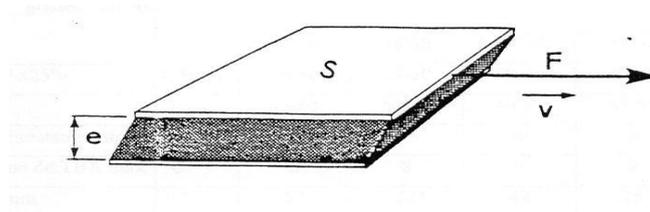


Figure I.14. Modèle de détermination de la viscosité

### I.2.2.2. Essai de cisaillement dynamique au rhéomètre

L'essai connu sous les initiales DSR (Dynamic Shear Rheometer), le film de bitume est cisailé entre deux plaques cylindriques. Le DSR mesure la déformation de cisaillement générée par l'application de la contrainte de cisaillement. Il permet de caractériser le comportement viscoélastique des bitumes, notamment par la détermination du module de cisaillement  $G$  et de l'angle de phase.

Ces tests sont effectués à chaud (52°C à 76°C) sur les bitumes avant et après étuvage accéléré en couche mince (RTFOT), comme ils peuvent être effectués à froid (4°C à 25°C) dans le cas des bitumes ayant subi la simulation de vieillissement sous pression (PAV) [figure I.15].

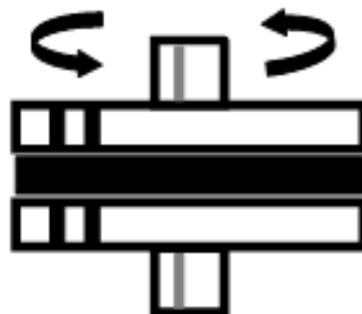


Figure I.15. Schéma de principe du DSR

### I.2.2.3. Essai de fluage en flexion (AASHTO TP1)

Appelé couramment BBR (Bending Beam Rheometer Test), cet essai permet de décrire la fonction de fluage du bitume à basse température. Il consiste à mesurer la déflexion en fonction du temps d'une éprouvette bitumineuse rectangulaire, préalablement refroidie à la température désirée, sous l'action d'une force constante appliqué en son milieu et à une température donnée.

Le module en flexion  $S(t,T)$  en fonction du temps de charge pour différentes températures  $T$ , peut être calculé en fonction des dimensions du barreau, de la charge et de la déflexion (Migliori *et al.*, 1996).

A partir de ces courbes, on détermine pour chaque température le module de rigidité au bout de 60 secondes de temps de chargement et la pente  $m(60)$  de la courbe de variation du logarithme du module de rigidité en fonction du logarithme du temps de charge, calculé à 60s.

Les tests de BBR sont effectués avant et après le séjour du bitume dans la bombe de vieillissement sous pression (PAV).



Figure 1.16. Schématisation du principe de l'essai BBR [50]

Selon le programme SHRP (Strategic Highway Research Program) lancé en 1988 et poursuivi en 1996, quatre types d'essai, consignés dans le tableau I.5, sont choisis comme essais mécaniques sur les liants. [49]

Tableau I.5. Essais mécaniques sur les liants

Type d'essai	But de l'essai
Dynamic Shear Rheometer (DSR) Rhéomètre de cisaillement dynamique	Mesurer les propriétés du liant à hautes et moyennes températures
Rotational Viscometer (RV)	Mesurer les propriétés du liant à hautes températures
Bending Beam Rheometer (BBR) Essai de flexion de poutre)	Mesurer les propriétés du liant à basses températures
Essai de Traction Direct (ETD)	Mesurer les propriétés du liant à basses températures

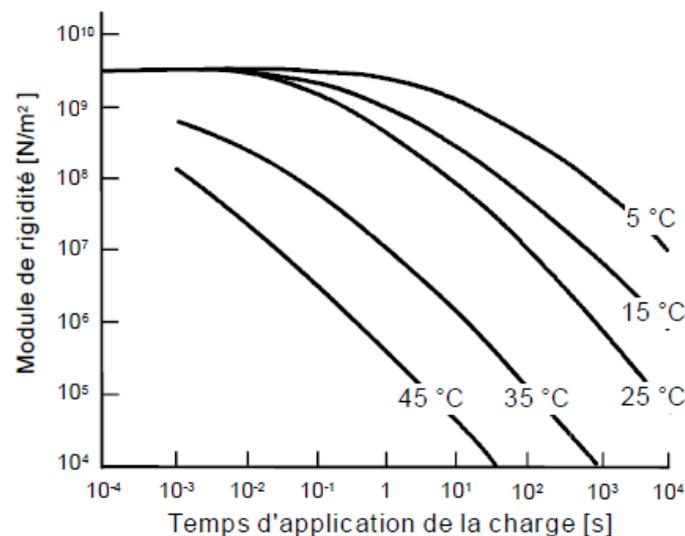
#### I.2.2.4. Essai de mesure du module complexe

Le module de rigidité du bitume, comme tous les matériaux viscoélastiques, dépend fortement du temps de chargement et de la température considérée [Figure I.17]. Cette notion d'équivalence temps-température est caractéristique de tous les corps viscoélastiques.

Selon C. Van der Poel, qui a étudié le module de rigidité de plusieurs matériaux, les bitumes en général, ne sont ni des solides élastiques idéaux répondant à la loi de Hooke, ni des liquides visqueux idéaux « newtoniens », mais présentent des propriétés combinées de l'un et de l'autre, en fonction du temps d'application de la charge et de la température à laquelle ils sont soumis.

Aux basses températures, le module de rigidité est pratiquement indépendant de la durée d'application de l'effort si celle-ci reste faible. Cela signifie que, dans cette zone, le bitume a un comportement essentiellement élastique.

Avec l'augmentation de la température et du temps de charge, on constate que le module de rigidité décroît et qu'il devient inversement proportionnel au temps. Le bitume présente alors un comportement visqueux.



**Figure I.17. Variation du module de rigidité en fonction du temps de charge et de la température [6]**

Le principe de la mesure, du module complexe, est de soumettre le bitume à une déformation ou une contrainte sinusoïdale imposée et à mesurer la réponse de l'échantillon. Dans ce type d'essai, le rapport effort ou contrainte sur la déformation relative définie pour ces matériaux est un nombre complexe.

Le module complexe peut se mesurer sur les bitumes soit:

- à basse température, en traction-compression sur des éprouvettes cylindriques. Le module identifié en traction-compression est symbolisé par E ;
- à haute température, en cisaillement annulaire (cylindres coaxiaux coulissant l'un dans l'autre). On a alors le module de cisaillement symbolisé par G.

Pour les matériaux homogènes et isotropes, sachant que E est le module d'Young, G le module de cisaillement et  $\mu$  le coefficient de Poisson On a :

$$E = 2 \cdot (1 + \mu) G$$

Dans le cas où  $\mu = 1/2$  on a  $E = 3G$

On définit le module complexe comme le rapport entre l'amplitude complexe de la contrainte sinusoïdale de pulsation  $\omega$  appliquée au matériau et l'amplitude complexe de la déformation sinusoïdale qui en résulte en régime établi.

$$\text{Contrainte appliquée : } \sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t) = \text{Im}(\sigma^*)$$

$$\text{Déformation résultante : } \varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t - \varphi) = \text{Im}(\varepsilon^*)$$

La déformation est en retard par rapport à la contrainte appliquée, ce qui est matérialisé par un angle de déphasage  $\varphi$ . Ce déphasage dépend de la fréquence et de la température. Ceci reflète le caractère viscoélastique du bitume. Ce raisonnement peut être appliqué quel que soit le mode de sollicitation utilisé : traction, compression ou cisaillement.

La variation du module complexe ( $E'$ ,  $E''$ ) peut être représenté de plusieurs manières : en fonction de la température, de la fréquence et de l'angle de déphasage.

En résumé, le tableau I.6 donne les marges de température correspondant à chaque essai énuméré ci-dessus.

**Tableau I.6. Plages de température des sollicitations mécaniques  
et essais correspondants [36]**

Phénomène	Fissuration Fragilité	Fatigue thermique et mécanique	Orniérage	Fabrication et Mise en œuvre
Marge de températures [°C]	Basse -20	Moyenne +20	Elevée +60	Très élevée 130 à 180
Essais technologiques	Fraass - BBR -	Pénétrabilité	TBA-IP Pfeiffer	RTFOT
Essais mécaniques	Traction SHRP Mod. complexe /angle de phase	Tract. Directe Mod. complexe /angle de phase	Viscosité à 60°C Mod. Complexe /angle de phase	Viscosité à 60°C RTFOT Mod. complexe /Angle de phase

### I.2.3. Spécifications concernant les bitumes

Le tableau I.7 présente les spécifications relatives aux bitumes à usage routier, selon La norme française T66 001.

**Tableau 1.7. Spécifications des bitumes purs selon la norme T66 001**

Spécifications des bitumes routiers de grade 20/30 à 160/220	Unité	Méthode	Désignation des classes appropriées				
			20/30	35/50	50/70	70/100	160/220
Pénétrabilité à 25°C	0,1 mm	EN 1426	20 - 30	35 - 50	50 - 70	70 - 100	160 - 220
Point de ramollissement	°C	EN 1427	55 - 63	50 - 58	46 - 54	43 - 51	35 - 43
Résistance au durcissement RTFOT à 163°C		EN 12607-1					
Variation de masse, maximum, ±	%	EN 12607-1	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Pénétrabilité restante après durcissement, minimum	%	EN 1426	55	53	50	46	37
Point de ramollissement après durcissement, minimum	°C	EN 1427	57	52	48	45	37
Augmentation du point de ramollissement, maximum	°C	EN 1427	8	8	9	9	11
Point d'éclair, minimum	°C	EN 22592	240	240	230	230	220
Solubilité, minimum	% (n/m)	EN 12592	99,0	99,0	99,0	99,0	99,0
Teneur en parffines, maximum	% (n/m)	EN 12606-2	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5

Enfin, concernant les bitumes, le tableau I.8 résume les différentes spécifications relatives à chaque grade de bitume.

**Tableau 1.8. Spécifications des bitumes purs [49]**

Caractéristiques	Normes de référence	Classe				
		20/30	35/50	50/70	70/100	180/220
Pénétrabilité à 25°C, 100g ,5S [1/10 <sup>e</sup> mm]	NF T-66 - 004	20/30	35/50	50/70	70/100	180/220
Ductilité à 25°C [cm]	NF T-66 - 006	≥ 25	≥ 60	≥ 80	≥ 100	≥ 100
Densité relative à 25°C	NF T-66 - 007	1,0 - 1,1		1,0 - 1.07		
Point de ramollissement bille et anneau (TBA) [°C]	NF T-66 - 008	55/63	50/56	45/51	42/48	34/43
Perte de masse au chauffage [%]	NF T-66 - 011	-	-	-	-	≤ 2
Pénétrabilité restante après perte de masse au chauffage	NF T-66 - 011	-	-	-	-	≥ 70
Solubilité [%]	NF T-66 - 012	≥ 99,5	≥ 99,5	≥ 99,5	≥ 99,5	≥ 99,5
Teneur en paraffine [%]	NF T-66 - 015	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5
Point d'éclair [°C]	NF T-66 - 118	≥ 250	≥ 250	≥ 230	≥ 230	≥ 230
Point de fragilité Fraass [°C]	NF T 66 – 026	-	-	-	≤ -10	≤ -13
ΔT bille et anneau après RTFOT [°C]	NF T 66 – 032	≤ 8	≤ 8	≤ 8	≤ 9	-
TBA minimale après RTFOT [°C]	NF T 66 – 032	≥ 57	≥ 52	≥ 47	≥ 44	-
Pénétrabilité restante après RTFOT [%]	NF T 66 – 032	≥ 60	≥ 60	≥ 60	≥ 55	-

## I.3. ENROBÉS BITUMINEUX

### I.3.1. Méthodes de formulation des enrobés bitumineux

L'enrobé bitumineux est un mélange dans une proportion choisie d'agrégats, de fines et de bitume (5 à 7 % en masse). Dans ce mélange, le liant hydrocarboné est principalement responsable de la cohésion tandis-que le squelette minérale constitué par les granulats assure la rigidité de l'ensemble.

Partant des propriétés de chaque élément jusqu'aux propriétés de l'enrobé résultant. Une formulation d'un enrobé adéquat fait appel à des propriétés physico-chimiques et mécaniques bien spécifiques au liant et aux granulats. Le but est la recherche de la composition la plus performante vis-à-vis des conditions exigées par la mise en œuvre et lors de l'exploitation.

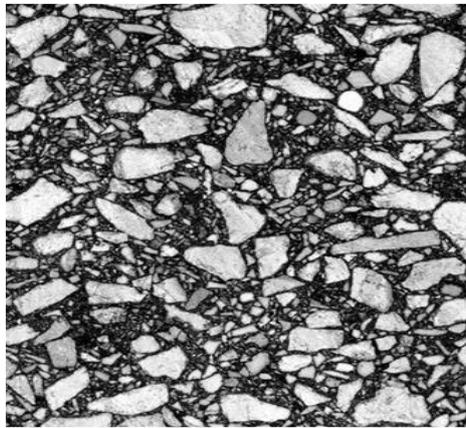


Figure I.18. Matériaux bitumineux [40]

L'objectif principal de la formulation est de déterminer une composition optimale de granulats, de liants et de vides qui permette d'atteindre les performances visées

Actuellement, plusieurs méthodes de formulation pour enrobés bitumineux (BB et GB) sont utilisées dans les différents laboratoires dont les plus courantes sont :

- Méthode Hveem
- Marshall mix design
- Superpave mix design
- Méthode française
- Formulation C.R.R
- Formulation algérienne.

En revanche, on distingue aussi des méthodes de formulation dites «traditionnelles» et les méthodes basées sur des essais mécaniques qualifiés de «modernes».

- **Méthodes de formulation basées sur les essais traditionnels** : Ces méthodes traitent un seul aspect du comportement mécanique des enrobés à savoir la rupture plastique d'une éprouvette dans des conditions standard de température, d'humidité et de charge basées sur le principe que le choix de la composition appropriée doit répondre aux exigences de résistance. Les essais mécaniques traditionnels les plus utilisés sont :
  - essai de fluage Marshall
  - essai Duriez

Il y'a lieu de signaler qu'en Algérie la méthode de formulation des enrobés bitumineux à chaud (Béton bitumineux et Grave bitume) est basée uniquement sur les deux essais traditionnels : Marshall et Duriez.

L'organigramme ci-dessous résume les différentes étapes d'une formulation d'enrobé bitumineux telle que pratiquée dans les laboratoires algériens.

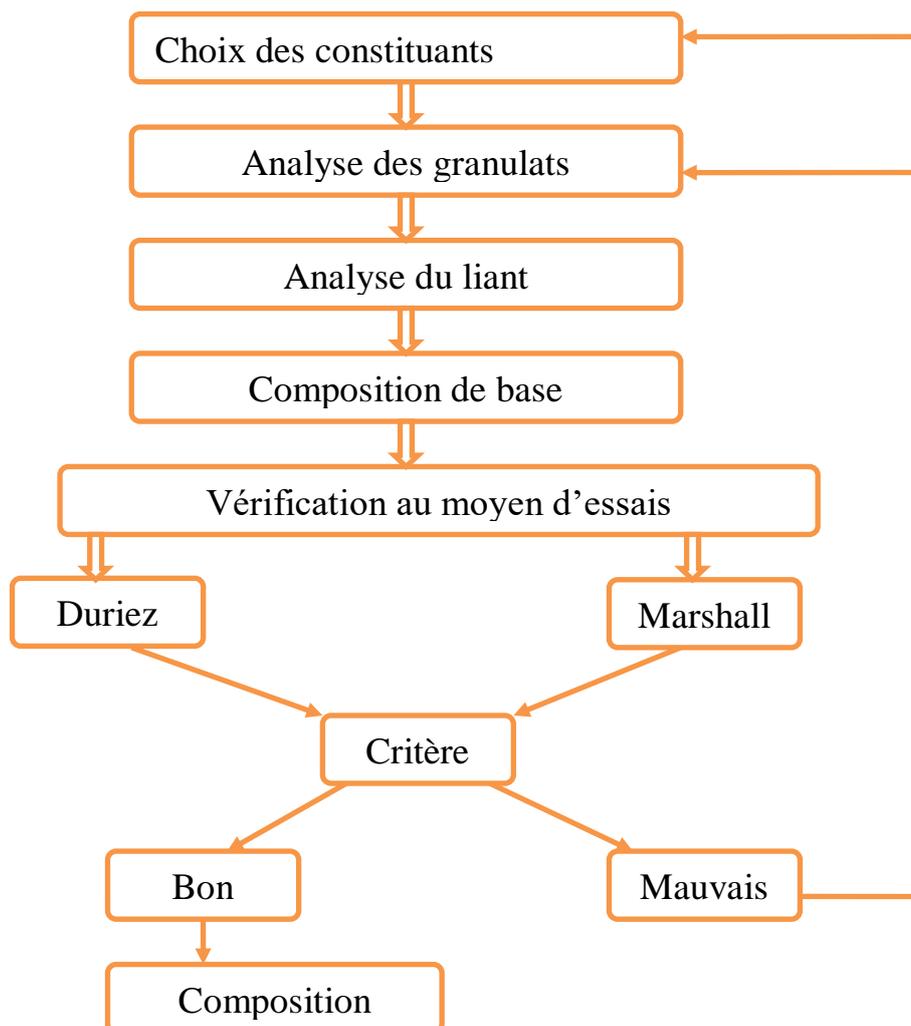


Figure I.19. Organigramme de formulation des enrobés bitumineux[21]

- **Méthodes de formulation basées sur les essais mécaniques modernes :** ce type d'essais a pour but de déterminer les caractéristiques intrinsèques du comportement du matériau. A.G. Dumont propose une classification de ces essais en fonction de quatre propriétés appréhendées à différents temps pour les enrobés bitumineux à savoir : l'aptitude au compactage pour le court terme, l'orniérage et la fatigue pour le moyen terme et la durabilité pour le long terme. Les essais les plus utiles sont :
  - essai de module complexe,
  - essai de fatigue et
  - essai de fluage dynamique.

### **I.3.2. Détermination des propriétés mécaniques des enrobés bitumineux**

#### **I.3.2.1. Comportement mécanique des enrobés bitumineux**

Le comportement mécanique d'un enrobé bitumineux peut être classé selon le niveau de déformation imposé ( $\epsilon$ ) et le nombre de cycle de sollicitation (N) (Di Benedetto et De La Roche 1998). Pour cela, trois types principaux de comportement peuvent être identifiés :

- **comportement non-linéaire :** dans le cas de sollicitations à fortes amplitudes de déformation (quelques %), le comportement mécanique de l'enrobé est fortement non-linéaire ; il faut peu de cycles de chargement répété pour atteindre la rupture.
- **comportement viscoélastique linéaire (VEL) :** À de faibles amplitudes de sollicitation (inférieure à  $10^{-4}$ ), l'enrobé bitumineux présente un comportement viscoélastique linéaire. Dépendamment des conditions d'essai et de l'enrobé testé, ce comportement s'observe que pour une plage de sollicitations restreinte (de quelques cycles à quelques centaines de cycles).
- **endommagement par "fatigue" :** À de faibles amplitudes de sollicitation, le nombre de cycle joue un rôle déterminant. Sous l'action d'un nombre élevé de cycles imposés, plusieurs dizaines de milliers, le comportement mécanique de l'enrobé présente un phénomène d'endommagement, le matériau se "fatigue". L'endommagement est une dégradation progressive des caractéristiques mécaniques du matériau jusqu'à la rupture.

La figure I.20, fournit un ordre de grandeur des différents domaines de type de comportement pour une température donnée. Les frontières indiquées peuvent varier sensiblement selon le matériau, la température et le chemin de sollicitation. [33]

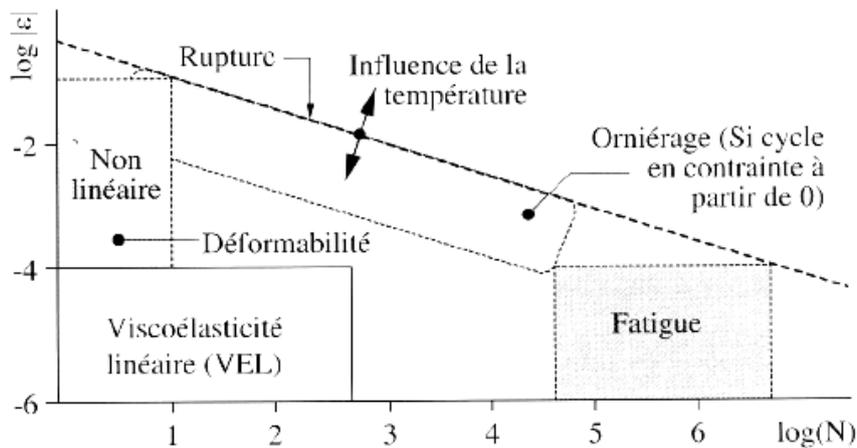


Figure I.20. Types de comportement des matériaux bitumineux (Di Benedetto et Corté, 2005) [6,13,33,40]

### I.3.2.2. Classification des essais mécaniques sur les enrobés

Deux terminologies majeures existent quant à la classification des essais relatifs aux enrobés bitumineux, il s'agit de :

- la classification de Bonnot et
- la classification de Di Benedetto

#### ❖ Classification de Bonnot

D'après Bonnot 1973 et 1984, les essais de caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux bitumineux sont répartis, selon l'interprétation de l'essai, en trois catégories;

- **Essais empiriques** : le mode de sollicitation est très différent de celui existant in situ, et qui ne permettent pas de déterminer une propriété intrinsèque du matériau. Seule l'expérience du praticien et des comparaisons pour de nombreux cas permettent de tirer une conclusion toute relative sur le comportement en place de l'enrobé bitumineux.
- **Essais de simulation** : dans lesquels on soumet le matériau à des sollicitations les plus proches possibles, bien qu'à l'échelle réduite, de celles qui existent dans l'ouvrage considéré, pour une propriété d'usage donnée. La simulation de la propriété d'usage de l'ouvrage (orniérage, fissuration à basse température...) par un modèle expérimental ne permet pas une simulation précise des

sollicitations, notamment du fait des conditions aux limites et des phénomènes des lois d'échelle (passage du modèle à l'ouvrage).

- **Essais de détermination** : dans lesquels on soumet le matériau à des sollicitations simples, parfaitement définies, qui permettent d'isoler les propriétés intrinsèques des matériaux, c'est-à-dire indépendantes des conditions d'essais. Ainsi les résultats de ces essais permettent de passer, grâce à une modélisation de la structure de l'ouvrage et l'utilisation des lois de comportement de l'enrobé, à la propriété d'usage désirée.

#### ❖ Classification de Di Benedetto

Di Benedetto propose une autre terminologie selon l'état de contrainte et de déformation. Il considère deux grandes catégories : les essais non homogènes et les essais homogènes.

- **Essais homogènes** qui donnent, sans hypothèses complémentaires, accès à la loi de comportement du matériau, l'état de contrainte et de déformation est le même en chaque point de l'éprouvette testée.
- **Essais non homogènes** qui correspondent aux essais de structure dont l'interprétation est empirique et dont les caractéristiques de l'ouvrage sont déterminées par l'utilisation de loi de similitude (modèle réduit),

### I.4. ESSAIS NON HOMOGENES DES ENROBÉS

Les essais non homogènes les plus couramment réalisés dans les laboratoires algériens réalisés sur les enrobés bitumineux pour fins d'études et de formulation sont;

- Essai Marshall (norme EN 12697-34)
- Essai Duriez (norme EN 12697-12)
- Essai de compactage à la PCG (norme NF EN 12697-31)

A cet effet nous présenterons dans ce qui suit, une brève description de ces essais et leur principe d'essai.

#### I.4.1. Essai Marshall

L'essai Marshall est largement utilisé dans les laboratoires algériens et étrangers, il permet de déterminer sur éprouvettes confectionnées, les caractéristiques suivantes :

- la stabilité Marshall qui est la résistance maximale à l'écrasement entre mâchoires à la température de 60° C, à vitesse constante,
- le fluage Marshall qui est le raccourcissement (1/10 mm) du diamètre de l'éprouvette au moment de sa rupture
- la compacité Marshall à partir du pourcentage en vides.

Les éprouvettes compactées par impacts, sont immergées dans un bain d'eau à 60°C pendant 30 à 40 min, puis comprimées à vitesse constante 51mm/min en compression diamétrale empêchée au moyen de mémoire hémicycles.

Tout de même cet essai est largement critiqué pour les raisons suivantes:

- Le mode de confection des éprouvettes n'est pas représentatif du compactage obtenu sur chantier,
- L'optimum en terme de stabilité Marshall n'assure pas la résistance à l'orniérage sous l'effet du trafic.
- Le fluage donné par cet essai ne représente pas réellement ce phénomène sur terrain.



**Figure I.21. Presse de compression Marshall**

#### **I.4.2. Essai Duriez**

L'essai de compression simple Duriez a pour but de déterminer à 18°C, pour un compactage donné, la tenue à l'eau d'un enrobé bitumineux à chaud à partir des résistances à la compression avec ou sans immersion des éprouvettes confectionnées par compactage statique à double effet.

La masse volumique apparente est déterminée sur un nombre d'éprouvettes pour calculer la teneur en vides.



Figure I.22. Schéma de la presse Duriez avec éprouvette [60]

#### I.4.3. Essai de compactage à la presse à cisaillement giratoire (PCG)

La P.C.G permet de déterminer la courbe d'évolution de la compacité absolue en fonction du nombre de girations ( $n$ ) de l'appareil. L'enrobé est compacté à température constante dans un moule cylindrique tournant sur lui-même en créant un effet de 'pétrissage' simulant l'effet des compacteurs à pneu sur le chantier.

On mesure la hauteur  $h$  de l'éprouvette à chaque giration, ce qui permet de déterminer la compacité de l'enrobé et de représenter graphiquement la variation de compacité en fonction de l'énergie de compactage (ou nombre de girations).

La compacité absolue pouvant être atteinte sur chantier avec un atelier normal de compactage pour une épaisseur (en cm) de mise en œuvre est celle obtenue à la P.C.G pour un nombre de girations ( $n$ ) tel que :

$$n=10e$$



Figure I.23. Presse à cisaillement giratoire (PCG) [60]

## I.5. ESSAIS HOMOGENES SUR LES ENROBÉS BITUMINEUX

### I.5.1. Essais de fatigue (NFP 98-261-1)

Cet essai est conçu à partir de l'hypothèse de rupture par fatigue sous des sollicitations répétées à la base des couches d'enrobés. Pour cela, l'éprouvette d'enrobé est soumise à la flexion à température constante.

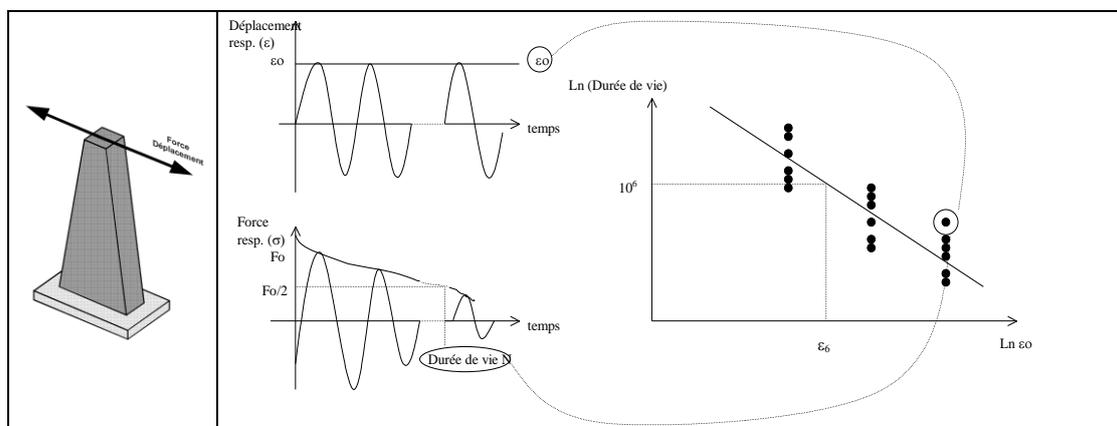
L'éprouvette étant encastrée à une base, on applique à l'extrémité libre des déplacements altératifs sinusoïdaux d'amplitude constante et enregistre la force ou le déplacement correspondant.

Le mode de fatigue peut être ;

- fatigue à amplitude de contrainte constante ou
- fatigue à amplitude de déformation constante.

La durée de vie est définie conventionnellement par le nombre de cycles qu'il faut appliquer jusqu'à ce que la force nécessaire au déplacement d'amplitude constante soit divisée par deux.

Le résultat est exprimé par la déformation admissible pour une durée de  $10^6$  cycles ( $\epsilon_6$ ). [Principe de l'essai, figure I.24].



**Figure I.24. Principe de l'essai de fatigue en flexion sur éprouvette trapézoïdale à déplacement imposé[31]**

### I.5.2. Essai à l'orniéreur

Cet essai est pratiqué pour apprécier la résistance à l'orniérage des couches de roulement et de base sous trafic fort et pourcentage en poids lourds assez élevé. Il permet de simuler au laboratoire la résistance de l'enrobé à l'orniérage. On détermine la profondeur d'ornière provoquée par le passage répété d'un pneumatique sur une plaque d'enrobé, de 5 ou 10 cm, à  $60^{\circ}$  C pour les couches de surface ou à  $50^{\circ}$  C pour les couches de base.

La plaque subit une énergie de compactage normalisée, plusieurs cycles sont appliqués 1000, 3000, 10 000, 30 000, 100 000, le résultat (profondeur d'ornièrre) est comparé à la norme.

### **I.5.3. Essais de fluage dynamique**

L'essai de fluage dynamique sur éprouvette cylindrique, conçue ou carottée, permet d'étudier l'ornièrre des chaussées et de mettre au point des formulations pour le maîtriser. L'essai permet :

- soit d'établir une loi complète du fluage dynamique d'un enrobé et de prévoir son comportement au sein de la chaussée,
- soit de faire un essai type pour choisir une formule optimale du point de vue de l'ornièrre.

Les éprouvettes cylindriques soumises à l'essai de fluage dynamique peuvent être les mêmes que celles qui subissent l'essai de module dynamique. Elles permettent d'étudier sur la même machine, à différentes températures, la vitesse de déformation permanente d'un enrobé bitumineux soumis à des compressions axiales sinusoïdales d'amplitude et de fréquences données qui s'ajouteront à une pression isotrope constante donnée.

### **I.5.4. Essai de module (MAER)**

Cet essai est destiné à la caractérisation du comportement mécanique de l'enrobé. Il permet en particulier de déterminer un module de rigidité en traction directe et d'avoir une estimation de la durée de vie en fatigue.

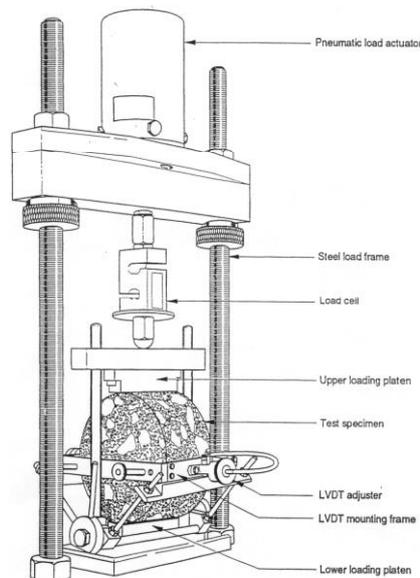
Il consiste à soumettre une éprouvette cylindrique de l'enrobé à une contrainte de traction pour différents niveaux de déformation et différents temps de chargement dans une gamme de températures allant de -10 à +30° C. [50]

Les modules sont généralement déterminés à : 0°, 10°, 20°, 30 et 40°C et aux temps de charges variant de 0,02 à 300 secondes. Il est à noter qu'un temps de charge de 0,02s correspond à un poids lourd roulant à 60 km/h.

### **I.5.5. Essai de module complexe (E\*)**

Cet essai caractérise le comportement viscoélastique des enrobés en fonction de la fréquence et de la température. Il est effectué sur une éprouvette d'enrobé trapézoïdale encastrée à sa base et sur l'extrémité libre de laquelle on applique un niveau de déplacement très faible créant une mise en flexion du corps d'épreuve en simulant l'effet du trafic. A partir de la force résultante, on calcule le module dans une large gamme de températures et pour plusieurs fréquences.

Les essais de module des enrobés bitumineux, entrant dans le cadre de cette étude, sont réalisés au moyen du testeur d'asphalte appelé (NAT) ou le Nottingham Asphalt Tester. Dans ce qui suit, on donne un aperçu sommaire de cet appareil, se trouvant au niveau du laboratoire CTTP d'Alger, (on notera que plus de détails sur cet appareil ainsi que sur son mode de réalisation et d'exploitation seront données dans le chapitre de la phase expérimentation).



**Figure I.25. Schéma d'appareil d'essai pour module de rigidité**

## **I.6. NOTION DE MODULE COMPLEXE DES ENROBÉS**

### **I.6.1. Définition et importance du module**

En science des matériaux, le module de rigidité est un indicateur du degré de cohésion au sein de la structure d'un matériau permettant une bonne appréciation de son comportement mécanique.

Pour un enrobé bitumineux, la structuration du liant hydrocarboné fait que ce module varie en fonction de la température et de la fréquence de chargement, ce qui nous ramène à imaginer divers scénarios de température et de période de charge et sous des conditions contrôlées pour étudier l'évolution de ce module.

Le principe de correspondance temps-température offre une meilleure appréciation globale du comportement mécanique de l'enrobé puisqu'il permet de connaître l'évolution du module complexe de l'enrobé sur une plage de fréquences élargie et ce à des températures de références ciblées.

Ces deux paramètres, dépendant à la fois de la température et de la fréquence de chargement, sont des éléments clés pour corréliser les résistances à la fissuration thermique, à l'orniérage et à la fatigue de l'enrobé.

La mesure du module complexe, effectué à différentes températures et fréquences sur les enrobés bitumineux constitue un intérêt capital dans le dimensionnement des chaussées.

### I.6.2. Méthodes d'essai

La dépendance du comportement de l'enrobé en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation, dans le domaine visco-élastique, est généralement déterminée à partir d'essais de sollicitation cyclique sinusoïdale. Les éprouvettes sont alors soumises à des compressions répétées sous chargement sinusoïdal de fréquence  $f$  et de pulsation  $\omega=2\pi f$ .

L'American Association of State Highway and Transportation Officials (AASHTO), l'American Society for Testing and Materials (ASTM) et le Comité européen de normalisation (CEN) proposent différentes méthodes d'essai pour déterminer le  $E^*$  des enrobés. Ces différentes méthodes d'essai sont présentées au Tableau I.9.

Selon différentes études sur le module complexe des enrobés, il a été montré que celui-ci est directement influencé par ; [49]

- la formulation du matériau,
- la température,
- la fréquence,
- la fatigue,
- le niveau de sollicitation.

**Tableau 1.9. Méthodes d'essai normalisées pour la détermination du module complexe des enrobés**

Norme	Méthode d'essai	Statut
AASHTO TP 62-07	Compression directe	Modifiée en 2007
ASTM D 3497-79	Compression directe	Ré-approuvée en 2003
ASTM D 4123-82	Traction indirecte	Retirée en 2003
EN 12697-26	Flexion en deux points Flexion en trois points Flexion en quatre points Traction indirecte Traction-compression directe Traction directe	Éditée en 2004

### I.6.3. Détermination du module

Pour une charge appliquée très rapidement et à basse température, le bitume se comporte comme un solide élastique : la déformation est proportionnelle à la charge appliquée et le retour à l'état initial est total si la charge est annulée rapidement.

En revanche, si une contrainte est appliquée lentement à haute température, le bitume se comporte comme un liquide visqueux et présente une déformation continue, le taux de déformation étant proportionnel à la charge appliquée ; dans ce cas, il subsiste une déformation rémanente.

Pour les temps de charge et les températures intermédiaires, le bitume présente un caractère visco-élastique et son comportement est situé entre les deux extrêmes précédents.

Dans le cas de matériau viscoélastique et thermoplastique, soumis à des vibrations forcées, On se contente de mentionner les relations entre les grandeurs mesurées et les grandeurs recherchées selon Huet et Cornil.

Soit la sollicitation du type contrainte imposée de pulsation  $\omega$  :  $\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t)$

Dans la théorie d'un comportement visco-élastique linéaire la réponse en déformation est alors :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t - \phi)$$

Où  $\phi$  est le déphasage de retard de la déformation sur la contrainte

Le passage par une écriture complexe permet alors d'utiliser une écriture simple entre la contrainte et la déformation uni axiales.

$$\sigma(t) = \text{Im} [\sigma^*(t)] \quad \text{avec} \quad \sigma^*(t) = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

$$\varepsilon(t) = \text{Im} [\varepsilon^*(t)] \quad \text{avec} \quad \varepsilon^*(t) = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)}$$

$$E^*(t) = |E^*| e^{i\omega t}$$

$|E^*|$ : module de rigidité, utilisé dans le dimensionnement des chaussées.

$i$  le symbole des imaginaires,

$\phi$  : angle de déphasage du matériau (ou angle de perte), il est compris entre 0 (solide élastique) et 90° (liquide newtonien). L'angle  $\phi$  caractérise le comportement visqueux du matériau et donne une idée sur la prédominance élastique ou visqueuse.

Les couples des valeurs caractérisant le module complexe  $E^*(i\omega)$  sont :

- sa partie réelle :  $E_1$  dite module d'élasticité dynamique et
- sa partie imaginaire :  $E_2$  dite module de perte (ou visqueuse).

Données par la relation :  $E^* = E_1 + iE_2$ ,

Sous l'hypothèse d'un comportement viscoélastique linéaire et isotrope, les relations entre ces paramètres de comportement sont les suivantes :

$$K^* = E^* / 3(1-2\nu^*) \quad G^* = E^* / 2(1+\nu^*)$$

$\nu^*$  : le coefficient de Poisson complexe.

Le module complexe déterminé à partir d'un essai dynamique s'obtient en faisant le rapport entre la contrainte imposée et la déformation résultante ;

$$\sigma^* = \sigma \cdot e^{i\omega t} \quad \text{et} \quad \varepsilon^* = \varepsilon \cdot e^{i(\omega t - \varphi)}$$

$$G^* = \sigma^* / \varepsilon^*$$

$$E(i\omega) = |E| e^{i\varphi} = E_1 + iE_2$$

$$|E| = \sqrt{E_1^2 + E_2^2}$$

$|E|$  est la valeur absolue du module complexe appelé module de rigidité.

Le rapport des amplitudes respectives de la contrainte et de la déformation est appelé module de rigidité  $E^*$  ou  $S_m$ .

En utilisant d'autres notations, le module complexe s'écrit :

$$E(i\omega) = E^* e^{ij} = E + iE$$

$$E^* = E_1 + iE_2$$

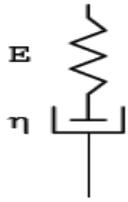
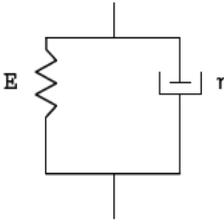
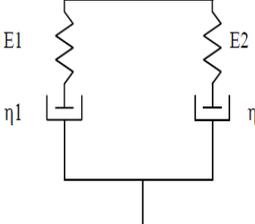
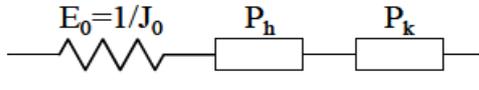
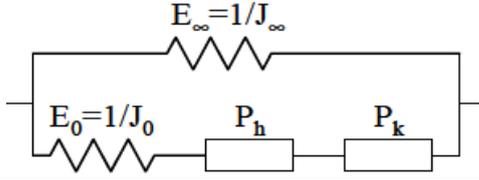
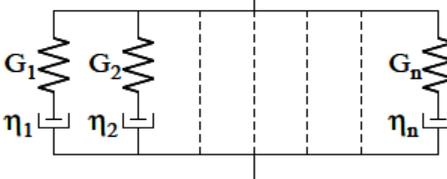
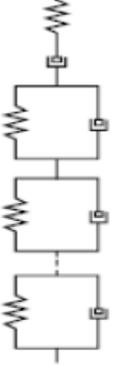
Où

- $E_1$ : partie réelle du module, en phase avec la contrainte, représente la partie de l'énergie emmagasinée dans le matériau et qui pourra être restituée,
- $E_2$ : partie imaginaire du module, en quadrature avec la contrainte, donne une idée de l'énergie perdue par frottement interne au sein du matériau,
- $j$ : l'angle de phase caractérisant le caractère visqueux du matériau, sa valeur donne une idée de la prédominance visqueuse ou élastique du matériau, dans des conditions bien déterminées (corps élastique :  $j = 0$ ),
- $E^*$ : la norme du module complexe, encore appelé module de rigidité.

#### I.6.4. Modèles rhéologiques visco-élastiques linéaires

De nombreux modèles rhéologiques sont utilisés pour essayer de rendre compte du comportement des enrobés bitumineux. Le tableau I.10 expose sommairement les plus courants.

Tableau I.10. Modèles rhéologiques VEL des enrobés bitumineux

Modèle	Représentation symbolique	Expression du module complexe
Maxwell (liquide)		$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d\epsilon_D}{dt} + \frac{d\epsilon_S}{dt} = \frac{\sigma}{\eta} + \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt}$
Kelvin-Voigt (solide)		$\sigma(t) = E\epsilon(t) + \eta \frac{d\epsilon(t)}{dt},$
Burger		$E^*(\omega) = \frac{E_1}{1 + \left(i\omega \frac{\eta_1}{E_1}\right)^{-1}} + \frac{E_2}{1 + \left(i\omega \frac{\eta_2}{E_2}\right)^{-1}}$
Huet [1963]		
Huet-Sayegh [1965]		$E^*(\omega) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h}}$
Maxwell généralisé		
Kelvin-Voigt généralisé		

### I.6.5. Principe d'équivalence temps-température

Généralement le comportement viscoélastique linéaire dépend de la température. Le module complexe  $E^*(\omega)$  qui dépend à la fois de la pulsation  $\omega$  et de la température  $T$  doit s'écrire  $E^*(\omega, T)$ . Par conséquent, lorsqu'un module complexe est attribué à un enrobé bitumineux, il est impératif d'y associer une température et une fréquence sans quoi le résultat n'a aucune signification.

Le principe d'équivalence temps-température permet d'énoncer que pour les enrobés bitumineux, l'augmentation de la fréquence de sollicitation a un effet équivalent à une diminution de la température. Grâce à ce principe, la translation à une température de référence des résultats obtenus à une température donnée est possible en déterminant des fréquences équivalentes.

La translation d'une courbe à température donnée,  $T_i$ , vers une température de référence,  $T_{ref}$ , consiste essentiellement à multiplier chaque fréquence par un facteur de translation  $a_i$  et d'associer la valeur du module mesuré à  $T_i$  à cette nouvelle fréquence dans le domaine  $T_{ref}$ .

Pour les polymères, la relation de Williams, Landel et Ferry, WLF, est utilisée pour effectuer la translation. Le facteur de translation,  $a_i$ , est défini par la relation de (Aklonis et MacKnight, 1983)

Selon Di Benedetto et De La Roche, la relation de WLF traduit correctement les évolutions obtenues expérimentalement sur les enrobés bitumineux (Neifar, 1997). À partir des résultats expérimentaux du module complexe mesuré à diverses fréquences et températures, un facteur de translation à  $T_{ref}$  est déterminé pour chacune des isothermes.

Il est possible de tracer l'évolution des facteurs de translation par rapport à la température d'essai.

Sur la base du principe de correspondance temps-température, on peut établir des courbes maîtresses.

#### I.6.5.1. Courbes maîtresses

Une courbe maîtresse est une courbe isotherme établie à une température de référence qui donne l'évolution de la norme du module complexe par rapport à une plage de fréquences étendue. L'intérêt des courbes maîtresses est non seulement de résumer en une seule courbe toutes les données acquises, mais elles permettent de prévoir les caractéristiques rhéologiques du matériau étudié dans des zones technologiquement intéressantes mais expérimentalement inaccessibles ; effet de choc (fréquence de sollicitation très rapide) ou fluage de type orniérage (température de sollicitation élevée).

Vu que le module complexe varie en fonction de la température et de la fréquence des sollicitations, les résultats expérimentaux peuvent être représentés selon plusieurs représentations.

### I.6.5.2. Courbes isothermes

Elles sont obtenues en traçant la norme complexe  $|E^*|$  en fonction de la fréquence pour chacune des températures d'essai  $T$ , en coordonnées bi-logarithmiques.<sup>[6]</sup> Les isothermes permettent d'estimer la susceptibilité cinétique à une température donnée. La figure I.26 illustre un exemple de cette présentation.

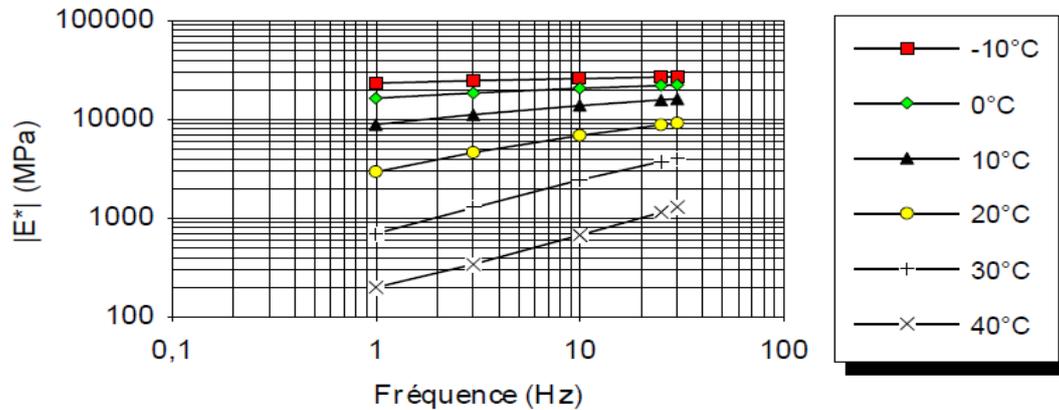


Figure I.26. Exemple d'isothermes du module complexe [6,33,40]

### I.6.5.3. Courbes isochrones

Elles sont obtenues en traçant la norme complexe  $|E^*|$  en fonction de la température pour chacune des fréquences d'essai  $T$ , en coordonnées semi-logarithmiques. Cette représentation permet d'estimer la susceptibilité thermique de l'enrobé à fréquence fixée [Fig. I.27].

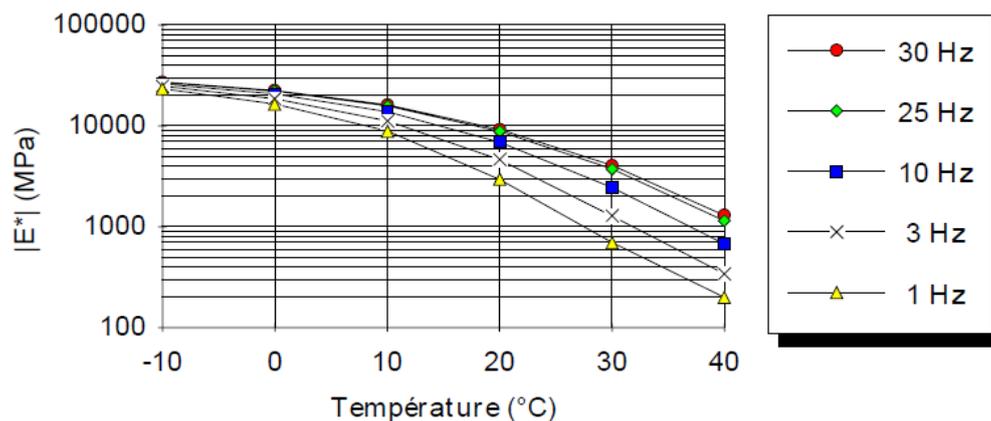


Figure I.27. Exemple d'isochrones du module complexe [6,33]

## I.7. Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'exposer les bitumes et les enrobés bitumineux, d'une manière très succincte afin de comprendre et d'appréhender tous les phénomènes ainsi que le comportement, à travers les différents essais existants, afin de pouvoir entamer notre travail de recherche.

## **CHAPITRE II**

# POLYMÈRES ET BITUME POLYMÈRE

## **CHAPITRE II**

# **POLYMÈRES ET BITUME POLYMÈRE**

### **II.1. INTRODUCTION**

Le polymère est une macromolécule, de masse moléculaire élevée constituée de l'enchaînement répété d'un même motif ; les monomères (du grec monos: un seul et meros : partie). Ces monomères sont unis les uns aux autres par des liaisons covalentes organique ou inorganique.

La plupart des polymères utilisés par l'homme sont synthétiques et possèdent de larges domaines d'application. Mais bien avant l'homme, la nature utilisait déjà les polymères, dits naturels, dont les plus connus sont le caoutchouc, la cellulose et l'amidon.

On notera, à cet effet, que l'on traitera dans ce chapitre, les polymères synthétiques.

#### **II.1.1. Historique des polymères synthétiques**

Les années 1900 ont vu le début d'apparition de la chimie des polymères. A cette époque, on distinguait les molécules organiques en deux catégories: les cristalloïdes et les colloïdes.

Les cristalloïdes sont des composés organiques cristallisables, de température de fusion et de masses molaires définies. Les colloïdes, par contre, sont des molécules visqueuses, ne cristallisant pas et ayant des températures de fusion mal définies. Lorsque l'on mesurait leur masse molaire, on la trouvait supérieure à 100.000. Cela renforçait l'idée que ces molécules étaient des agrégats.

En 1925, Staudinger déclare que les colloïdes sont une association de plus de 100.000 atomes de carbones reliés entre eux par des liaisons covalentes. A l'époque, c'est une hérésie (Théorie de la chimie moléculaire). [16]

Pendant les années 1940 et durant la deuxième guerre mondiale, on assistait à un essor considérable dans la science des polymères, suite à la volonté ardue de fabrication de certains matériaux militaires.

Au début des années 1950, Carothers et Flory admettent et montrent que des édifices covalents de masse molaire supérieure à 100.000 existent. C'est le fondement de la théorie des polymères. Dès cette époque, on a établi la notion de polymères.

A travers la bibliographie, on relève la réalisation des bitumes modifiés par des caoutchoucs incorporés sous forme de latex aux Etats-Unis, vers la fin des années 50.

#### **II.1.2. Classification des polymères synthétiques**

Les polymères, ainsi définies, peuvent être classés selon différentes critères; mécaniques, physico-chimiques, structurels, et autres. Il est donné ci-dessous les différents types de classification selon leurs importances.

### II.1.2.1. Selon le nombre de type d'unités répétitives

Les polymères, dont les propriétés dépendent essentiellement du type d'assemblage de ses monomères, ils peuvent être obtenus à partir d'un seul type de monomère (on parle alors d'homopolymère), ou de plusieurs types de monomères (on parle alors de copolymères).

- **Les homopolymères :** ce sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité de répétition qui dérive d'un ou de plusieurs monomères (appelé également motif) et préparée à partir de molécules appelées monomères. Les homopolymères sont subdivisés, à leur tour, en différents types [Tableau II.1] selon leur architecture.

Tableau II.1. Types et exemples d'homopolymères [16]

Type d'homopolymère	Disposition des unités	Exemple
linéaire		Polybutadiène (BR)
branché		polypropylène
étoilé		Polystyrène

- **Les copolymères :** ce sont des polymères issus de l'union de deux ou plusieurs monomères de composition chimique différente. Les copolymères peuvent se classer dans différentes familles. On parle alors de modes de copolymères [Tableau II.2].

**Tableau II.2. Modes et enchainements des copolymères [16,27]**

Mode de copolymère	Enchainement des unités constitutives
aléatoire	A – A – B – A – A – B – B – B – B – A – B
statique	A – A – B – A – B – B – B – B – A – A – B – A
alterné	A – B – A – B – A – B – A – B – A – B – A
séquencé	A – A – A – A – A – B – B – B – B – B – B
greffé	

L'intérêt des copolymères réside dans leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques qui sont proches de celles obtenues sur les homopolymères correspondants.

Suivant la manière dont les motifs de répétition sont répartis dans les chaînes macromoléculaires, les copolymères peuvent être classés en copolymères homogènes et copolymères hétérogènes.

### II.1.2.2. Selon la composition chimique de leur chaîne squelettique

Les liaisons covalentes, constituant le squelette macromoléculaire, peuvent être des liaisons organiques telles que les polymères acryliques, vinyliques ou styréniques, ... comme elles peuvent être inorganiques.

### II.1.2.3. Selon leur cristallinité

La présence simultanée des zones cristallines et des zones amorphes dans un polymère a une influence importante sur ses propriétés, notamment ses propriétés thermomécaniques. Afin de les évaluer, on définit un taux de cristallinité qui peut être soit en volume ou en masse.

Taux de cristallinité en masse :  $X_m$

$$X_m = (\text{masse des zones cristallines}) / (\text{masse totale})$$

Taux de cristallinité en volume :  $X_v$

$$X_v = (\text{volume des zones cristallines}) / (\text{volume total})$$

Selon le taux de cristallinité, les polymères sont classés en deux grandes familles;

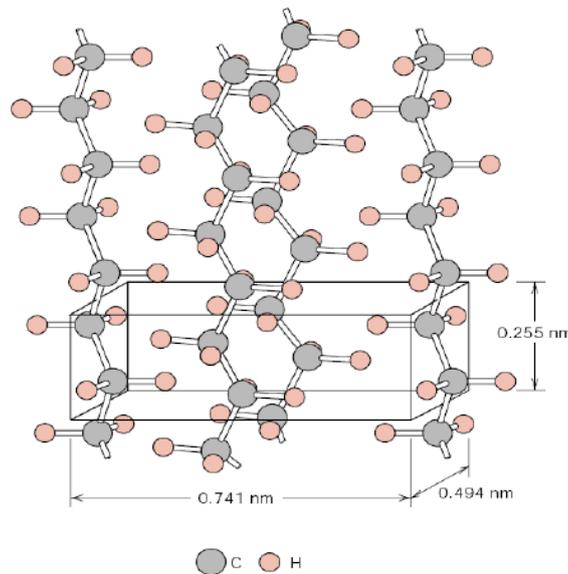
- Polymères amorphes : cas le plus fréquent,
- Polymères semi-cristallins

Dans un polymère transparent, l'amorçage de la cristallinité se traduit par l'apparition de régions opaques. Les polymères cristallins sont plus durs, plus rigides, plus opaques et plus résistants aux solvants et de plus haute densité que leurs homologues amorphes. Le tableau II.3 fournit quelques exemples de polymères thermoplastiques répartis suivant leur cristallinité.

**Tableau II.3. Cristallinité de quelques polymères semi-cristallins**

polymère	Taux de cristallinité (%)
Polyéthylène	80
Polyamide 6,6	70
Polypropylène	65
Polyamide 6	35
PVC (atactique)	5

La figure II.1 montre, dans le cas du polyéthylène, l'arrangement des chaînes en réseaux ordonnés lors de la cristallisation.



**Figure II.1. Maille élémentaire de polyéthylène (cristallin)**

#### II.1.2.4. Selon leurs propriétés thermomécaniques

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermomécaniques en trois grandes familles;

- Les polymères thermodurcissables (TD),
- Les polymères thermoplastiques (TP),
- Les polymères réticulés (élastomères).

#### 1. Les polymères thermodurcissables

Ce sont les polymères qui durcissent de façon irréversible à une température qui dépend de leur nature chimique. L'enchaînement de leurs molécules forme un réseau

tridimensionnel qui s'oppose à toute mobilité thermique.

Le tableau II.4 donne les familles de polymères thermodurcissables les plus communément utilisés existant sur le marché avec leurs principales utilisations.

## **2. Les polymères thermoplastiques**

Ce sont des composés, dérivés d'éléments constitutifs organiques se formant naturellement, qui fondent lorsqu'on les chauffe. Leurs matières sont «transformables à l'état fondu», ce qui signifie qu'on peut leur donner des formes utilisables lorsqu'elles sont en phase liquide (fondues) ou visqueuse.

Dans la plupart des procédés de fabrication, les thermoplastiques sont chauffés, puis formés par moulage par injection, extrusion ou thermoformage, avant d'être refroidis afin que le produit fini conserve sa forme.

Le tableau II.5 donne les familles de polymères thermoplastiques usuels moyennant leur désignation chimique et commerciale.

Et le tableau II.6 dresse une comparaison entre les polymères thermoplastiques (TP) et les polymères thermodurcissables (TD).

Tableau II.4. Principaux polymères thermodurcissables et leurs applications

Famille de produits (code)	Premier monomère ou prépolymère	Second monomère ou prépolymère ou agent réticulant	Principales applications
Aminoplastes : résines urée-formaldéhyde ou urée-formol (UF)	Formaldéhyde	Monomère portant des groupes amino- $-NH_2$ : l'urée	mousses isolantes, contreplaqués, panneaux de particules, panneaux de fibres à densité moyenne
Aminoplastes : résines mélamine-formaldéhyde ou mélamine-formol (MF)	Formaldéhyde	Monomère portant des groupes amino- $-NH_2$ : mélamine et parfois le thiocarbamide, la cyanamide hydrogène ou le dicyandiamide	Surfaces des plans de travail
Les phénoplastes ou résines phénol-formaldéhyde : phénol-formol (PF)	Formaldéhyde	Phénol	Isolations électriques
Polyépoxydes ou époxydes et même époxy par abus de langage (EP)	Monomères ou prépolymères époxyde	Agent de réticulation (appelé parfois durcisseur) : anhydride d'acide, phénol ou le plus souvent une amine	Performants mais onéreux, utilisés dans les adhésifs et les plastiques renforcés fibre de carbone. Voir aussi Plastique à renfort fibre de carbone
Polybismaléimides : polyimides thermodurcissables (PIRP)	Di et/ou polyanhydride d'acide	Di et/ou polyamine	
Polyuréthanes réticulés (PUR)	Di et/ou polyols	Di et /ou polyisocyanates	Composites de renfort, panneaux, ...
Polyesters insaturés (UP pour unsaturated polyester)	Polyester insaturé	Monomères vinyliques (surtout le styrène)	Performances moyennes et bon marché, souvent utilisés dans les plastiques renforcés fibre de verre
Vinylester (VE)	Prépolymère époxy estérifié avec un acide carboxylique insaturé	Monomères vinyliques (surtout le styrène)	Performances intermédiaires entre celles des EP et des UP, utilisés surtout dans les composites renforcés fibre de verre

Tableau II.5. Principaux polymères thermoplastiques

Code ISO 1043	Désignation commerciale	Famille et/ou désignation chimique
ABS	Ugikral, Terluran	Styrénique : acrylonitrile butadiène styrène
AMMA		Acrylonitrile méthylméthacrylate
CA	Cellidor A, Cellon, Trialithe	Cellulosique : acétate de cellulose
ETFE	Hostaflon, Tefzel	Fluoré : copolymère éthylène tétrafluoroéthylène
EVA, EVM		Copolymère éthylène-acétate de vinyle
EVAL, EVOH		Copolymère éthylène-alcool vinylique
MBS		Méthylméthacrylate butadiène styrène
MC		Méthylcellulose
PA	Nylon, Eratlon, Nylatron, Rilsan, Grilamid, Ultramid, Zytel, Vestamid	Polyamides (PA 6-6, PA 6, PA 11, PA 12, PA 4-6, PA 6-10, PA 6-12, etc.)
PAI	Torlon	Polyamide-imide
PBT	Ultradur	Polyester saturé : polybutylène téréphtalate
PC	Lexan, Makrolon, Axxis	Polycarbonate
PE	Cestilène, Cesticolor, Céstdur, Cestilite, Cestitech 7000, Tyvek	Polyoléfine : polyéthylène (basse ou haute densité)
PEC		Polyester carbonate
PEEK	Victrex, Série L, Ketron	Polyéthercétone : polyétheréthercétone
PEK		Polyéthercétone
PEN		Polynaphtalate d'éthylène
PES	Ultrason E	Polyéthersulfone
PET	Ertalyte, Ertalyte TX	Polyester saturé : polyéthylène téréphtalate
PFA		Fluoré : perfluoroalkoxy (copolymère)
PI	Vespel, Kapton (film)	Polyimide
PK		Polycétone
PMMA	Altuglas, Oroglas, Lucite, Plexiglas, Perspex	Acrylique : polyméthacrylate de méthyle
PMP	TPX	Polyoléfine : polyméthylpentène
POM	Eracétal, Ultraform, Delrin	Polyacétal : polyoxyméthylène
PP	Hostalen PP, Vestalen, Trovidur PP	Polyoléfine : polypropylène
PPO		Polyéther aromatique : polyoxyde de phénylène (ou polyoxyphénylène ou polyphénylène oxyde). Voir aussi Noryl.
PS	Hostapor, Lacqrène	Styrénique : polystyrène
PTFE	Fluon, Hostaflon, Téflon	Fluoré : polytétrafluoroéthylène (polymère technique)
PVC	Hostalit, Lucovyl, Vestolit, Vinnol	Vinylique : polychlorure de vinyle
PVDF	Floraflon, Kynar, Solef	Fluoré : polyfluorure de vinylidène
PVF		Poly(fluorure de vinyle)
SAN		Styrène-acrylonitrile
SMA, SMAnh		Styrène anhydride maléique

**Tableau II.6. Principales différences entre la matrice TP et TD[55]**

	<b>Thermoplastique (TP)</b>	<b>Thermodurcissable (TD)</b>
Etat de base	Solide (prêt à l'emploi : polymérisé)	Liquide visqueux à polymériser
Stockage matière de base	illimité	Temps réduit (précautions à prendre)
Moulage	Chauffage (fusion/ramollissement+refroidissement)	Chauffage continu
Cycle	court	Plus long (polymérisation)
<b>Caractéristiques spécifiques</b>		
Tenue au choc	Assez bonne	illimité
Tenue thermique	Réduite sauf nouveaux TP	meilleure
Chutes et déchets	recyclables	perdus
Conditions de mise en œuvre	Bonnes + propreté	Emanation pour méthode humide (allergie possible)

Actuellement, on trouve de nombreux types de thermoplastiques offrant une vaste gamme de propriétés intéressantes. On peut les rendre aussi souples que le caoutchouc, aussi rigides que le métal et le béton, ou bien aussi transparents que le verre, pour un usage dans de nombreux produits de tuyauterie et autres composants.

Certains d'entre eux peuvent supporter des températures atteignant 315 °C. D'autres conservent leurs propriétés jusqu'à -73 °C. Ils ne s'oxydent pas, ont une haute résistance à la corrosion et sont d'excellents isolants thermiques et électriques.

Les polymères thermoplastiques (TP) sont subdivisés, à leur tour, en deux familles: les Elastomères et les Plastomères qui se distinguent, aux températures d'usage, par des comportements différents du point de vue rigidité, déformabilité et résilience.

### **3. Les polymères réticulés (Élastomères)**

Les polymères thermoplastiques et surtout thermodurcissables peuvent être réticulés pour donner les élastomères. Selon le type de réticulation, les élastomères sont classés en deux familles :

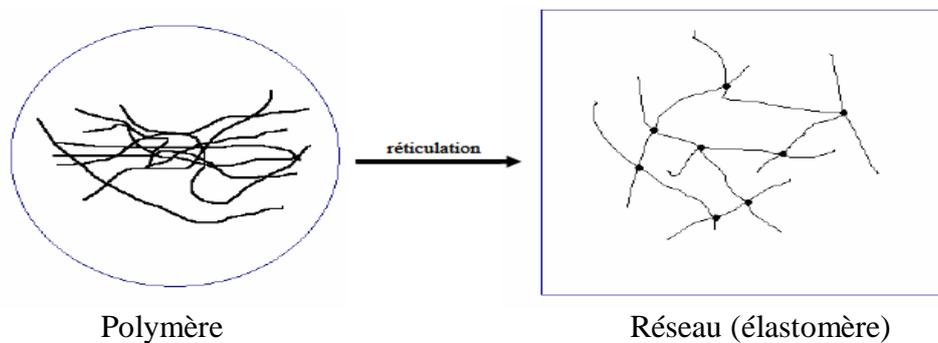
- élastomères thermodurcissables : faible réticulation avec des liaisons covalentes,
- élastomères thermoplastiques (TPE) : faible réticulation avec des liaisons non covalentes comme les liaisons hydrogène.

Les structures de ce type sont, en général, préparées à partir de prépolymères linéaires ou ramifiés de faible poids moléculaire, réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de catalyseur. La structure est en général tridimensionnelle.

La réticulation permet de lier les chaînes de polymère entre elles. Celle-ci confère au matériau une plus grande élasticité de même qu'une plus grande résistance à l'abrasion.

La réaction de réticulation consiste en la formation de liaisons entre des carbones de la chaîne impliqués dans une liaison double et des atomes de soufre. Ces derniers, réagissant avec deux sites de liaison double, attachent les chaînes entre elles. Il est aussi possible que cette liaison soit formée de plusieurs atomes de soufre.

Les macromolécules d'élastomères sont emmêlées en pelote, et de plus elles sont reliées de façon assez lâche par des nœuds dont la nature varie selon les types d'élastomères. Lors de l'étirement d'un élastomère, les molécules se déplient et s'allongent. Le rôle des nœuds est de les empêcher de glisser et de les ramener dans leur position initiale lorsqu'on les relâche [figure II.2].



**Figure II.2. Représentation schématique de chaînes polymères et de réseaux (Fortement réticulé) ou élastomères (faiblement réticulé) [49]**

Les liaisons, covalentes à énergie élevée, ne peuvent pas être cassées par augmentation de température ou par l'action des dissolvants. Ce type de polymères résiste bien à l'influence des produits tels que les huiles, les essences et est insensible à l'eau. Il résiste également bien à l'oxygène et au rayonnement solaire donc au vieillissement naturel. De plus il est infusible et insoluble, ce qui rend tout matériel relatif non recyclable.

Les élastomères, ont comme avantage un allongement réversible très important et une température de transition vitreuse inférieure à l'ambiante [figure II.3].

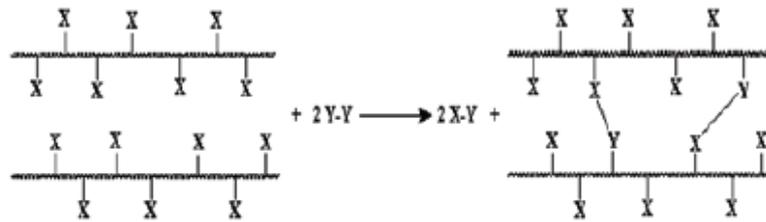


Figure II.3. Schéma de réticulation des chaînes polymériques [50]

### II.1.3. Propriétés macroscopiques des polymères

Les propriétés macroscopiques des polymères sont essentiellement dues à l'état physique c'est-à-dire à la structure et aux liaisons intermoléculaires qui les constituent.

#### II.1.3.1. Structure à l'état solide

L'état physique des polymères dépend des interactions de type Van Der Waals (dipôle/dipôle) entre les macromolécules. Elles s'établissent surtout lorsque les macromolécules peuvent se rapprocher ; c'est le cas des chaînes linéaires (non ramifiées) car le rapprochement n'est pas gêné par des ramifications. Les liaisons «pontales» relativement fortes s'établissent alors.

Lorsque le polymère est branché, les ramifications empêchent une trop grande approche des molécules et les liaisons intermoléculaires restent faibles. Cela se traduit par une structure totalement désordonnée, analogue à celle du verre. Cette structure est dite amorphe (ou vitreuse). Le polymère est alors dur et cassant.

Par contre, pour les polymères parfaitement linéaires, les molécules peuvent, s'aligner, se rapprocher et établir des liaisons assez fortes, appelées «liaisons pontales». Cette cohésion entre les chaînes entraîne l'existence de zones du solide où l'organisation rappelle celle des cristaux.

Ces zones sont appelées «cristallites», leurs dimensions latérales sont de l'ordre du micromètre. Cette structure est dite «semi-cristalline» car l'organisation ne s'étend pas à tout le solide. Il existe des zones amorphes où les chaînes sont disposées au hasard sans liaisons pontales entre elles.

#### II.1.3.2. Propriétés thermiques

Les polymères thermoplastiques sont dérivés de polymères linéaires ou légèrement ramifiés, lorsqu'ils sont chauffés, les chaînes moléculaires s'écoulent les unes sur les autres conduisant à un ramollissement et transformation en liquides plus ou moins visqueux. Par refroidissement, le matériau se solidifie en prenant une nouvelle forme.

Le processus de ramollissement par chauffage et de durcissement par refroidissement peut être répété un nombre indéfini de fois.

La plage de travail d'un polymère dit domaine de températures, où les chaînes sont mobiles permettant le moulage, est généralement comprise dans l'intervalle 100–250°C.

#### II.1.3.2.1. Transition vitreuse

Dans le cas des polymères, l'élévation de température provoque le passage progressif de l'état solide à l'état fluide sans palier de changement d'état, ce changement d'état s'accompagne toujours d'une variation importante des propriétés physiques notamment des propriétés mécaniques (chute du module d'élasticité par exemple). Ce changement d'état du polymère, sous l'action de la température, est appelé «transition vitreuse» qui est caractérisée par une «température de transition vitreuse» notée ( $T_g$ ).

La température de transition vitreuse ( $T_g$ ) est la température au-delà de laquelle il est possible de réaliser les opérations de moulage. 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 liaisons intermoléculaires (forces de Van der Waals, ...). [59]

Si un polymère amorphe a une ( $T_g$ ) inférieure à la température ambiante, il sera mou et souple à température ambiante. S'il a, par contre, une ( $T_g$ ) au-dessus de la température ambiante, il sera dur et cassant à température ambiante. Une structure devra toujours être conçue avec des résines ayant une température de transition vitreuse nettement supérieure à la température d'utilisation.

De nombreux paramètres structuraux influent sur la température de transition vitreuse des polymères, parmi lesquels la tacticité, la masse molaire ou la présence de groupes latéraux volumineux.

La transition vitreuse est réversible et s'observe essentiellement sur les polymères thermoplastiques et ce d'autant plus qu'ils sont peu cristallisés et peu réticulés. Elle s'observe également sur certains polymères thermodurcissables (par exemple résines époxydes), dont la densité de réticulation n'est pas trop élevée. [59]

De nombreuses propriétés physiques (masse volumique, coefficient de dilatation, chaleur spécifique, constantes élastiques telles le module de Young, viscosité, conductivité thermique, indice de réfraction, etc.) peuvent varier de façon notable au voisinage de la  $T_g$  et peuvent être utilisées comme indices pour sa mesure.

La température de transition vitreuse d'un matériau peut être mesurée par l'analyse thermique différentielle, ou méthode DSC (Differential Scanning Calorimetry), qui est la technique statique la plus couramment employée à cet effet.

En général, la transition vitreuse dépend de 5 facteurs;[56]

- Le volume libre de polymère,
- Les forces d'attraction entre les molécules,
- La rigidité, mobilité et longueur de la chaîne.

Les figures II.4 et II.5 montrent la détermination de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) selon la variation du volume spécifique et celle du module de rigidité.

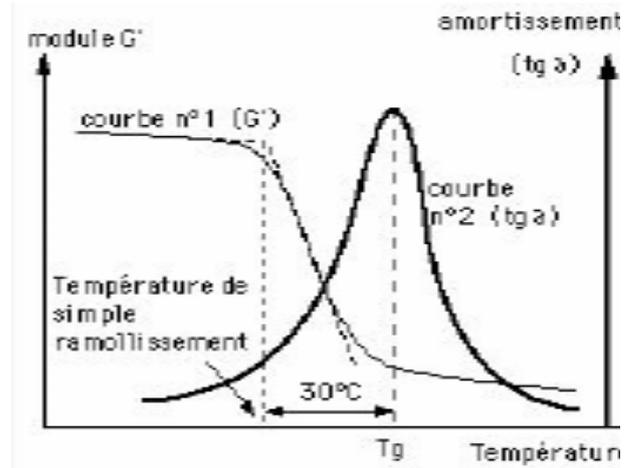
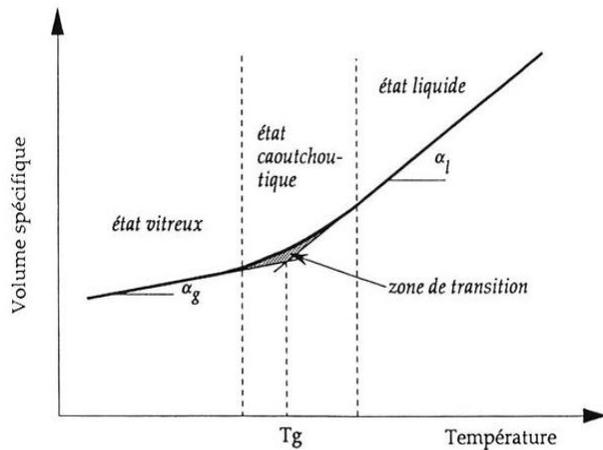


Figure II.4. Détermination de  $T_g$  à partir des modifications du volume spécifique (ml/g)

Figure II.5. Mesure de la température de transition  $T_g$  [59]

Le tableau II.7 donne des ordres de grandeur des températures de transition vitreuse ( $T_g$ ) de quelques polymères usuels.

Tableau II.7. Températures de transition vitreuse de quelques polymères [59]

Polymère	$T_g$ ( $^\circ\text{C}$ ) (valeur moyenne)
Polyéthylène (PE)	-110 (transition $\gamma$ )
Caoutchouc naturel (NR)	-70
Styrène-butadiène (SBR)	-55
Polypropylène isotactique (PPi)	-10
Poly(acétate de vinyle) (PVA ou PVAc)	28
PA-11	30
PA-6	52
PA-12	55
PA-6,6	57
Cire naturelle	60
Poly(téréphtalate d'éthylène) (PET)	69
PA-4,6	80
Poly(chlorure de vinyle) (PVC)	81
Poly(alcool vinylique) (PVAL)	85
Polystyrène (PS)	100
Poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA) atactique	105
PEBD (ramifié amorphe)	110

### II.1.3.2.2. Température de fusion

Les polymères semi-cristallins présentent un palier de changement d'état à une température appelée «température de fusion ( $T_f$ )» qui correspond, en fait, à la désorganisation des cristallites. Une élévation de température favorise l'état amorphe par rupture des liaisons pontales tandis qu'un très lent refroidissement favorise la cristallinité.

D'après S.A. plastiques Obra [59], la température de fusion pour les divers polymères et corps plastiques est située entre 125 et 325 °C.

### II.1.3.3. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques décrivent leur comportement vis à vis des sollicitations mécaniques telles que pression, étirements, torsion, frottement, chocs et effets de la pesanteur. Certains polymères seront appréciés pour leur bonne stabilité dimensionnelle (par exemple les polyesters aromatiques). D'autres, les élastomères, seront recherchés pour leur élasticité qui leur confère une excellente capacité d'absorption des chocs, à cet effet ils sont employés dans les pneus, les semelles de chaussures, les matelas, les fibres...

Le succès des polymères provient en partie de la facilité avec laquelle on peut leur donner des formes voulues (d'autant plus à l'état fondu). Ils sont très malléables, très plastiques, d'où leur nom. En fait, cette plasticité varie dans une large gamme, des plus rigides, durs et cassants, aux plus mous (pâtes) ou élastiques (élastomères).

### II.1.3.4. Autres propriétés

D'autres caractéristiques des polymères sont également exploitées dans les applications pratiques, on peut citer à titre d'indication :

- **Propriétés optiques :** transparence, translucidité, opacité, coloration (étuis de CD, bouteilles d'eau).
- **Propriétés électriques:** isolation électrique, en particulier dans les circuits électroniques et les gaines de câbles électriques, comme il existe aussi des polymères conducteurs.
- **Propriétés de protection physique et chimique :** imperméabilité aux liquides et gaz, résistance chimique aux solvants, résistance aux rayons UV.

### II.1.4. Fabrication des polymères

On désigne par «polymérisation» une réaction chimique, fonction du temps et de la température, conduisant la matrice ou la résine à se solidifier de manière irréversible (valable uniquement pour les thermodurcissables).

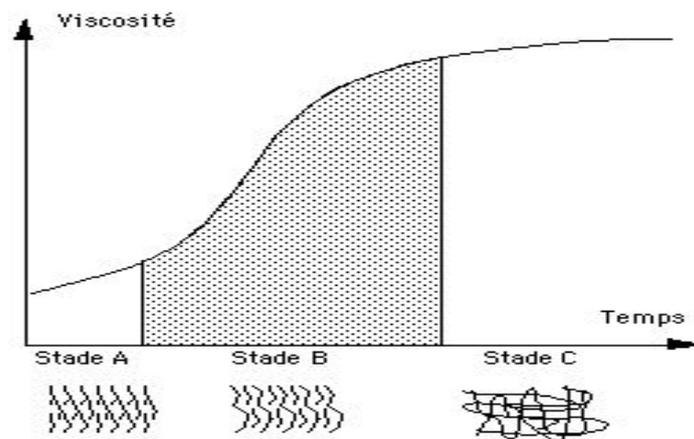
La polymérisation d'une résine passe généralement par trois stades d'évolution.

- Stade "A", la résine de base et le durcisseur ne sont pas mélangés (ou mélangés, ils n'ont pas encore réagi), ils présentent une faible viscosité, une

faible masse moléculaire moyenne (monomères dans la résine) et une solubilité totale.

- Stade "B", le système (résine + durcisseur) a subi un démarrage de polymérisation (prépolymérisation). Cet état correspond à l'état de gélification dans lequel se trouvent les préimprégnés.
- Stade "C", le polymère est réticulé. Il se caractérise par une insolubilité et une infusibilité totales.

La figure II.6 schématise les trois stades de polymérisation.



**Figure II.6. Stades de polymérisation selon la viscosité [27]**

Selon la nature chimique qui lie les monomères entre eux, on distingue trois procédés de base de la polymérisation;

- polymérisation en chaîne,
- polymérisation par addition et
- polymérisation par condensation.

### II.1.4.1. Polymérisation en chaîne

Les monomères s'associent sans réaction d'élimination simultanée. C'est le procédé le plus utilisé dans l'industrie : le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, l'alcool polyvinylique et le polytétrafluoroéthylène (Téflon) sont des exemples de polymères obtenus par polymérisation en chaîne.

Comme toute réaction en chaîne, cette polymérisation comporte les étapes suivantes:

- l'amorçage (formation des centres actifs à partir du monomère);
- la propagation (croissance des chaînes de polymère par additions successives);
- la terminaison (destruction du centre actif et interruption de la croissance des chaînes).

Dans le cas des polymérisations radicalaires, les plus courantes, l'amorçage s'effectue sous l'action de la chaleur, par irradiation ou par des molécules spécifiques. Les espèces actives sont des radicaux libres. Le polymère ainsi obtenu est dit atactique: il a une structure amorphe ou totalement désorganisée.

Il existe quatre techniques principales de mise en œuvre des réactions de polymérisation:

- en solution,
- en masse,
- en suspension et
- en émulsion.

### II.1.4.2. Polymérisation par addition (polyaddition)

La formule chimique de l'unité structurale du polymère est identique à celle du monomère dont le polymère est dérivé.

Si le monomère est  $\text{CH}_2=\text{CHZ}$  la formule générale d'un polymère obtenu par polyaddition est :



Les monomères présentant une double liaison carbone-carbone ( $\text{C}=\text{C}$ ), celle-ci peut s'ouvrir pour devenir ( $-\text{C}-\text{C}-$ ) et à laquelle d'autres monomères peuvent se lier.

La majorité des polymères obtenus par ce procédé dérive de monomères insaturés, le tableau II.9 regroupe des cas de polymères obtenus par polyaddition ainsi que leur formule générale.

**Tableau II.9. Polymères polyadditionés et domaines d'utilisation**

monomère	polymère correspondant	Quelques usages
$\text{CH}_2=\text{CH}_2$	Polyéthylène (PE)	Emballages, bouteilles, bassines, films de protection, boîtes alimentaires, isolants...
$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$	Polypropylène (PP)	électroménager, planches de bord auto, tuyaux...
$\text{CH}_2=\text{CHCl}$	Polychlorure de vinyle (PVC)	tubes électriques, huisserie, bouteilles, tuyaux, disques,...
$\text{CH}=\text{CH}_2$	Polystyrène (PS)	meublier, pots de yaourt, jouets, pinces à linge, plaques isolantes,...
$\text{CH}_2=\text{C}_2\text{H}_4\text{COO}$	Polyacétate de vinyle (PVAC)	vernis, peintures, ...

Il est possible d'ajouter des molécules de même nature, dans ce cas on obtient un homopolymère, le polyéthylène par exemple, ou de nature différente pour donner un copolymère, le polystyrène-butadiène-acrylonitrile par exemple. On obtient ainsi par ce procédé, une macromolécule linéaire qui croît par addition des monomères. C'est une réaction en chaîne dont la cinématique peut être très rapide et qu'on peut contrôler par des additifs (retardateurs).

Une nouvelle méthode de polymérisation par addition a été découverte en 1983 ; la polymérisation par transfert de groupe, ou télomérisation. Un groupe activant dans la molécule initiant le procédé établit une réaction de transfert aux extrémités des chaînes en croissance, et limite ainsi la longueur des chaînes. La télomérisation est par exemple utilisée pour synthétiser les plastiques acryliques.

La réaction par addition ne génère que des polymères de longueurs spécifiques, sans aucun sous-produit. Ex: les résines époxydes.

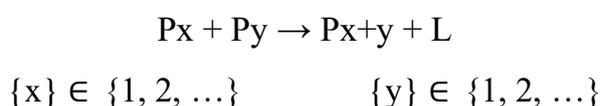
#### II.1.4.3. Polymérisation par condensation (polycondensation)

La polycondensation est la réaction entre corps à plusieurs fonctions tendant à former des macromolécules avec élimination d'un sous-produit, l'eau en général.

Au cours de la polycondensation, les monomères s'associent avec élimination simultanée d'atomes ou de groupes d'atomes. Polyamides, polyesters, polyanhydrides et certains polyuréthanes sont des exemples typiques de polymères obtenus par polycondensation.

Le terme polycondensation était précédemment synonyme de polymérisation par condensation. Il est à noter que les définitions de polycondensation et polymérisation en chaîne avec condensation étaient précédemment toutes deux englobées dans le terme polycondensation.

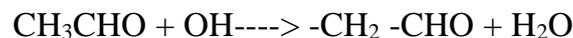
Les étapes de croissance sont exprimées selon :



P<sub>x</sub> et P<sub>y</sub>: désignent des chaînes de degrés de polymérisation x et y, respectivement,  
L : un sous-produit de faible masse molaire.

Contrairement à la polymérisation par addition, la polymérisation par condensation entraîne des réactions chimiques qui produisent la formation de sous-produits. Les réactions de polycondensation sont des réactions par étapes. Les deux monomères en présence donnent naissance à une molécule intermédiaire, laquelle constitue l'élément fondamental qui se répète dans la macromolécule.

Exemple de réaction par condensation: résine phénolique.



## II.2. POLYMÈRES DESTINÉS AUX BITUMES

Des polymères ont été utilisés avec succès dans la fabrication des liants bitumineux depuis des années, ceux-ci demeurent encore aujourd'hui le type d'adjuvants bitumineux les plus populaires. Les polymères sont préparés avant emploi dans une unité spécialisée. Les agents chimiques, généralement ajoutés, comprennent le caoutchouc naturel, les polymères synthétiques, le soufre et certains composés organométalliques.

### II.2.1. Classement des polymères pour bitumes selon Lewandowski

D'après Lewandowski (1994), le but d'ajouter des polymères au bitume peut se résumer en cinq points;

- augmenter la résistance aux déformations permanentes survenant à haute température,
- augmenter la flexibilité à basse température,
- améliorer la résistance à la fatigue,
- augmenter la limite d'élasticité,
- réduire la sensibilité thermique.

Selon le même auteur, les polymères servant d'additifs dans le bitume, sont généralement classés en trois catégories qui sont;

- Copolymères blocs et autres polymères thermoplastiques
- Caoutchoucs naturels et synthétiques
- Les autres: caoutchouc broyé de pneu, poudrette de caoutchouc, fibres, ...etc.

### II.2.1.1. Copolymères blocs et autres polymères thermoplastiques

Cette classe d'additifs regroupe les polymères formés de blocs de monomère styrène (S) et de monomère butadiène (B). Les blocs de monomères styrène sont reliés entre eux par l'intermédiaire d'une partie élastomère : un bloc de monomère butadiène ou isoprène (3SBS, SIS).

Les polymères thermoplastiques sont caractérisés par le ramollissement durant le chauffage et par le durcissement durant le refroidissement. Le polyéthylène (PE), le polypropylène atactique et isotactique (aPP, iPP), le (PVC), le polystyrène (PS), l'éthylène acétate de vinyle (EVA) et l'éthylène méthacrylate (EMA) sont les principaux polymères de ce groupe expérimentés comme modifiants. Le PE, l'aPP, l'EVA et l'EMA sont utilisés à l'échelle industrielle.

Les polymères thermoplastiques s'associent avec le bitume à la température ambiante en augmentant sa viscosité. Cependant, ils ne confèrent pas, d'une manière significative, de déformation élastique au bitume par contre ils peuvent se séparer pendant le chauffage.

Plus le polymère est finement dispersé en gardant sa structure spéciale, plus le mélange est stable. Les polymères polyoléfiniques ne contiennent pas de double liaison, par conséquent, ils possèdent une bonne résistance thermique et un bon comportement au vieillissement. Le polyéthylène se disperse mal dans le bitume et risque de provoquer le phénomène de ségrégation.

Les bitumes modifiés avec le polyéthylène et le polypropylène atactique ont fait l'objet de plusieurs études et ont trouvé plusieurs applications industrielles, mais peu d'elles dans les applications routières. Il a été montré que la dispersion des polymères et la stabilité du mélange obtenu croissent quand la cristallinité des polymères diminue et quand la chaîne devient plus ramifiée.

### II.2.1.2. Caoutchoucs naturels et synthétiques

Le caoutchouc naturel provient de la sève d'un arbre appelé Hévée de l'Amérique tropicale. Bien que l'arbre en question soit d'origine américaine, les pays producteurs de caoutchouc naturel sont maintenant situés en Asie et en Afrique.

Les chimistes ont mis au point des méthodes permettant de créer des caoutchoucs synthétiques offrant des propriétés élastiques intéressantes. Il existe plusieurs variantes de ces caoutchoucs de synthèse dépendamment du procédé de fabrication et du ratio entre les différents monomères constituant.

Les caoutchoucs naturels (NC) et synthétiques tels que le polybutadiène, polyisoprène, butyle caoutchouc, caoutchouc styrènebutadiène (SBC) et polychloroprène ont tous été testés avec les bitumes. Le caoutchouc naturel est susceptible à la décomposition et à l'oxydation. Il possède un poids molaire trop élevé pour être directement dissous dans le bitume.

Le caoutchouc naturel doit être partiellement décomposé et mécaniquement homogénéisé. Les caoutchoucs naturels et synthétiques sont mieux dispersés sous

forme de latex. Généralement, les caoutchoucs synthétiques fabriqués à partir des polydioléfines sont plus faciles à incorporer dans les matrices bitumineuses que les polymonoléfines et confèrent des caractéristiques d'élasticité d'une manière plus évidente que les matériaux thermoplastiques.

Notons que parfois, les deux types de caoutchouc: naturel et synthétique coexistent comme dans le cas de la production pneumatique: (NC + caoutchouc de synthèse styrène butadiène). D'après [RUTH et coll., 1995], Le mélange de ces deux caoutchoucs est nécessaire, puisque le premier apporte la stabilité thermique et le second, les propriétés élastomères du matériau.

D'autres polymères peuvent exister, il s'agit de la catégorie des polymères regroupant le caoutchouc issu de pneumatique usé, de la poudrette caoutchoutée, les différents types de fibres, ...etc.

## II.2.2. Polymères thermodurcissables et polymères thermoplastiques en bitume

Les polymères thermodurcissables ne ramollissent pas durant le chauffage. Ils ne sont pas très utilisés dans les pavages routiers, en raison de leur coût élevé et de la méthode de leur mise en œuvre. Toutefois, les propriétés qu'ils confèrent au bitume sont remarquables.

Les produits les plus connus sont basés sur des résines époxy. Ils sont utilisés en mélange de deux composants dont l'un contient la résine et l'autre un durcissant qui réagit chimiquement pour former une structure tridimensionnelle forte. Mélangées avec du bitume en quantité substantielle, les résines époxy montrent plus les propriétés des résines thermodurcissables modifiées que celles des bitumes.

Les polymères thermoplastiques, destinés à améliorer les performances des bitumes, sont classés en deux grandes catégories. Elastomères et Plastomères.

### II.2.2.1. Elastomères employés en bitume

Les élastomères destinés aux bitumes peuvent être répartis en trois familles principales:

- **Élastomères à usages généraux** : tels que:
  - ✓ Le caoutchouc naturel (NR)
  - ✓ Le poly-isoprène (IR)
  - ✓ Le copolymère butadiène-styrène (SBR).
- **Élastomères à usages plus spécifiques** : tels que:
  - ✓ Le polychloroprène (CR).
  - ✓ Le copolymère acrylonitrile-butadiène (NBR).
- **Élastomères thermoplastiques (TPE)** : Ils ne sont pas vulcanisés (ou réticulés) lors de la fabrication, mais ils possèdent, à la température de service des propriétés similaires à celles du caoutchouc vulcanisé. Ces dernières disparaissent lors du chauffage pour les mettre en œuvre et réapparaissent, lorsque le matériau revient à la température de service. Les élastomères thermoplastiques présentent, en général, des structures ayant deux phases non compatibles ; une phase thermoplastique dispersée dans une phase élastomère. Ils sont mis en œuvre à haute température comme les autres polymères. Il existe dans le marché une large gamme de polymères thermoplastiques élastomères, on cite à titre indicatif les plus usuels:
  - ✓ Les copolymères séquencés (ou à blocs) à base de styrène tels que le butadiène-styrène (SBS) [Figure II.7] et le styrène-isoprène (SIS), Le copolymère à blocs (SBBS)
  - ✓ Le copolymère partiellement à blocs (SB), Les copolymères polyesters

(CPE).

- ✓ Les mélanges physiques de polymères (dérivés des polyoléfines TPO).
- ✓ Les polyuréthanes thermoplastiques (TPU).
- ✓ Les copolymères polyester-polyamide (CPA).

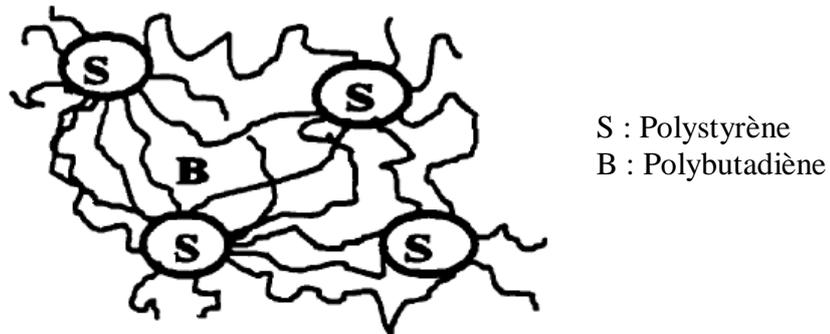


Figure II.7. Structure du caoutchouc thermoplastique (SBS) [11,49]

### Propriétés des SBS

- Au fur et à mesure que la température s'élève, les SBS se comportent comme des corps plastiques,
- Lors du refroidissement, le comportement est à nouveau élastique; le phénomène est donc parfaitement réversible,
- Ils ont l'avantage de se comporter comme des thermoplastiques aux températures de mise en œuvre et comme un caoutchouc vulcanisé,
- Toutefois, leur inconvénient réside dans leur coût onéreux.

### II.2.2.2. Plastomères employés en bitume

Les principaux Polymères thermoplastiques plastomères utilisés dans la modification des bitumes sont :

- les copolymères éthylène-acétate de vinyle (EVA)
- les copolymères éthylène-acrylate de méthyle (EMA)
- les copolymères éthylène-acrylate de butyle (EBA)
- PIB (Polyisobutylène),
- Latex
- Polychloroprène caoutchouc SBR
- Caoutchouc naturel et Poudrette de caoutchouc

La déformation des plastomères est élastique et s'accompagne d'une déformation permanente qui peut être relativement importante. Il convient toutefois de noter qu'entre ces deux situations on observe une gamme de matériaux dont le caractère élastomère ou plastique est gradué suivant la proportion des phases souple et rigide présentes dans la matrice du polymère.

### ❖ Les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA)

La technologie des mélanges bitume-copolymères EVA est l'une des plus utilisées pour la modification des enrobés bitumineux. L'acétate de vinyle améliore la souplesse et l'adhésivité; l'éthylène, quant à lui, intervient dans l'amélioration de la susceptibilité thermique.

Les EVA ont comme propriétés principales;

- Compatibilité avec les liants
- Recyclabilité et non toxicité
- Elasticité et solidité à température ambiante.

Le tableau II.10 donne des indications sur le domaine d'utilisation des enrobés bitumineux routiers modifiés suivant la teneur en EVA.

**Tableau II.10. Teneur en EVA dans la composition des enrobés[52]**

<b>Teneur en EVA</b>	<b>Utilisation</b>
Faible	- Enrobés ultra minces - Emulsions pour enrobés coulés à froid
Moyenne	- Enrobés minces - Enrobés drainant - Enduit superficiel
Forte	Membranes d'étanchéité pour revêtements

Aux faibles teneurs en polymères (<5 %), la modification des propriétés est due essentiellement à l'augmentation de la teneur en asphaltènes de la phase bitume. Dans ce cas, le choix du bitume d'origine est prépondérant.

Aux fortes teneurs en polymères, on a affaire à un polymère plastifié par une fraction des maltènes du bitume et c'est le choix du polymère qui conditionne les propriétés du liant. On constate une diminution de la pénétrabilité et une forte augmentation de la température bille-anneau.

### ❖ Les copolymères d'éthylène-polybutylène (PIB)

L'addition de PIB aux bitumes routiers en diminue la fragilité à froid. L'utilisation conjointe de PIB et d'EVA permet d'améliorer simultanément le comportement à haute et basse température.

A l'exception des liants PIB-EVA, les mélanges bitumes copolymères sont rarement stables au stockage. (Sauf pour des teneurs <3 % EVA et pour des liants à faible teneur en asphaltènes). Il est nécessaire d'agiter le liant avant tout usage.

## II.3. BITUME POLYMÈRE

### II.3.1. Limites des liants bitumineux classiques

Les liants bitumineux tels que produits dans des raffineries ne possèdent pas les performances requises pour être utilisés dans la construction des routes qui sont de plus en plus soumises à de fortes charges des camions, à un trafic intense et à des conditions climatiques très rigoureuses.

Pour augmenter les performances de ces liants, on fait donc appel à des techniques de modification. L'objectif de la modification est de produire un liant "idéal" qui répond favorablement aux exigences nouvelles auxquelles sont confrontées, à savoir ;

- une susceptibilité faible vis-à-vis de la température et temps de charge,
- des résistances fortes à la déformation permanente, à la rupture et à la fatigue.

Et ce dans toute la plage des températures et de charge de service.

Pour y parvenir, plusieurs recherches ont été effectuées sur la modification des bitumes au cours de ces trente dernières années.

Parmi les additifs qui ont montrés leurs apports plus ou moins bénéfiques sur le comportement rhéologique des bitumes on rencontre : la lignine, le noir de carbone, le soufre, le polybutadiène, le polyéthylène, les SBS, EVA, et la poudrette pneumatique. Les polymères se sont montrés les plus encourageants. Actuellement, les bitumes polymères sont largement utilisés en Amérique et en Europe dans les techniques routières comme pour des fins de perméabilité.

Pour des raisons économiques, l'application des bitumes modifiés avec des polymères est réservée là où les bitumes ordinaires ne donnent pas satisfaction. A cet effet les bitumes polymères sont réservés aux aéroports, autoroutes, routes à grand trafic, surfaces spéciales de drainage, dans la construction des ponts et des tunnels, des aires de manœuvre et de stationnement pour poids lourds.

### II.3.2. Structure des bitumes modifiés par des polymères

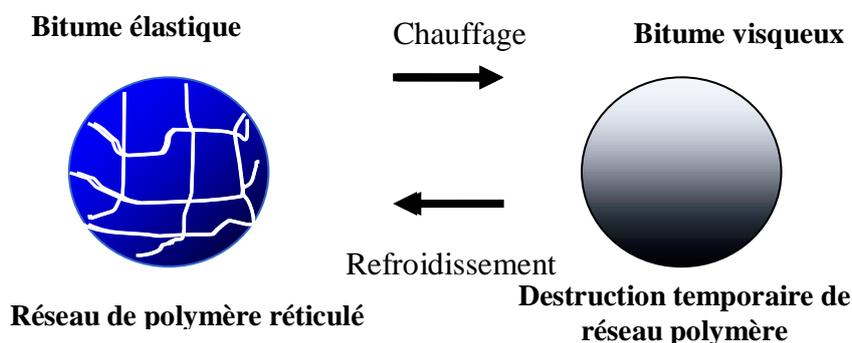
Les bitumes modifiés sont des liants bitumineux dont les propriétés ont été modifiées par l'emploi d'un agent chimique, qui, introduit dans le bitume de base, en modifie la structure chimique et les propriétés physiques et mécaniques. Les bitumes modifiés sont codifiés dans la norme NF EN 14023, celle-ci présente une description et un classement en fonction des performances.

Le procédé est conçu de façon à ce que le polymère forme un réseau au sein du bitume, créant ainsi l'amélioration désirée. Plusieurs facteurs déterminent la formation d'un réseau de polymères dans le bitume [BOULDIN et cou, 1991].

La concentration de polymères dans le bitume est fonction de:

- ▶ la nature chimique du polymère
- ▶ les propriétés physiques du polymère
- ▶ la nature des interactions entre le polymère et le bitume

Le schéma de la figure II.8 modélise le réseau de polymère entourant le bitume.



**Figure II.8. Modèle du mélange de bitume polymères (à chaud et à froid)**

Ce processus de réticulation apporte une structure microscopique quadrillée où les hydrocarbures neutres sont prisonniers du réseau de polymères, ce qui amène la baisse de viscosité du matériau désirée. Aussi, des études de microscopie révèlent que pour les mélanges de bitume polymère, la structure micellaire est stable et que par conséquent, il s'agit de solutions hétérogènes [BOULDIN et al., 1991].

Toutefois, il se pose un problème crucial auquel se heurtent les ingénieurs et décideurs à savoir la compatibilité bitume – agent modifiant. Ceci entraîne donc un nombre limité de polymères susceptibles d'être employés dans la confection des enrobés bitumineux modifiés. [5]

### II.3.3. Compatibilité des mélanges bitume-polymères

Les problèmes majeurs qui se posent durant la préparation et l'utilisation des mélanges bitume-polymères (PMB) sont :

- la dispersion du polymère dans le bitume et
- la stabilité des mélanges obtenus.

La compatibilité des mélanges bitume-polymères dépend non seulement de la composition du pétrole d'origine, mais aussi du procédé de fabrication de ce dernier [33].

La concentration des constituants du bitume qui agissent comme agents solubilisant ou de gonflement pour les polymères joue un rôle très important. Par ailleurs, le bitume qui convient pour le mélange avec du SBS devrait avoir une haute teneur en aromatiques et une faible concentration en asphaltènes. Les tests menés sur des mélanges obtenus avec des fractions de bitume ont montré une incompatibilité des polymères dans les asphaltènes, et une bonne dispersion dans les aromatiques et les résines. [34]

La teneur en asphaltènes semble être le paramètre chimique le plus important pour les bitumes modifiés avec EVA.

Dans certains cas, des produits pétroliers spécifiques sont ajoutés au bitume pour améliorer sa compatibilité vis-à-vis des polymères. En effet, l'ajout d'huiles aromatiques dans les mélanges bitume-SBS montre que les concentrations des aromatiques et des résines du bitume doivent être suffisantes pour la peptisation des asphaltènes et du caoutchouc. Les huiles pyrolytiques et les résidus des acides gras sont aussi utilisés comme agents comptabilisant [59].

Il existe une relation complexe entre la composition chimique des bitumes routiers, leur structure colloïdale et leurs propriétés physico-rhéologiques, toute modification portée à la composition chimique de la matrice bitumineuse par un moyen physique ou chimique conduit automatiquement à la modification de sa structure. [35]

Le mélange à chaud des bitumes et des polymères conduit soit à :

1. un mélange hétérogène; le polymère et le bitume sont incompatibles, les phases se séparent et les performances d'un bitume routier ne sont pas atteintes.
2. un mélange homogène; parfaite incompatibilité (cas rare). Dans ce cas, les huiles du bitume détiennent totalement le polymère et anéantissent toutes les interactions intermoléculaires. Le liant est extrêmement stable, mais la modification de ses propriétés d'usage est très faible par rapport à celle du bitume initial. Seule sa viscosité est augmentée.
3. un mélange micro-homogène constitué de deux phases distinctes finement imbriquées. C'est le cas de la compatibilité recherchée qui permet de confier au bitume des propriétés réellement modifiées. Dans un tel système, le polymère compatible gèle en adsorbant une partie des fractions huileuses du bitume pour former une phase polymère distincte de la phase bitume résiduelle constituée des fractions lourdes du liant (le restant des huiles, les résines et les asphaltés).

#### **II.3.4. Les bitumes modifiés par les élastomères**

On distingue les mélanges physiques et les bitumes élastomères obtenus par réticulation. Les mélanges physiques sont généralement hétérogènes à une échelle de quelques micromètres. La finesse de la structure des bitumes élastomères va directement intervenir sur la stabilité du mélange à chaud et sur ses propriétés physiques sur toute la gamme de températures.

Les bitumes élastomères réticulés ont une structure résultant d'une double forme de liaisons extrêmement fines, de l'ordre du micromètre. Cette réaction est irréversible. Les bitumes élastomères réticulés ont par rapport aux liants ordinaires des résistances en traction plus élevées, ainsi que des raideurs et des ductilités augmentées.

La modification du bitume par des élastomères induit des différences de comportement rhéologique. Le BmP SBS présente, à basse température, des modules plus faibles, donc une meilleure flexibilité. La situation s'inverse à hautes températures.

### II.3.5. Principaux types de bitume-polymères

Pour qu'un polymère soit efficace, il faut qu'il soit compatible avec la matrice bitumineuse. Le polymère doit améliorer la résistance du bitume à des températures élevées sans pour autant le rendre trop visqueux à la température de malaxage ou bien trop rigide à des températures basses.

Si ce bitume est appelé à être utilisé dans le pavage des routes, il doit être capable de se malaxer dans des équipements conventionnels. Dans tous les cas, le bitume doit être disponible, moins coûteux et stable pendant le stockage et l'application.

Les problèmes majeurs que posent les bitumes modifiés avec des polymères résident dans la mauvaise solubilité de certains polymères dans la matrice bitumineuse qui peut conduire à la séparation de phases.

Les principaux groupes de polymères utilisés pour la modification des bitumes sont les suivants:

- polymères thermoplastiques;
- caoutchoucs naturels et synthétiques;
- caoutchoucs thermoplastiques;
- polymères thermodurcissables

### II.3.6. Domaines d'utilisation des bitumes modifiés

Les bitumes modifiés par des polymères sont essentiellement employés en couche de roulement pour assurer la sécurité et le confort des usagers et des riverains en augmentant la résistance à l'arrachement, la tenue à l'eau, en favorisant la cohésion et en réduisant l'orniérage et assurant la durabilité sous trafic élevé des caractéristiques de surface. Ceci a permis le développement d'enrobés bien adaptés aux besoins (enrobés drainant, enrobés minces, très minces etc.).

Les applications en enrobés de couche de liaison viennent ensuite pour les forts trafics ou des performances particulières de résistance aux déformations permanentes sont demandées par l'emploi de bitumes spéciaux et de bitumes polymères.

Les enrobés préconisés en couche d'assise pour des sites particuliers sont élaborés avec des liants spéciaux lorsque les études préalables de formulation avec des bitumes traditionnels ne débouchent pas sur une solution technico-économique intéressante ou lorsque les conditions de chantier le nécessitent.

Les autres domaines d'emploi des bitumes polymères concernent les liants pour enduits superficiels, enrobés coulés à froid et couche d'accrochage (sous forme d'émulsions) et les complexes anti-remontées de fissure.

## II.4. CONCLUSION

Les bitumes modifiés par des polymères ou BMP sont des systèmes moléculaires organisés complexes. Ils sont très dépendants du polymère (nature, structure et concentration).

Les performances des BMP sont dans tout les cas meilleurs que ceux des bitumes usuels notamment aux basses températures où ces derniers gardent en grande partie leur élasticité.

De même, les bitumes destinés à la polymérisation agissent par leur :

- classe et nature (composition, structure, origine) du bitume de base
- du Procédé de mélange
- de l'ajout éventuel de l'agent de comptabilisation ou de réticulation

Compte tenu des exigences actuelles, l'emploi de polymères devrait augmenter à la mesure du recours aux liants catégorisés selon leur rendement et de l'utilisation accrue de techniques destinées à fabriquer des liants plus efficaces en vue de repousser les limites de performances des bitumes traditionnels.

## **CHAPITRE III**

POUDRETTE ET BITUME CAOUTCHOUC

## **CHAPITRE III**

# **POUDRETTE ET BITUME CAOUTCHOUC**

### **III.1. INTRODUCTION**

Les enrobés bitumineux modifiés par des poudrettes caoutchoutées en revêtement routier sont apparus aux Etats-Unis vers la fin des années 50 lorsque C. H. MacDonal avait mis au point la première formulation de bitume additionné de poudrettes pour une éventuelle réparation des nids de poules. A partir de 1970, cette technique à commencée à se développer de manière significative dans plusieurs Etats comme la Floride et l'Arizona.

On citera aussi le cas de la France, où l'utilisation du bitume caoutchouc a démarrée pratiquement en 1980 bien que la première application des revêtements routiers par adjonction de poudrettes issues de pneumatiques usagés date de 1965 au Pecq, mais l'idée avait été abandonnée.

Vers 1982, la fabrication d'asphaltes caoutchouc avait été reprise dans l'objectif d'améliorer les performances physico-mécaniques des asphaltes, à cette époque elle repose uniquement sur des techniques d'enrobage à chaud. Mais ce procédé semble peu développé face à l'emploi généralisé des polymères dans les liants modifiés.

Dès la fin des années 80, de nombreuses recherches et études concernant le recyclage des pneumatiques et autres produits caoutchouteux ont été menées dans le but d'améliorer la stabilité thermique et les caractéristiques des revêtements routiers. Une des possibilités est l'incorporation de caoutchouc recyclé dans l'asphalte, tel que : les élastomères thermoplastiques, caoutchouc naturel, latex,... Cette méthode a pour avantage d'optimiser les qualités des matières vierges se trouvant dans le bitume et d'obtenir des revêtements répondant aux exigences voulues.

De nos jours, dans les applications routières, les poudrettes de caoutchouc sont de plus en plus incorporées dans le bitume pour doter la couche de roulement d'asphalte de propriétés bénéfiques supérieures et d'améliorer les performances intrinsèques notamment sur le plan rhéologique, thermique et mécanique. [30]

### **III.2. LE CAOUTCHOUC**

#### **III.2.1. Caoutchouc naturel (NR)**

Le principe de la production du caoutchouc naturel commence au niveau de la plantation par incision dans l'écorce de l'arbre à caoutchouc qui permet l'écoulement d'une sève laiteuse (latex). Ce dernier, composé d'eau, de polyisoprène et de petites quantités d'ingrédients tel que des protéines et des hydrocarbonés, est collecté et coagulé avec de l'acide formique dans des réservoirs. Le coagulât est ensuite essoré à travers des



### III.2.2. Caoutchouc synthétique

#### III.2.2.1. Caoutchouc styrène butadiène (SBR)

Les caoutchoucs synthétiques SBR sont des polymères formés à partir de styrène et de butadiène, ils représentent plus de la moitié de la production mondiale de caoutchouc synthétique. En comparaison avec le NR, le SBR a une faible résistance mécanique qui nécessite le mélange de la gomme brute avec une charge de fillers tel que le carbone black pour améliorer la rigidité et la résistance mécanique. Les autres propriétés chimiques sont similaires à celles du NR avec néanmoins une meilleure résistance au vieillissement. Les coûts de production du SBR sont à peu près comparables à ceux du NR. [50]

#### III.2.2.2. Le polychloroprène (CR)

Plus populaire sous l'appellation "Néoprène", le CR peut être considéré comme un caoutchouc plus spécialisé que les précédents. Inventé en 1931, sa résistance aux huiles est moyenne, voire assez bonne. Les propriétés dynamiques sont similaires à celles du NR, surtout dans le cas des composites vulcanisés. Sa résistance aux solutions acides et basiques est meilleure que celle du NR et du SBR, mais il est plus coûteux.

Il y a de nombreuses variantes de ce type de caoutchouc avec diverses applications industrielles notamment dans l'élaboration de pneumatiques, chambre à air, tuyaux. <sup>[10]</sup>. La figure III.2 symbolise le modèle moléculaire du polychloroprène.

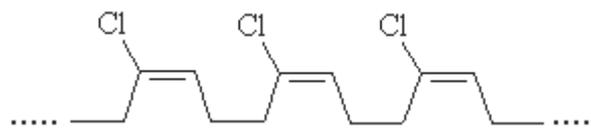


Figure III.2. Molécule du polychloroprène

#### III.2.2.3. Le polybutadiène (BR)

Le BR est généralement mélangé avec d'autres caoutchoucs qui facilitent sa fabrication, comme par exemple le NR, du fait de sa faible polarité. Le BR vulcanisé présente une très bonne résilience et résistance à l'abrasion en présence d'autres caoutchoucs. A basse température, il maintient une bonne flexibilité. Ces propriétés en font un matériau largement utilisé dans la fabrication de pneus, de tuyaux ...de même que le copolymère du butadiène avec le styrène.



Figure III.3. Structure du monomère butadiène et de son polymère associé, le polybutadiène [50]

#### III.2.2.4. Le nitrile (NBR)

Plus connu sous l'appellation "caoutchouc acrylonitrile butadiène" par les chimistes ou "Buna-N" dans l'industrie, le NBR est réputé pour son excellente résistance aux huiles et divers produits pétroliers qui est proportionnelle à son contenu en acrylonitrile (ACN) dans les chaînes polymériques ainsi que leur viscosité. Sa résistance aux intempéries est aussi médiocre que celle du NR et du SBR. Elle est améliorée par une adjonction de PVC, ce qui amoindri un peu son comportement à basse température. [50]

#### III.2.2.5. Le Polyuréthane

C'est un polymère thermodurcissable obtenu par condensation de dialcools sur des diisocyanates. Ils servent à la fabrication d'objets moulés comme les chaussures de ski.

#### III.2.2.6. Le caoutchouc éthylène propylène (EPM et EPDM)

Le copolymère d'éthylène et propylène (EPM) est utilisé comme un améliorant de l'index de viscosité de certaines huiles lubrifiantes. Il est parfois greffé d'une structure diène pour obtenir un EPDM. Le ratio éthylène/propylène ainsi que le nombre de greffons diène permettent de jouer sur la résistance du polymère non vulcanisé, ses propriétés à basse température et son aptitude à la vulcanisation. L'EPDM présente une bonne résistance aux intempéries de même qu'à l'ozone. La flexibilité à basse température est comparable au NR. La résistance aux acides et bases est meilleure que le NR ou le SBR.

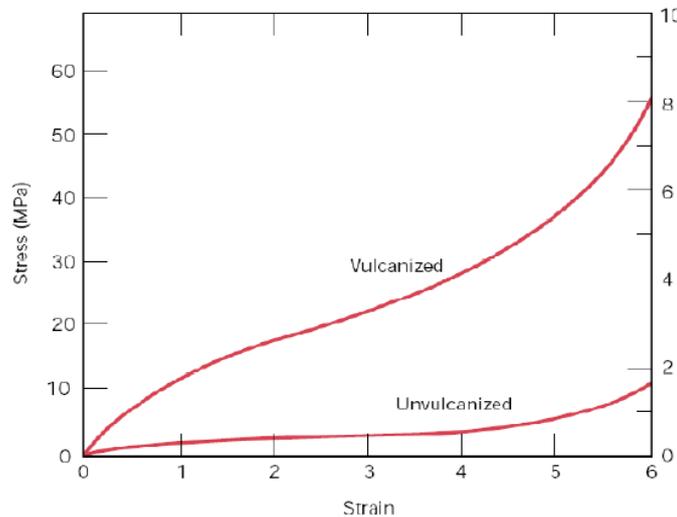
L'EPDM est utilisé dans la construction (membranes des toits et fenêtres) ainsi que sur les côtés des pneus pour limiter leur fissuration due aux attaques de l'ozone. Son excellente résistance électrique lui permet d'être utilisé comme isolant pour câbles à moyenne et haute tension. Sa bonne résistance à l'absorption d'eau, combinée avec sa bonne résistance mécanique, son coût relativement abordable, le prédispose aux applications de joints d'étanchéité dans des conduites d'eau ou dans des radiateurs d'automobiles.

### III.2.3. La vulcanisation du caoutchouc

Le caoutchouc non-vulcanisé est une masse de longues chaînes polymériques enchevêtrées semblables à des spaghettis. L'étirement de cette masse provoque, à un certain degré, le désenchevêtrement et le glissement des chaînes les unes par rapport aux autres. La suppression de la sollicitation fait en sorte que le matériau se rétracte et que les chaînes s'enchevêtrent de nouveau.

La vulcanisation consiste à augmenter considérablement l'élasticité du matériau en verrouillant ces chaînes les unes par rapport aux autres, ce qui réduit, voire élimine, le glissement plus ou moins à long terme des chaînes polymériques. On dit que le polymère est «réticulé». Ce procédé permet d'obtenir une masse dimensionnellement stable et résistante à la chaleur. [50]

En plus de la résistance à la chaleur, la vulcanisation rend le caoutchouc moins élastique, de durée de vie plus courte, et une fois moulé, il ne peut plus être modifié sans une destruction de ses propriétés chimiques [Figure III.4].



**Figure III.4. Effet de la vulcanisation sur le comportement d'un élastomère [16]**

La vulcanisation du caoutchouc issu du recyclage des pneumatiques fait que le polymère formant la poudrette ne se dissout pas bien dans le bitume chaud et le mélange est généralement instable au stockage. Cette instabilité impose que le liant soit utilisé immédiatement après sa fabrication. Des procédés brevetés autorisent toutefois un stockage pour des durées plus prolongées. Cette propriété des liants bitumes caoutchouc permet de les classer dans deux catégories : bitumes caoutchouc non stockables et bitumes caoutchouc stockables.

### III.3.1. La vulcanisation à base de soufre

Il s'agit du premier procédé de réticulation des polymères et le plus répandu. Découvert par Goodyear en 1839, l'agent de réticulation est le soufre, qui permet, à des températures de 135-160°C, de lier les chaînes polymériques au niveau des liaisons doubles des carbones.

Une plus grande quantité de soufre permet d'obtenir un caoutchouc appelé "ébonite" qui se caractérise par plus de réticulations. L'ébonite est moins élastique que le caoutchouc conventionnel et moins sensible aux attaques susmentionnées.

Des agents accélérateurs de réticulation sont ajoutés en plus des atomes de soufre libres afin d'accélérer le processus de cure et mettre à disposition des polymères d'autres atomes de soufre présents au sein de leur molécule.

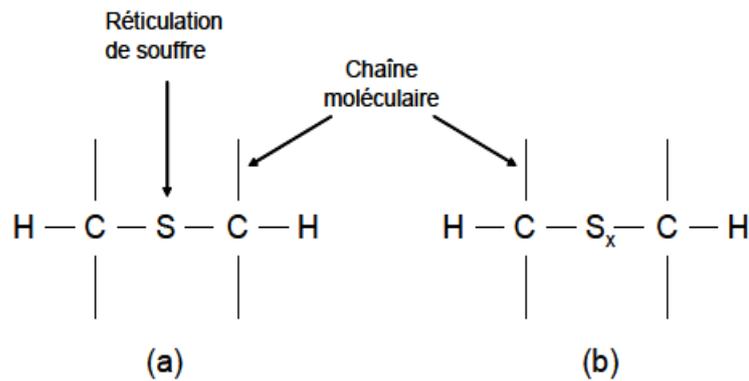


Figure III.5. (a) réticulation avec un atome de soufre, (b) avec plusieurs atomes de soufre [50]

### III.3.2. Les peroxydes

Il s'agit d'une autre classe d'agents de réticulation qui ne nécessitent pas la réactivité de la double liaison ni l'utilisation des accélérateurs de cure. Les peroxydes réagissent avec les élastomères en supprimant des atomes d'hydrogène de la chaîne polymérique, créant ainsi des radicaux libres très réactifs et qui se lient entre eux avec une liaison carbone-carbone plus solide que la liaison soufre-carbone et thermiquement plus stable. [Figure III.6].

La réticulation aux peroxydes confère au caoutchouc une meilleure résistance à la compression, au détriment de la résistance à la fatigue et à la traction. Ce procédé permet de vulcaniser des élastomères ne disposant pas d'assez de liaisons doubles. [50]

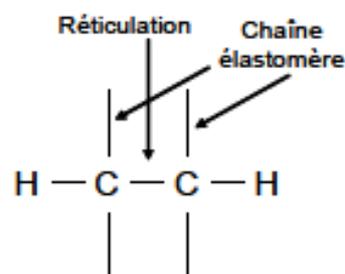


Figure III.6. Deux chaînes polymériques liées par leur atome de carbones [50]

### III.3. LA POUDRETTE DE CAOUTCHOUC

La poudrette de caoutchouc se présente comme des particules de caoutchouc de dimensions inférieures à 2mm (Figure III.7) dont les principales caractéristiques sont : l'origine chimique, la finesse de mouture et l'existence ou non de corps étrangers. La poudrette est obtenue après un broyage poussé pour avoir un matériau de granulométrie voulue s'adaptant avec le domaine d'utilisation prévu.

Avant leur utilisation, les poudrettes de caoutchouc subissent une série d'opérations qui visent à les préparer pour usage. L'ensemble des opérations préparatoires subies peuvent être synthétisées comme suite:

1. purification afin de retirer l'acier et le textile qui pourraient y subsister,
2. calibrage à une taille soigneusement étudiée, pour incorporation dans le bitume, celle-ci est en général inférieure à 2 mm,
3. séchage pour enlever toute trace d'humidité néfaste au procédé de fabrication,
4. combinaison, parfois à un agent de vulcanisation, puis homogénéisation dans des malaxeurs.



Figure III.7. Poudrettes de caoutchouc[9]

#### III.3.1. Fabrication de la poudrette de caoutchouc

Les granules de caoutchouc sont produits mécaniquement par broyage «à température ambiante» ou par des procédés de surgélation cryogénique «à température cryogénique».

La poudrette pneumatique est obtenue au moyen de granulateurs ou de broyeurs à cylindres. Les copeaux de caoutchouc ou pneumatiques peuvent être transformés en granules, qui pourront ensuite servir à la fabrication de produits moulés ou être utilisés tels quels.

Le micro-broyage, également appelé broyage humide, est un processus breveté permettant d'effectuer un broyage ultrafin. Le micro-broyage réduit la taille des particules par broyage dans un liquide, habituellement de l'eau. Le broyage s'effectue entre deux meules très rapprochées.

#### III.3.2. Domaines d'utilisation de la poudrette caoutchoutée

La poudrette caoutchoutée de granulométrie appropriée, trouve son utilisation dans plusieurs domaines techniques et de construction. Les granules, par contre, sont agglomérés par des résines, colorés ou non, et permettent, par moulage, de réaliser facilement les formes désirées.

Les produits de caoutchouc recyclé, notamment ceux issus des pneus hors d'usage, sont généralement utilisés dans les milieux industriels, commerciaux et agricoles. Ils sont

principalement dédiés aux fonctions suivantes: étanchéité, isolation acoustique et vibratoire, accouplement élastique, calage, protection contre l'abrasion, ...etc.

La poudrette de caoutchouc présente beaucoup d'avantages et d'intérêt par ses possibilités d'utilisation dans l'industrie offertes par cette matière.

### **III.3.2.1. Applications géotechniques de la poudrette caoutchouc**

Dans le domaine géotechnique, l'utilisation des poudrettes et granulés couvre un large éventail dont on cite les plus couramment rencontrés;

- Asphalte caoutchouté pour routes et allées de garage,
- Construction, entretien et réparation de routes,
- Fondations pour pistes de course, conditionneurs de sol,
- Drainage souterrain, conduites d'évacuation et tuyaux d'irrigation poreux,
- Agents filtrants pour le mercure et les surfaces métalliques,
- Produits de construction des voies de chemin de fer et de tramways,
- Revêtements de surfaces intérieures (dalles, moquettes renforcées et paillasons),
- Signalisation et accessoires routiers,

On notera qu'il existe plusieurs exemples et diversité d'utilisation des poudrettes de caoutchouc.

### **III.3.3. Produits manufacturés à base de poudrettes caoutchouc**

L'usage que l'on fait de la poudrette nécessite que l'acier, matières textiles et autres impuretés soient séparés du caoutchouc. Les granules de caoutchouc propres se prêtent à des usages multiples et variés. Ces granules ne dépassent pas 1/4 de pouce en taille mais peuvent avoir la finesse d'une poudre, ce qui permet alors la confection de produits moulés.

Les poudrettes, finement broyées ou granulées mélangées ou pas avec des polymères synthétiques, trouvent de nombreuses applications dans la confection des objets moulés. Les caractéristiques du mélange sont fonction de la nature des granulats de caoutchouc et de la nature et quantité du liant. La composition dépend des applications et des performances recherchées.

Parmi les produits fabriqués à partir des poudrettes, on cite:

- bourrelets et accessoires routiers, ralentisseurs, accessoires d'aménagement urbains, accessoires de parking, ...etc.,
- les brouettes, les roulettes de caddies et conteneurs à déchets, les barrières antibruit, les signalisations et accessoires routiers, ...etc.

## III.4. MODE DE FABRICATION D'ASPHALTE CAOUTCHOUC

### III.4.1. Historique des asphaltes caoutchouc

Comme déjà cité, Les enrobés bitumineux modifiés par des poudrettes caoutchoutées en revêtement routier sont apparus à partir des années 50, plus précisément aux Etats-Unis, puis l'Europe et actuellement à travers le monde entier. [23]

On signalera encore une fois, que dès la fin des années 80, de nombreuses études concernant le recyclage des pneumatiques et autres produits caoutchouteux ont été menées dans le but d'améliorer la stabilité thermique et certaines autres caractéristiques des revêtements routiers. Une des possibilités fut l'incorporation de caoutchouc recyclé dans l'asphalte dans le but d'optimiser les qualités du bitume en vue pour d'obtenir un revêtement répondant aux exigences voulues.

### III.4.2. Procédés d'incorporation de poudrettes caoutchouc

L'asphalte ou l'enrobé bitumineux est un mélange dans des proportions variables de sable, granulat, de filler et de bitume. L'asphalte caoutchouté est un asphalte ordinaire auquel une proportion de poudrettes de caoutchouc est incorporée selon l'un des deux procédés suivants:

- par substitution d'une proportion de granulats par les poudrettes (procédé à froid),
- ou bien, par incorporation des poudrettes dans le bitume de base mélangés et mis à réagir mutuellement (procédé à chaud).

D'autres additifs tels que le caoutchouc normal, des polymères ou des huiles de traitement (huiles d'unité d'extension) sont éventuellement incorporés au bitume de base afin d'améliorer certaines caractéristiques notamment la susceptibilité thermique, l'isolation phonique, la résistance à l'orniérage, à la fatigue, au vieillissement, ...etc.

D'autres procédés seront cités à titre d'information. Du fait de leur utilisation limitée et des brevets industriels qui les protègent, on se limitera à une description sommaire, tout en rappelant que le principe de base de ces procédés reste proche de ces deux premiers.

Dans les deux cas, le caoutchouc est parfois dénommé caoutchouc modificateur (CRM), car son utilisation modifie les propriétés résultant du mélange à chaud du béton bitumineux (AC).

Dans les deux procédés d'incorporation ci-dessous, le bitume est chauffé entre 180 et 200°C, l'élévation à cette température possède un double objectif ;

- d'abord, pour permettre une certaine fluidité afin de faciliter le mélange des différents constituants,
- d'autre part pour maintenir une température adéquate du complexe bitumineux lors de son transport vers les chantiers et sa mise en œuvre.

La figure III.8 illustre le chemin d'obtention de l'enrobé bitumineux dans les deux procédés d'incorporation de la poudrette.

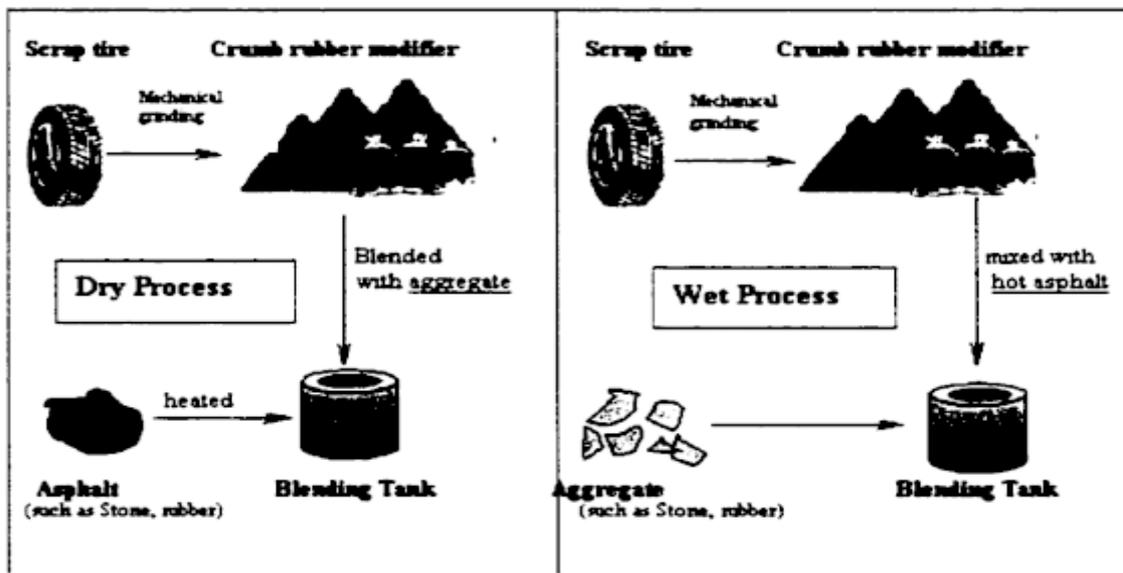


Figure III.8. Procédés sec et humide dans la réalisation de l'enrobé caoutchouc [3,15,50]

#### III.4.2.1. Procédé sec (Dry method)

La technique «dry process» consiste à introduire des granulés caoutchouteux ou de la poudrette directement dans le mélange en substitution de la partie fine des granulats dans les enrobés à chaud. La granularité de la poudrette ne dépassant pas 2mm de diamètre, à raison de 10 à 12kg/tonne d'enrobé [50]

Le caoutchouc étant mis en contact du bitume à température et à durée plus faibles que dans le procédé «wet process», la réaction entre le bitume et le caoutchouc est moins poussée. Seules les particules fines et l'interface des particules grossières peuvent former des liaisons particulières (sorte de bitume caoutchouc).

Deux principales techniques sont actuellement employées dans le processus sec :

- la technique de PlusRide
- la technique sèche générique.

##### III.4.2.1.1. La technique PlusRide

Le procédé PlusRise utilise des granulats de caoutchouc grossiers (2-6mm) et une fraction fine de la poudrette de caoutchouc. La teneur en liant varie de 7,5 à 9%.

La technique de PlusRide emploie principalement CRM comme agrégat en caoutchouc qui est incorporé à un agrégat gap-graded avant de se mélanger au ciment d'asphalte produisant un mélange de béton chaud d'asphalte modifié par caoutchouc.

Les grosses particules en caoutchouc agissent comme les agrégats élastiques qui fléchissent sur la surface de chaussé sous le trafic. Le CRM dans le mélange de PlusRide peut s'étendre de 1 à 6% en poids du mélange. Cependant 3% est le taux le plus généralement employé.

Les dimensions de la particule de caoutchouc et le temps de réaction limité permettent une réaction partielle avec le ciment d'asphalte mais pas le temps suffisant de pénétrer la masse entière de caoutchouc, ceci crée une interface d'asphalt/rubber qui joue le rôle de colle entre les deux composants.

#### **III.4.2.1.2. La technique sèche générique**

La technologie sèche générique emploie un équivalent ou un pourcentage légèrement inférieur de CRM comparé à PlusRide (environ 1 à 3% en poids du mélange). La poudrette de caoutchouc, provenant en grande partie des pneus usagés et d'autres produits caoutchouteux, est de taille généralement comprise entre 2,0 et 9,5 mm.

Mais le processus sec doit employer des teneurs plus élevées de liant dans le mélange d'agrégats avec une composition granulométrique discontinue, qui a par conséquence quelques difficultés technologiques durant le processus. Le processus sec n'est pas typiquement utilisé car il produit des chaussés de moindre qualité que le processus humide, mais de nouvelles technologies sont en cours pour fins d'améliorations.

#### **III.4.2.2. Le processus humide (Wet method)**

Le procédé humide consiste en un mélange et une réaction partielle de la poudrette de caoutchouc avec le bitume à très haute température, avec ajout éventuel d'huiles émoullientes, aromatiques ou de polymères avant l'addition des agrégats. Le résultat est un liant souvent référencé par le terme «bitume caoutchouc» ou «asphalte caoutchouté».

Dans le processus humide, la poudrette de caoutchouc agit en tant que modificateur de ciment d'asphalte, la poudrette de caoutchouc est mélangée, préalablement avec le bitume formant un mastic bitume-caoutchouc avant de procéder au mélange avec les granulats (voir fig. 3.9). Le fait que le liant, et plus précisément ses composants, réagissent entre eux avant leur mélange avec les granulats, rend aisée la détermination des propriétés du liant.

Dans le processus humide, les propriétés du produit bitume-caoutchouc dépendent énormément de la nature du caoutchouc, de sa finesse et de son dosage, du type de diluant et sa concentration, du temps de digestion (réaction) et sa température, et enfin de l'énergie de malaxage.

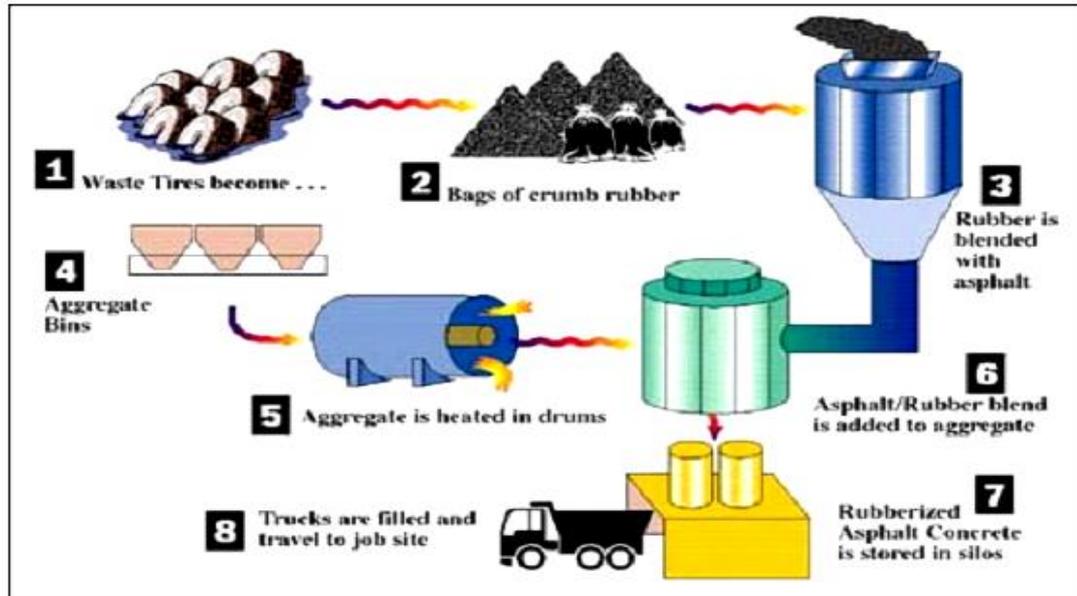


Figure III.9. Etapes de fabrication d'asphalte caoutchouc dans le processus humide

### III.4.2.3. Conception de mélange dans le processus humide

Deux fameuses technologies sont actuellement employées dans le processus humide:

- ➔ la technologie de McDonald
- ➔ la technologie du mélange continu.

En technologie McDonald, le CRM est mélangé et réagi dans un réservoir se tenant avant l'introduction dans le mélange. Typiquement 15 à 22% en caoutchouc moulu de maille 10-30 mm sont mélangés à un asphalte et réagissent pendant ½ à une heure. La technologie de McDonald emploie un CRM plus brut que le processus continu.

Dans la technologie de mélange continu, 5 à 20% de caoutchouc moulu est mélangé avec un AC-5 ou AC-10 d'asphalte. L'idée est que l'utilisation d'une classe plus fine de caoutchouc permet de réduire le temps de réaction CRM-ciment d'asphalte. Le CRM et le ciment d'asphalte, dans ce cas, peuvent être mélangés juste avant le mélange avec granulats comme elle peut être mélangée et placée dans un réservoir de stockage, pour usage ultérieur.

La différence entre la technologie de McDonald et celle du mélange continu réside dans la façon de mélange et la réaction des CRM avec le ciment d'asphalte.

Dans le processus humide, le mélange peut se faire selon l'une des trois méthodes suivantes :

- mélange en lots
- mélange continu
- mélange terminal

❖ **mélange en lots** : Les premières applications étaient avec des processus humides en lots et ont été basées sur la technologie de McDonald, qui a été développée au début des années 60 par Charles McDonald, ensuite par Arizona Refining Company (ARCO) dans les années 70.

❖ **mélange Continu** : La technologie de mélange continu a été développée en Floride à la fin des années 80 et est souvent appelée le procédé de Floride de traitement mouillé. Dans ce processus, les fines de CRM de 0,18mm (tamis n°80) sont mélangées avec le ciment d'asphalte dans un processus continu.

La différence entre la technologie de McDonald et celle de mélange continu est la façon dont les CRM et le ciment d'asphalte sont mélangés et réagis. Il décrit la technique de la transformation humide qui a un système continu de production. Dans cette technologie, le CRM et le ciment d'asphalte peuvent être mélangés juste avant que le liant de la matrice soit présenté dans le mélange où elle peut être mélangée et placée dans un réservoir de stockage pour usage ultérieur.

Ainsi, le procédé de Floride diffère de la technologie de MacDonald processus à plusieurs égards: faible pourcentage de CRM (de 8 à 10% de caoutchouc), les petites tailles des particules de CRM, la température inférieure de mélange, et le temps de réaction plus court. En outre, la technologie de McDonald emploie un CRM plus brut que le processus continu.

❖ **mélange terminal** : (ou mélange Montréal) est un mélange des procédés de traitement mouillé avec la possibilité de fusionner ou de combiner le ciment d'asphalte et CRM et de tenir le produit pendant des périodes prolongées. Ce produit d'asphalte-caoutchouc a une durée de conservation et est mélangé à ciment d'asphalte Montréal en utilisant soit le mélange par lot ou le mélange continu.

Lorsque le ciment et l'asphalte CRM sont mélangés, le CRM réagit avec le ciment bitumineux gonfle et adoucit. Cette réaction est influencée par la température à laquelle le mélange se produit, la durée de la température élevée, le type et la quantité de mélange mécanique, la taille et la texture du CRM, et la composante aromatique du ciment bitumineux.

La réaction elle-même implique l'absorption des huiles aromatiques de ciment d'asphalte dans les chaînes polymères qui constituent les principaux composants structuraux de caoutchouc naturel et synthétique dans le CRM. Le taux de réaction entre CRM et ciment d'asphalte peut être augmenté en agrandissant la superficie du CRM et en augmentant la température de réaction.

La viscosité de mélange Asphalte-CRM est le principal paramètre utilisé pour surveiller la réaction. Le temps de réaction spécifiée doit être très court (au

minimum), à une température prescrite, qui est nécessaire pour stabiliser la viscosité de liant.

Les procédés de traitement humide peuvent être utilisés pour l'asphalte mélangé à chaud, ainsi que pour Chip seals ou traitements de surface. Comme ils peuvent également être employés pour préparer des produits caoutchoutés d'étanchéité conjointe et de fissure.

### **III.4.3. Types d'asphalte-caoutchouté**

#### **III.4.3.1. Asphalte caoutchouc Cheap-Seal (SAM)**

Un SAM -Stress Absorbing Membrane- ou membrane à contrainte-absorbante est employé principalement pour atténuer la remontée de fissures d'un revêtement asphaltique existant affligé ou rigide. C'est un traitement de surface en utilisant une application d'asphalte caoutchouc de jet et d'agrégats de couverture. Il comporte un mélange d'asphalte-caoutchouc pulvérisé sur la surface existante de chaussée suivie immédiatement d'une application d'agrégats uniforme qui est alors roulé et enfoncé dans la couche de liant. Son épaisseur nominale s'étend généralement entre 9 et 12 millimètres.

La préparation de l'asphalte-caoutchouc se fait dans des navires de mélange, équipés de réservoirs spéciaux pour chauffer le ciment d'asphalte, mélanger la poudrette au ciment et maintenir la poudrette en suspension pour éviter la séparation. Lorsque le caoutchouc a réagi avec le ciment bitumineux, il gonfle et des réactions physico-chimiques se produisent ce qui modifie les propriétés de la base d'asphalte. Les diluants des différents types (comme le kérosène) peuvent être rajoutés pour ajuster la viscosité pour la pulvérisation.

#### **III.4.3.2. Asphalte caoutchouc Hot-mix**

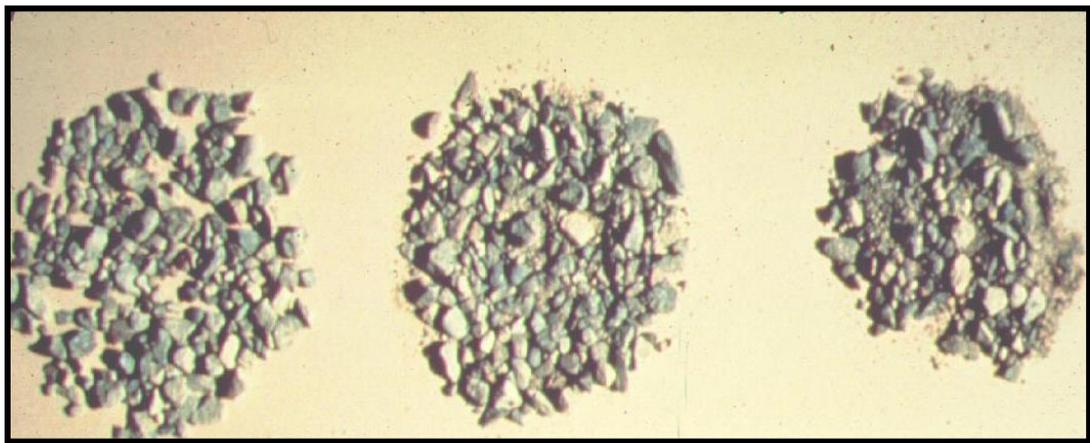
Le matériel d'asphalte-caoutchouc est substitué au mastic asphaltique conventionnel chaud. Il implique l'utilisation d'un liant en asphalte caoutchouté avec les agrégats dense-gap ou open garded dans les applications de mélanges à chaud. Pour la conception du mélange, le temps de réaction peut varier de 10/15 minutes jusqu'à 2 heures ou plus, selon le type et la gradation de caoutchouc. La température devrait être plus élevée pour permettre une plus grande viscosité du liant, la température typique de mélange à chaud d'asphalte pour pavage est comprise entre 149 et 177 °C.

Le mélange d'asphalte caoutchouc chaud peut réparer les chaussées existantes en leur réduisant la détérioration provoquée par le climat (l'effilochage et oxydation). Il fournit également à la surface dégradée une surface améliorée de bonnes caractéristiques extérieures de frottements. Comme il peut également être employé sur les revêtements bétonnés de ciment de Portland ou les plateformes de pont. Dans ce cas, le mélange est employé pour réduire au minimum la remontée de fissure, pour améliorer le frottement extérieur et réduire le bruit.

Selon les classes d'agrégats on distingue;

- **Gap-graded** : mélange continu bien gradué avec une ou deux tailles plus fines manquant, utilisés dans des applications de mélanges à chaud.
- **Open-graded**: classes d'agrégats entre 2 et 3 tailles avec peu de fines.
- **Dense-graded** : mélange sans discontinuité, bien gradué utilisé dans les applications de mélanges chauds.

Ces trois classes d'agrégats sont exposées dans la figure III.10 ci-après.



Open graded

Gap graded

Dense graded

Figure III.10. Classes d'agrégats pour asphalte-caoutchouc

Selon les classes d'agrégat, on distingue différentes applications d'asphalte caoutchouc Hot-mix:

- **Asphalt-rubber concrete** : mélange d'asphalte-caoutchouc (liant) avec agrégats dense-graded dans les applications de mélanges à chaud.
- **Asphalt-rubber friction course** : mélange d'asphalte-caoutchouc (liant) avec agrégats open-graded dans les applications de mélanges à chaud.
- **Chip seals** : Asphalte caoutchouté pouvant être appliqué aux chaussées existantes comme joint d'étanchéité de surface. Il fournit une bonne résistance au dérapage, améliore la durabilité des chaussées et empêche la remontée de fissures.

## III.5. INTERACTION BITUME-POUDRETTE

### III.5.1. Mastic asphaltique caoutchouté

L'utilisation de rebut du caoutchouc dans le matériau d'asphalte de chaussée est étudiée depuis 1960. Le mastic asphaltique caoutchouté, ou liant d'asphalte caoutchouc, est utilisé dans des applications de mélange à chaud et dans des applications de jet, tel que le l'asphalte de caoutchouc modifié à chaud (RUBber-Modified hot-mix Asphalt - RUMAC-) et membrane absorbant d'effort [Stress Absorbing Membrane –SAM-, ainsi que le mastic de crack/joint.

La réaction de l'asphalte et du caoutchouc et la méthode de fabrication de liant en caoutchouc d'asphalte ont été soulignées dans le procédé ARRA. Dans lequel l'asphalte caoutchouté travaille comme matrice dense pour retenir l'agrégat et la poudrette de caoutchouc ensemble.

La plupart des ciments d'asphalte peuvent être employés dans la production d'asphalte caoutchouté; cependant, ils ne se comportent pas de la même façon une fois réagis avec la poudrette de caoutchouc (CRM). Dans tous les cas, l'utilisateur d'asphalte caoutchouc devrait exiger une conception de liant d'AR d'assurer la compatibilité entre le ciment d'asphalte et le CRM.

### III.5.2. Performances du mastic bitume-poudrette

Les complexes bitumineux incorporant des poudrettes de caoutchouc présentent un double intérêt environnemental et technique, et constituent un mode de valorisation potentiel des produits usagés. En plus de leur valorisation, plusieurs autres avantages et à différents plans sont offerts par la substitution d'un enrobé classique par le complexe bitume-poudrette, ceux-ci se traduisent notamment par:

- 1. diminution du point de ramollissement :** L'asphalte modifié, comme montré par plusieurs auteurs, a un point de ramollissement bien plus haut que l'asphalte ordinaire, ceci reflète une plus grande stabilité à hautes températures ce qui mène à une plus grande résistance à la déformation et à la fissuration.
- 2. diminution de la température de rupture :** Le mastic bitume-caoutchouc présente une température de rupture inférieure à celle de l'asphalte conventionnel, celle-ci est de  $-5,5^{\circ}\text{C}$  (à  $10^{\circ}\text{F}$ ) et  $-8,3^{\circ}\text{C}$  (à  $15^{\circ}\text{F}$ ). Ceci montre que les bitumes modifiés sont moins fragiles et plus résistants à la fissuration à basses températures.
- 3. augmentation de la résilience :** les caractéristiques élastiques (résilience) de l'asphalte caoutchouc sont habituellement augmentées de 40 à 50% par rapport à l'asphalte conventionnel. Les procédures d'évaluation indiqueront le pourcentage du rebond du matériel asphaltique à  $77^{\circ}\text{F}$ . Plus la température est élevée, plus la

différence entre le module réversible du mélange classique et le mélange d'asphalte-caoutchouc

**4. augmentation de la force cohésive :** définie comme la force nécessaire pour arracher un granulat de l'enrobé, celle-ci est de 25 à 50 fois plus grande dans le cas de l'asphalte modifié, ceci témoigne de l'amélioration de la résistance à la déformation et à la fissuration.

**5. augmentation de la viscosité :** Un accroissement de viscosité significatif est obtenu après ajout de caoutchouc au ciment bitumineux. Diverses quantités de kérosène ou d'autres solvants peuvent être rajoutées pour ajuster la viscosité. Un supplément en viscosité de l'asphalte-caoutchouc reflète une diminution de la susceptibilité aux températures, de même une amélioration des capacités d'adhésion entre l'ensemble des particules dans le mélange.

**6. augmentation de la durabilité :** L'asphalte caoutchouté-modifié montre non seulement plus d'élasticité que l'asphalte classique, mais également une plus grande résistance au vieillissement due aux antioxydants contenus parfois dans la poudrette. Les données de laboratoires indiquent que le taux d'oxydation d'asphalte-caoutchouc s'est avéré sensiblement inférieur à l'asphalte conventionnel.

En résumé, l'asphalte-caoutchouc est plus élastique que le ciment ordinaire et reste élastique à basses températures ce qui amène à dire : quand une plus grande amélioration de flexibilité à basse température est désirée, les ciments d'asphalte plus mous sont recommandés pour réaliser les propriétés améliorées sans crainte des problèmes d'instabilité ou du rinçage lié à d'autres types de matériaux asphaltiques (modifiés ou non modifiés).

### III.5.3. Facteurs influents les performances du mastic asphalte caoutchouc

- **Influence de la nature, granulométrie et quantité de la poudrette**

Le dosage en poudrettes de caoutchouc est généralement lié à la granulométrie utilisée et l'objectif ciblé, cependant les formulations habituellement recommandées dans le domaine routier requièrent des dosages compris entre 15 à 25% (cas des mélanges secs). Caltrans recommande aussi l'utilisation dans l'asphalte des poudrettes composées de 75% de poudrettes issues des pneumatiques et de 25% de caoutchouc naturel, des huiles aromatiques pour le contrôle de la viscosité sont éventuellement rajoutées.

Pour le cas des mélanges humides, la proportion de polymère dans le bitume varie généralement de 2 à 10% en masse; la dose la plus utilisée est d'environ 5%. Cette limite est conditionnée par la viscosité aux températures de service, par des problèmes d'inversion de phase et par le coût du mélange. Les polymères recyclés réduisent quelque peu le coût total de fabrication de bitumes modifiés.

On remarque que, plus le contenu en caoutchouc est élevé plus les propriétés froides de rigidité et de résistance à la fatigue sont meilleures, plus le taux de vieillissement est inférieur. Morisson a généralisé que la résistance à la déformation est en augmentation avec la quantité du caoutchouc.

L'étude de la granulométrie de la poudrette caoutchoutée est également très important dans la formulation de l'enrobé bitumineux. Les recherches menées au CRR Belgique ont montré l'importance de la granularité des poudrettes sur le bitume et donc de l'asphalte en entier. Les différentes fractions granulaires actuellement commercialisables sont : 0/0,5 mm, 0,5/2 mm, 2/7 mm et 7/15 mm. Dans le domaine des revêtements routiers, la granularité généralement utilisée est inférieure à 2 mm.

Certains liants sont ajoutés à la poudrette recyclée. Ils sont utilisés pour améliorer la compatibilité des polymères, les propriétés de fin de vie d'une matière, les caractéristiques des procédés, et la consistance des mélanges. À cause de sa facilité d'implantation et de ses caractéristiques d'adhésion, l'uréthane est utilisé dans 90-95% des cas. D'autres liants, tels le latex, le Vestenamer, le Vestol et le Struktol, sont également disponibles sur le marché.

Quelques fois, deux différents polymères sont ajoutés simultanément, dans le but de conférer au bitume modifié les performances requises. Il est important de rappeler que chaque classe de polymères possède des caractéristiques propres (poids moléculaire, structure, viscosité, etc...) dont il faut les étudiés avant que ce dernier soit incorporé dans la matrice bitumineuse.

- **Influence de la température du mélange**

Le mélange d'asphalte caoutchouté devient plus compatible dans peu de temps après le mélange de même composition préparé à 150°C. La modification d'asphalte caoutchouté à la température de durcissement plus haute à 220°C mène à l'affaiblissement de la qualité du produit. D'autre part, un problème d'émission d'asphalte se produit si la température de durcissement dépasse 200°C.

- **Influence des additifs et du temps de contact**

Le temps de mélange (asphalte+caoutchouc) influe sur le degré d'interaction asphalte-caoutchouc. Les nouvelles performances du liant peuvent être atteintes généralement après une période de 45 à 60 minutes.

Selon Vestenamer, l'ajout de 0,5% de poudrettes du poids du liant influe de manière significative sur les propriétés du ciment d'asphalte aux températures supérieures notamment par l'augmentation de niveau de la catégorie du liant.

Les tableaux III.1 et III.2 présentent les propriétés physico-chimiques d'un type d'asphalte avant et après ajout de poudrette caoutchoutée d'origine pneumatique.

**Tableau III.1. Propriétés physico-chimiques de l'asphalte d'AC10 avant et après mélangé à 15% de caoutchouc pneumatique**

Propriétés		Asphalte original	Asphalte modifié
Pénétration, 25°C. ASTM D5. 0.1 mm		106	67
Viscosité absolue, 60°C. ASTM D 2 171		1071 poises	2174 poises
Analyse chimique	Latroscan ( %)	8.6	10.8
	Asphaltènes	13.8	15.2
	Résines	74.5	70.7
	Saturées	3.1	3.3

(1) Le matériel a été soumis à deux heures du chauffage 175±10°C.

(2) le caoutchouc étant à 100 % passant à la maille 16 de 0% à la maille 20 de dépassement

(3) Le résidu d'asphalte a été obtenu en vidangeant au-dessus d'un tamis à mailles 30 pendant 30 minutes à 150°F

**Tableau III.2. Propriétés physiques de ciment d'asphalte AC-20 mélangé à 5% de CRM**

Propriétés	Asphalte AC20	AC20±5%CRM
Brook Field viscosity, 175°C. centipoises	84	.....
15 min	....	124
30 min	....	144
60 min	....	136
120 min	....	116
Aiguille de pénétration, 25°C (ASTM D5)	74	61
Point de ramollissement, OC (ASTM D36)	47	51
Viscosité absolue. 60°C (ASTM D2171) cp	1996	3657
Ductilité à 77°F (ASTMD113)	100	33

(1) les propriétés d'AR sont déterminées après 120 minutes d'échauffement.

(2) la gradation de CRM est 100% passant No.50, 77% passant No.80. 64% passant No. 100 et 0% passant No.220.

### III.5.4. Compatibilité bitume-polymère

La compatibilité peut être définie de deux façons:

- En terme thermodynamique, elle se définit comme une situation où le bitume et le polymère forment une seule phase, et qu'un tel mélange peut être stocké sans agitation. On se réfère à cette définition de la compatibilité en parlant de solubilité d'un polymère dans le bitume. [13]
- En terme pratique, la compatibilité se définit comme une situation où le bitume et le polymère peuvent se combiner pour former un produit dont les propriétés se trouvent améliorées et où le mélange peut être manipulé sans précautions excessives. [13]

Les propriétés chimiques et physiques de l'asphalte et du modificateur de caoutchouc déterminent en grande partie l'état de liaison du bitume caoutchouc avec les granulats.

L'asphalte est considéré comme un matériel viscoélastique complexe contenant les composés organiques polaires et non polaires ayant un grand poids moléculaire. Ces molécules organiques polaires dans l'asphalte tendent à lier avec les emplacements polaires opposés sur la surface de modificateur de caoutchouc pour créer une interface de l'asphalte et de poudrette de caoutchouc.

L'interface peut-être, à une composition chimique près, différente de cet asphalte en vrac. Ensuite la région interphase se composant des molécules polarisables s'étend de l'interface à l'asphalte en bloc jusqu'à 100 $\mu$ . La composition dans la section interphase peut également être différente de celle de l'asphalte en bloc.

Les molécules absorbées dans les pores du CRM constituent la région absorbée. Ces molécules attachées directement à la surface globale sont considérées comme région d'interface. Des molécules qui sont structurées près de l'interface mais pas attachées sur la surface de caoutchouc sont considérées comme région interphase. La majeure partie de l'asphalte se trouve au delà de la région interphase.

Selon Thomas Kennedy, la figure III.11 illustre les trois zones d'absorption, d'interface et d'interphase dans l'asphalte caoutchouc.

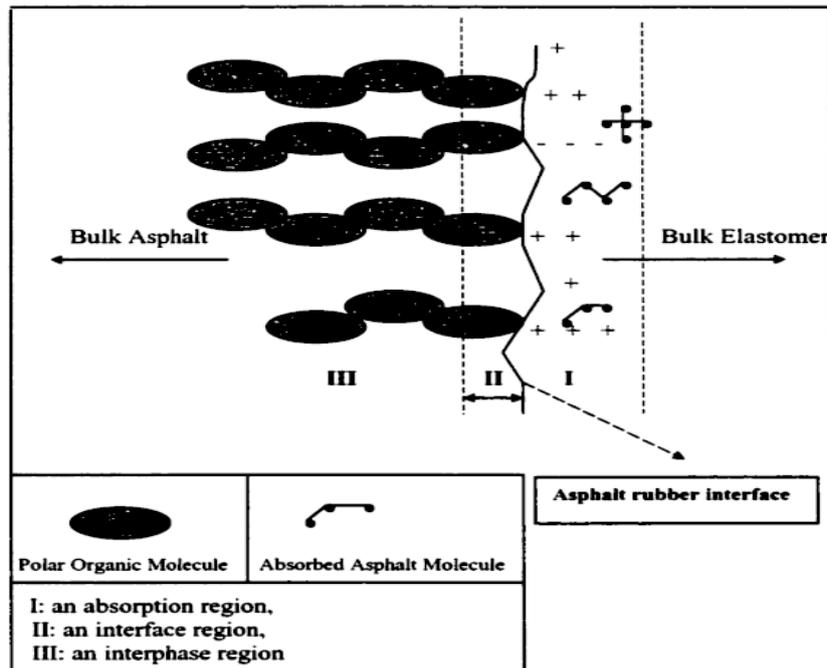


Figure III.11. Schéma des trois zones modèles selon T. Kennedy

### III.5.5. Gonflement de la poudrette

Le gonflement du polymère par les huiles du bitume est la première conséquence de la modification des propriétés des bitumes par addition de polymère. Quand le modificateur de caoutchouc est ajouté au ciment d'asphalte, les particules en caoutchouc gonflent, cela est dû à l'absorption du fluide de pétrole ou d'asphalte dans lequel elles sont immergées. Différentes huiles sont absorbées à des degrés différents. Comme les particules en caoutchouc gonflent, la distance inter-particulaire diminue ce qui a comme conséquence une augmentation de la viscosité du mélange.

La réticulation des liens covalents entre les chaînes d'élastomères de la poudrette empêche la dissolution complète des particules caoutchoutées dans l'asphalte. Une plus longue période de contact entre le caoutchouc et l'asphalte de liquide entraîne une plus grande pénétration de ce dernier dans le réseau interne de l'élastomère causant un accroissement progressif du volume des particules, ayant pour résultat le gonflement.

Généralement, au fur à mesure que le contenu en caoutchouc augmente, la viscosité du mélange asphalte-caoutchouc augmente. Les matériaux en modificateur de caoutchouc de taille plus fine "réagissent" plus rapidement et produisent des viscosités plus élevées que le caoutchouc de particule de plus grandes dimensions en raison de la surface spécifique.

La phase caoutchouteuse présente un gonflement variant entre 200 et 400%, qui modifie sensiblement le comportement rhéologique du caoutchouc en lui transmettant la susceptibilité thermique du bitume

Le réseau tridimensionnel de l'élastomère subit la dégradation lente en tant que résultat de gonflement de l'asphalte chaud. Le degré de dégradation d'élastomère augmente quand son gonflement augmente en raison de l'augmentation de la température ou de l'utilisation des agents peptizing, qui cassent les réticulations de la matrice.

En résumé, un liant bitume-polymère peut être considéré comme un système à deux phases :

- une phase polymère gonflé par les huiles
- une phase bitume plus riche en résines et en asphaltènes (ceux-ci n'intervenant pas dans la solvatisation) que le bitume de base.

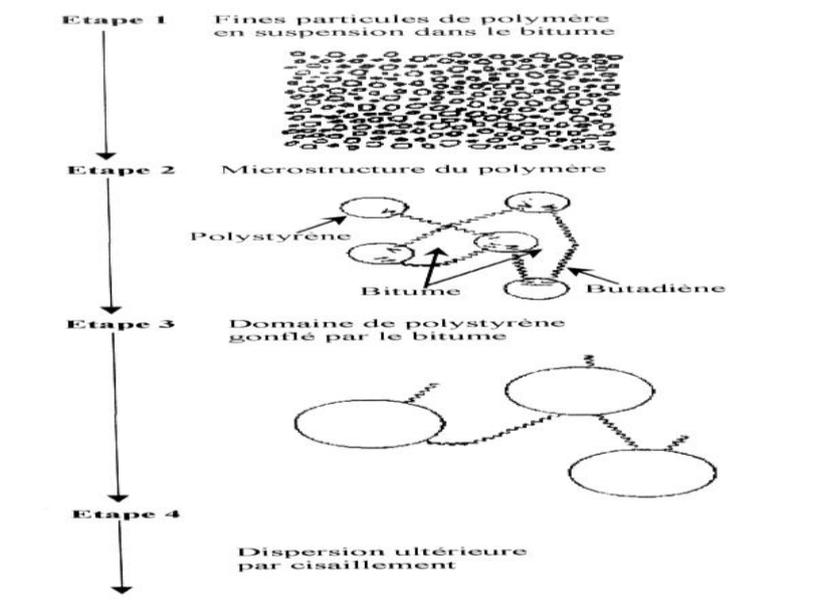


Figure III.12. Etapes de dispersion du polymère dans le bitume [2,11,20]

### III.5.6. Facteurs commandant le gonflement de la poudrette

L'ampleur et le taux de gonflement dépendent de plusieurs facteurs, certains sont liés au modificateur de caoutchouc CRM tels que sa taille, gradation, quantité, surface et composition chimique. D'autres facteurs sont liés aux propriétés physico-chimiques de l'asphalte lui-même. Les conditions de mélange tel que le temps, température et degré d'agitation influent sensiblement sur le gonflement de la poudrette.

Les premières études faites à l'institut de recherche occidental (WRI) suggèrent que la source brute d'asphalte est le variable facteur affectant les propriétés physiques du mélange asphalte-caoutchouc. Les contaminants peuvent affecter le traitement et/ou les propriétés physiques du mélange.

Il a été constaté que le gonflement du caoutchouc a lieu à un taux linéaire pendant les 90 premières secondes, après il continue à augmenter, mais beaucoup plus lentement.

Pendant que le caoutchouc gonfle et la viscosité augmente dans le mélange, les propriétés physiques de mélange changent. Les changements typiques qui peuvent se produire sont:

- augmentation de la viscosité,
- augmentation de la rigidité et de résistance au ramollissement,
- changement des caractéristiques élastiques,
- amélioration de la résistance au vieillissement.

## **III.6. PERFORMANCES MECANIQUES DE L'ASHALTE CAOUTCHOUC**

### **III.6.1. Performances des chaussées en bitume-poudrette**

Plusieurs améliorations ont été apportées au niveau des chaussées construites en bitume-caoutchouc et ce sur plusieurs plans, on cite ci-après les plus importants :

**III.6.1.1. Fissuration :** L'asphalte caoutchouté réduit considérablement la fréquence d'apparition des fissures dues aux mouvements verticaux et/ou horizontaux de la chaussée, en raison de ses propriétés élastiques. De même, les études menées ont prouvées que la présence de caoutchouc dans les bitumes améliore la résistance à la fissuration thermique de ceux-ci. De ce fait, les bitumes caoutchouc sont très utilisés comme anti-remontée de fissures.

**III.6.1.2. Résistance à l'orniérage :** Du fait de leur consistance plus raide, les chaussées en asphalte caoutchouté résistent mieux à l'orniérage que les chaussées traditionnelles.

**III.6.1.3. Vieillessement :** Une des qualités importantes de l'asphalte caoutchouté modifié réside dans sa grande résistance au vieillissement. Cette propriété d'antivieillessement est le résultat des antioxydants contenus dans les poudrettes et intégrés dans l'asphalte. A cet effet, les chaussées en bitume modifié résistent mieux sous l'effet des contraintes cycliques répétées. Les études au vieillissement réalisées sur l'asphalte-caoutchouc placées dans le nord et le centre des chaussées d'Arizona indiquent que sa résistance au durcissement a augmenté.

**III.6.1.4. Durabilité et entretien :** Dans le domaine de l'entretien routier, les produits d'asphalte caoutchouté sont également utilisés pour remettre en état les chaussées qui sont superficiellement détériorées et dont l'intégrité structurale est gardée. Dans beaucoup de cas, l'épaisseur réduite des recouvrements en asphalte caoutchouté (presque la moitié d'épaisseur de l'asphalte ordinaire) compense une grande partie la hausse en coût initial. De même, la fréquence d'intervention pour entretien pourra être largement atténuée dans le cas des chaussées en asphalte caoutchouc.

**III.6.1.5. Drainage et sécurité :** Les poudrettes caoutchoutées entrent également dans la fabrication des enrobés drainants. Parmi les enrobés drainants on peut citer à titre indicatif :

- Citychape : béton bitumineux "Prix de l'innovation 1997" comportant une forte porosité rendant l'absorption acoustique très importante qui s'adapte parfaitement avec la voirie urbaine,
- DRAINOPHONE : enrobé drainant 0/6 ou 0/10 fabriqué avec un liant d'enrobage modifié destiné aux trafics élevés et rapides.

De même, les revêtements caoutchoutés offrent une plus grande sécurité pour les automobilistes : leur aspect de surface plus mat diminue l'éblouissement par temps de pluie tout en assurant un meilleur drainage limitant ainsi les risques d'aquaplaning, cette conséquence est logique étant donné que le contact de l'interface pneu-chaussée est de type caoutchouc-poudrettes, ce qui consolide davantage la liaison.

**III.6.1.6. Aspect sonore :** Les niveaux de bruit sur des routes continuent à augmenter avec le nombre du trafic. Cependant, l'asphalte caoutchouté mélangé à chaud a démontré une réduction importante du niveau de bruit de l'ordre de 5 décibels.

**III.6.1.7. Rapidité et économie :** La facilitée de mise en œuvre des chaussées d'asphalte caoutchouté en raison qu'elles peuvent être usiné et placer et les mettre en service immédiatement (retard intolérable risque le durcissement de la chaussée) permet de réduire la durée des travaux ce qui les rend plus pratiques et rapides.

Les chaussées d'asphalte caoutchouté sont rentables du fait de:

- ✓ Réduction du coût d'entretien grâce à ses hautes performances permettant une longévité de vie des chaussées.
- ✓ Facilite de mise en œuvre permettant une économie de coût-délai.

- ✓ Gain en épaisseurs des couches et de produits réutilisées (déchet pneumatique).
- ✓ Capacité de recyclage et de réutilisation aussi bien pour les agrégats que pour le liant d'asphalte caoutchouc qui garde beaucoup de ses propriétés de cimentage.

### III.6.2. Echecs de l'asphalte caoutchouté

Les asphaltes à base de poudrettes caoutchoutées constituent une alternative très intéressante, mais ceux-ci doivent être correctement choisis, conçus, produits, et construits pour fournir les améliorations désirées.

Les limitations sur l'utilisation d'asphalte caoutchouté portent sur :

- ❖ les coûts de mobilisation pour l'équipement de production de l'asphalte caoutchouté pour de grands projets peuvent être répartis sur le tonnage de sorte que le prix unitaire puisse être compensé par le prolongement de la durée de vie, coûts d'entretien minime, et épaisseur réduite des chaussées. Pour de petits projets, cependant, le coût de mobilisation est le même, ayant pour résultat une augmentation du prix unitaire pour une petite amélioration ce qui ne soit pas la solution optimale.
- ❖ les prix de revient unitaire des produits en asphalte caoutchouté sont plus chers que ceux des produits conventionnels ou par polymère modifiés. Le coût initial est l'une des raisons que l'utilisation des mélanges d'asphalte caoutchouté chauds est limitée aux couches minces.
- ❖ Difficulté de recyclage des matériaux en asphalte caoutchouté en raison de la rigidification du liant après emploi. De même, un retard notable entre le mélange et la mise en œuvre peut ne pas donner satisfaction du fait de la digestion complète de la poudrette.
- ❖ Pour les petits chantiers dans des sites éloignés, l'agrégat chaud et/ou pré enduit peut ne pas être disponible parce qu'il peut ne pas y avoir d'usines sur une distance raisonnable.
- ❖ La fabrication de l'asphalte caoutchouté au niveau de la centrale d'enrobage requière plus d'énergie calorifique que les enrobés classiques, étant donné que la poudrette rend le liant plus rigide à températures élevées.

### III.6.3. Considérations sur le coût d'asphalte caoutchouc

Les prix des revient unitaire du produits en asphalte caoutchouté sont plus chers que ceux des produits conventionnels ou avec d'autres polymères modifiés. Le coût initial est l'une des raisons que l'utilisation des mélanges d'asphalte caoutchouté chauds est limitée à des couches minces.

Dans beaucoup de cas, l'épaisseur réduite des recouvrements du béton en asphalte caoutchouté (presque la moitié de l'épaisseur de béton en asphalte ordinaire) compense, en grande partie, la hausse du coût initial.

D'après une estimation faite par Trivalor, l'utilisation de poudrettes sur les chantiers routiers entraîne un surcoût de 10% par rapport à l'emploi d'un bitume non modifié.

Cette différence de coût peut être compensée par;

- l'augmentation de la durée de vie du bitume traité,
- l'augmentation des performances physico-mécaniques,
- la diminution de la fréquence des opérations d'entretien.

On notera que les liants caoutchoutés, de même que les bitumes modifiés, présentent une certaine sensibilité aux conditions météorologiques lors de la mise en oeuvre, ce qui rend leur utilisation délicate sous certaines conditions. La réalisation des chaussées d'asphalte caoutchouté ne sont pas recommandées dans les conditions suivantes:

- ❖ temps pluvieux ,
- ❖ temps froid avec température ambiante de surface inférieure à 13° C,
- ❖ Chaussées accidentées et fortement fissurées,
- ❖ sur de longues distances avant sa mise en œuvre (refroidissement)

## III.7. QUELQUES CAS D'UTILISATION D'ASPHALTE CAOUTCHOUC

Afin d'illustrer l'utilisation de l'asphalte caoutchouc, nous citerons dans cette partie deux projets intéressants.

### III.7.1. Projet INOPHONE

Le projet INIPHONE date de 2001 et consiste à la fabrication, pour la première fois, des revêtements routiers incorporant des poudrettes selon la technique d'enrobage à froid par la Société Eiffage Travaux publics et soutenu par l'ADEME

Dans ce procédé, les poudrettes de caoutchouc sont incorporées dans le mélange granulaire en lieu et place d'une fraction des granulats minéraux, puis le mélange granulaire obtenu est incorporé au bitume émulsifié.

Les objectifs visés à travers ce revêtement étaient :

- l'élargissement des débouchés pour la poudrette de pneus usagés et donc une augmentation des quantités de pneus usés valorisées,
- un gain d'énergie et une réduction des émissions polluantes, puisque le bitume a été fluidifié par émulsification et non pas par échauffement.
- une plus grande facilité d'emploi, la fabrication et la mise en œuvre s'effectuant sur le chantier simultanément.

Les travaux expérimentaux conduits en laboratoire ont permis de:

1. déterminer la bonne taille et le bon type de poudrettes selon l'offre des granulateurs,
2. formuler une émulsion compatible avec le type de poudrette. La poudrette doit bien tenir dans le mélange et être parfaitement fixée au liant. L'émulsion doit être également suffisamment fluide pour que le mélange soit homogène,
3. obtenir un comportement satisfaisant du mélange lors de sa mise en œuvre. Le produit ne doit pas prendre en masse trop rapidement, ni trop lentement,
4. préciser le taux maximal d'incorporation de poudrettes compatible avec les caractéristiques du produit recherchées et les contraintes de mise en œuvre afin de valoriser une grande quantité de poudrettes.

En 2002, les premiers essais hors laboratoire ont été effectués sur un parking situé sur le site de Ciry-Salogne pour tester la faisabilité du procédé avec les moyens de fabrication et de mise en œuvre. Le produit INOPHONE répond bien aux caractéristiques recherchées : qualité d'usage, durabilité, vieillissement.

Des suivis d'adhérence et des mesures de bruit ont montré l'intérêt du produit. Notamment, dès 40 km/h, la réduction du bruit est de 35%. La technologie a fait l'objet d'une demande de brevet.

En 2005, un deuxième chantier expérimental a été lancé sur la RD 212 près de Vizine en Seine et Marne. Aucune difficulté de mise en œuvre n'a été rencontrée et le revêtement routier n'a donné aucun signe de vieillissement prématuré.

Les techniques d'enrobage à froid, plus économes en énergie et moins polluantes que les procédés classiques, ouvrent une voie prometteuse.

### **III.7.2. Projet Autoroute A26**

L'autoroute A26 entre Saint-Quentin et Reims a été mise en service en 1989 dans la continuité des sections précédentes, avec une structure originale de type dalle épaisse en béton de ciment.

La couche de roulement définitive, mise en œuvre en 1990 sur la section entre Laon et Reims, était constituée d'un béton bitumineux très mince (BBTM) en 2,5 cm d'épaisseur d'un bitume-poudrettes de caoutchouc issues du broyage de pneumatiques

usagés (une innovation qui avait permis à Sanef de lancer les enrobés drainants sur l'A1 en 1984...).

Après 14 ans de bon service, il était nécessaire d'avoir une nouvelle couche de roulement, toujours avec la technique BBTM, et le chantier fut programmé en 2004. En 2001, Sanef avait expérimenté le recyclage de fraisât d'enrobés drainants dans un nouveau béton bitumineux drainant (BBD<sub>r</sub>), sur l'A1, et l'expérience avait été positive.

C'est ainsi que germa l'idée de recycler en partie le BBTM existant sur l'A26 en appliquant le scénario suivant:

- fraisage de l'ancien BBTM jusqu'au niveau du béton sur 2,5 cm d'épaisseur,
- mise en œuvre, sur le béton raboté, d'un sable enrobé sur 2 cm (pour étancher et éviter la remontée de fissures au-dessus des joints de dalles),
- fabrication et mise en œuvre sur 2,5 cm d'un BBTM 0/10 comportant 25% en poids de fraisât de l'ancien BBTM.

L'entreprise Colas fut adjudicataire et réalisa le chantier en quatre semaines du 9 septembre au 10 octobre 2004, sur une section à 2x2 voies de 16 km, entre le PR 211 et le PR 227 (trafic moyen d'environ 3000 PL/jour/sens). L'expérimentation s'est avérée globalement positive et a indiqué les limites de l'intérêt technico-économique d'une telle opération pourtant très motivante sur le plan environnemental...

### III.8. CONCLUSION

De point de vue utilisation, les asphaltes incorporant des poudrettes caoutchoutées sont employés partout et de la même façon que les enrobés conventionnels bien que les premiers offrent de meilleures performances mécaniques, thermiques, durabilité... comme il est montré à travers le présent chapitre.

Les diverses qualités attribuées au bitume amélioré par les poudrettes permettent une utilisation large de ce produit dans différents domaines liés aux utilisations routières notamment comme liant dans les enrobés ou le mélange permet de :

- réduire le processus de vieillissement de la couche de surface sous l'effet des contraintes météorologiques.
- limiter les nuisances sonores par une limitation du bruit engendré par le contact pneu-surface.
- améliorer la sécurité des automobilistes sur routes mouillées en minimisant le phénomène d'aquaplaning,
- offrir les mêmes qualités de souplesse et de résistance à l'usure que les caoutchoucs traditionnels.
- augmenter la durée de service de la couche de surface par amélioration de ses caractéristiques mécaniques.

La réutilisation de la poudrette de caoutchouc dans l'industrie ne relève guère seulement des actions écologiques qui vise à préserver notre environnement, mais bien plus par l'enjeu socio-économique et l'obligation de s'aligner au diapason de l'économie mondiale.

L'utilisation de granulats de pneumatique ou bien de poudrette de caoutchouc sont uniquement au stade de la recherche, des planches d'expérimentation par inclusion d'un pourcentage de poudrette dans l'asphalte sont prévues au sud algérien (Ouargla), ceci permettra de donner une souplesse aux enrobés afin d'éviter le phénomène d'apparition de fissures précoces en même temps de réduire les nuisances sonores.

**PARTIE II :**  
**PARTIE EXPERIMENTALE**

## **CHAPITRE IV**

# MATÉRIAUX ET PROCÉDURES D'ESSAIS

## CHAPITRE IV

### MATÉRIAUX ET PROCEDURES D'ESSAIS

#### IV.1. INTRODUCTION

Afin de traiter la partie expérimentale concernant la valorisation de la poudrette de caoutchouc dans le domaine routier, nous allons exposer dans ce chapitre, les matériaux ayant été utilisés pour les différentes formulations des enrobés confectionnés.

La campagne expérimentale a été réalisée moyennant les matériaux suivants ;

- ➔ bitumes de grade 40/50
- ➔ agrégats 0/14 pour BB
- ➔ poudrette caoutchoutée

#### IV.2. CARACTERISATION DES MATERIAUX D'EXPERIMENTATION

##### IV.2.1. Bitumes 40/50

Les bitumes purs utilisés dans notre partie expérimentale proviennent ; l'un des fondoirs de la centrale d'enrobage du groupe TOTAL à Ouargla et l'autre de la raffinerie de l'unité de production NAFTAL sise à Touggourt, il s'agit de deux bitumes purs de grade (40/50) souvent utilisés en Algérie en enrobés pour la confection des couches de roulement.

Des essais de caractérisation ont été effectués sur ces derniers; Il s'agit des essais de pénétrabilité à l'aiguille (PEN à 25°C), de l'essai de ramollissement bille et anneau (TBA) ainsi que la détermination de la densité relative.

Les caractéristiques usuelles des deux bitumes sont synthétisées dans le tableau IV.1. La figure IV.1 représente l'échantillon de bitume avant l'essai de pénétrabilité.

Essai	Norme	Bitume Total	Bitume Naftal
Densité relative à 25°C	EN 1526	1,025	1,053
Pénétrabilité à 25 °C	EN 1426	44,10	46,30
Température B.A (°C)	EN 1427	43,8	43,85



**Tableau IV.1. Caractéristiques des bitumes utilisés.**

**Figure IV.1. Bitume pur 40/50.**

Le bitume de Naftal présente une consistance différente de celle de Total ainsi qu'une plus grande susceptibilité thermique.

### IV.2.2. Agrégats

Les agrégats proviennent de la carrière de Haoud El hamra à 60 Km de Ouargla. Les trois fractions utilisées dans les différentes formulations sont 0/3, 3/8 et 8/15. Ces derniers (montrés en figure. IV.2.) présentent les caractéristiques géotechniques moyennes consignées dans le tableau. IV.2. Les courbes granulométriques des fractions granulaires ainsi que leur fuseau respectifs sont représentés dans la figure IV.3.

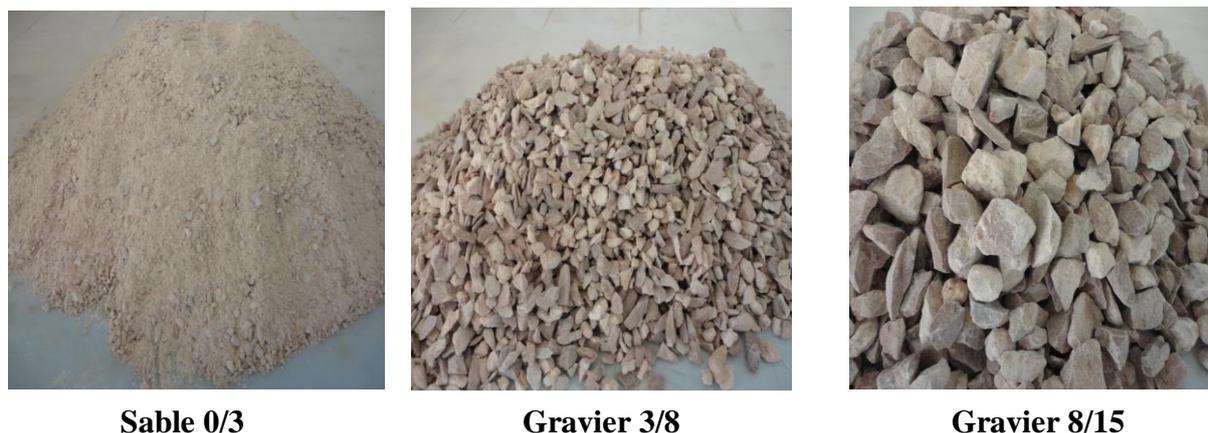


Figure IV.2. Fractions granulaires 0/3, 3/8 et 8/15 utilisées[30]

Tableau IV.2. Caractéristiques géotechniques moyennes des agrégats utilisés.

Essai		Norme	Sable 0/3	3/8	8/15
Teneur en eau (%)		NFP 98-250	2,67	2,93	2,88
Poids volumique (kN/m <sup>3</sup> )	sec	NF P 94-064	18,6	18,8	18,7
	humide		19,1	19,4	19,2
Analyse chimique sommaire (%)	Silicates		84,10	86,20	85,10
	Sulfates		00,02	00,05	00,03
	Carbonates		01,25	01,33	01,30
	Chlorures		00,04	00,06	00,05
Propreté superficielle (%)		NF P18-591		01,16	00,9
Los Angeles		NF P18-573			
Micro deval		NF P18-572			
Applatissement		NF P18-561			
Essai au bleu		NF P18-592			
ES (10%)	sans piston	NF P18-597			
	avec piston				

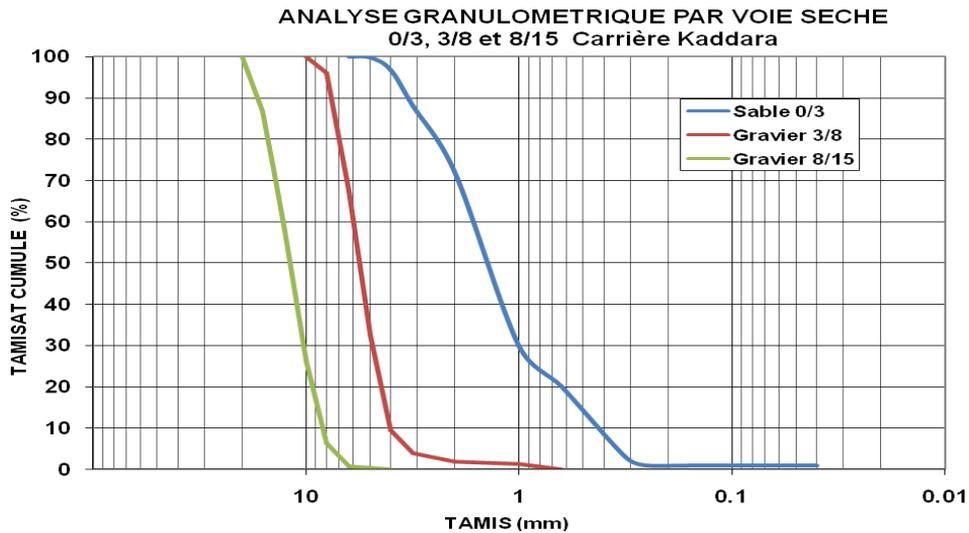


Figure IV.3. Courbes granulométriques des trois fractions granulaires utilisés.

### IV.2.3. Poudrette de caoutchouc

Les poudrettes de caoutchouc utilisées comme agent modifiant proviennent du broyage des chutes de tapis de voitures et de semelles de chaussures émanant de la Société d'Application d'Elastomères SAEL sis à Oued-Smar (Alger).

Deux variétés de poudrettes de caoutchouc ont été testées, il s'agit d'une poudrette fine (F) et d'une poudrette grenue (G) de densité proche de 0,8 à température ambiante et une température de fusion entre 200 et 220 °C, ce qui permet une bonne compatibilité aux températures d'enrobage et de mise en œuvre des bétons bitumineux.

Les courbes granulométriques des deux poudrettes (F) et (G) sont reportées en figure IV.4.

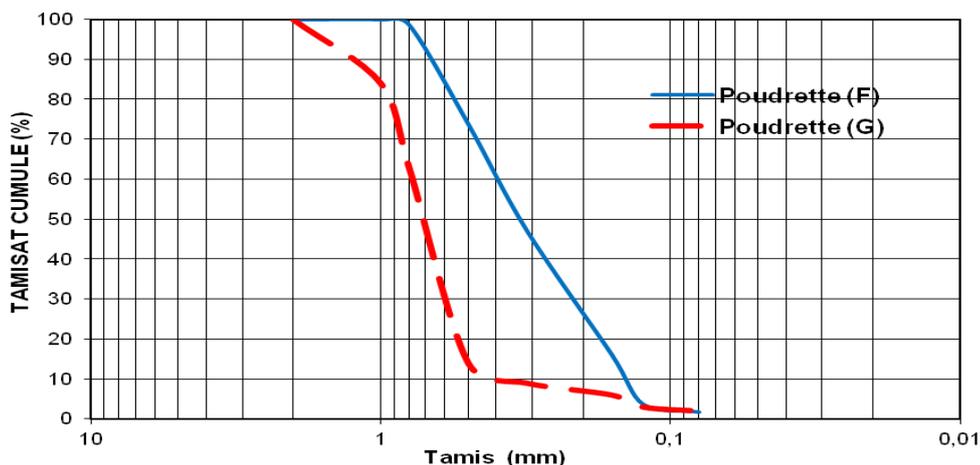


Figure IV.4. Courbes granulométriques des poudrettes (F) et (G) utilisées.

Plusieurs facteurs influent sur les propriétés mécaniques du caoutchouc tels que la température, la vitesse de chargement, la précontrainte dans le matériau, ainsi que le nombre de cycles de chargement. La figure IV.5 illustre le comportement d'un caoutchouc ordinaire sous l'effet de la traction.

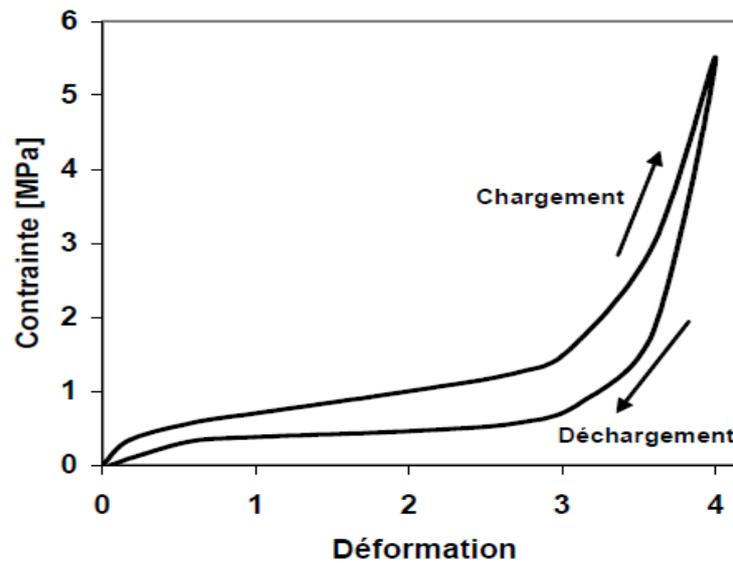


Figure IV.5. Courbe rhéologique type du caoutchouc pour un chargement en traction.[50]

### IV.3. PRINCIPE ET DESCRIPTION D'APPAREILLAGE POUR BITUME

L'approche expérimentale, pour les liants, est effectuée à l'aide des deux essais de caractérisation des bitumes ; il s'agit de l'essai de ramollissement bille et anneau et de l'essai de pénétrabilité à l'aiguille. Malgré la simplicité qui leur est accordée, ces deux essais demeurent les plus utilisés pour définir et classer les bitumes routiers.

La détermination des caractéristiques du bitume à savoir la pénétrabilité à 25°C (PEN25) et la température de ramollissement (TBA) se fait de la même manière que pour les bitumes purs ordinaires. Cependant il y'a lieu de prendre une attention pour les bitumes à fortes teneurs en polymère pour lesquels on enregistre des fluctuations notables des résultats liées à l'instabilité du mélange.

#### IV.3.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille

Cet essai permet de connaître la dureté du bitume sur la base de la pénétrabilité dans un échantillon de bitume évalué au dixième de millimètre d'une aiguille normalisée supportant une masse de 100 g durant 5 secondes à une température de 25 °C.



Figure IV.6. Dispositif de l'essai de pénétrabilité à l'aiguille.

Plus le bitume est dur plus la pénétrabilité est faible, cet essai explique le nom commercial du bitume et donne sa classification (Fig. IV.6).

### IV.3.2. Essai de ramollissement Bille & Anneau

Cet essai consiste à mesurer le point de ramollissement ; un anneau de cuivre rempli de bitume sur lequel est placée une bille en acier, est immergé dans de l'eau, on élève la température de 5 °C par minute, la température de ramollissement est celle où la bille entraîne le bitume se trouvant dans l'anneau au fond du récipient (ou sur une profondeur fixe). Cet essai renseigne sur la consistance du bitume (Fig. IV.7).

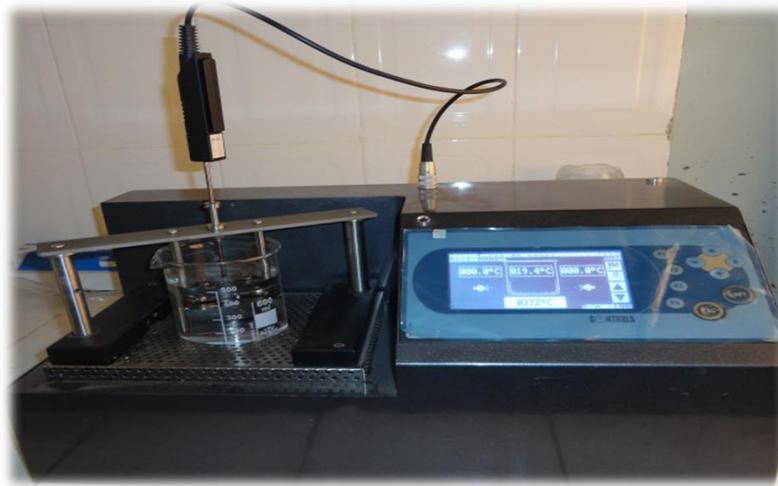


Figure IV.7. Appareil digital de ramollissement Bille et Anneau.

### IV.3.3. Confection du bitume-caoutchouc

Les bitumes modifiés sont fabriqués en général par dispersion de poudrette dans le bitume sous agitation à chaud. Après avoir chauffé le bitume pur à une température comprise entre 170°C et 180°C, sous agitation mécanique (hélice), on introduit ensuite l'agent modifiant (Poudrette de caoutchouc).

La fabrication du bitume caoutchouc est une opération nécessitant un contrôle strict de tous les facteurs influant sur le comportement du produit final. De plus, il est important de contrôler, en permanence, la constance des facteurs figés afin de limiter au mieux leur effet sur la variabilité du produit final à savoir;

- ➔ température du mélange :  $170 \pm 05^{\circ}\text{C}$
- ➔ vitesse de malaxage : 1000 tr/min
- ➔ hélice de 5cm de diamètre fixée à environ 1cm du fond du récipient
- ➔ récipient en fer blanc de 11cm de diamètre contenant environ 500g de bitume
- ➔ durée du malaxage :  $2,0\text{h} \pm 15\text{mn}$ .

Pour la réussite de l'opération nous avons adopté le protocole expérimental suivant ;

- Préchauffage du bitume à 170°C dans l'étuve,
- Préparation de la masse de la poudrette de caoutchouc nécessaire et son préchauffage,
- Incorporation progressive de la poudrette dans le récipient de bitume et homogénéisation du mélange,
- Réglage du dispositif (plaque chauffante, hélice, ...) et maintien de la température du mélange à 170°C,
- Mettre en marche le malaxeur à une vitesse de malaxage de 600 tr/min,
- Arrêt du malaxeur après 2h de marche, le mélange étant prêt pour les essais ou au stockage.

Dans la figure IV.8, il est donné le schéma de principe de l'appareillage ou du mélangeur bitume caoutchouc utilisé à la FGC-USTHB, ayant servi comme mélangeur pour l'incorporation de la poudrette dans le bitume pour notre expérimentation.

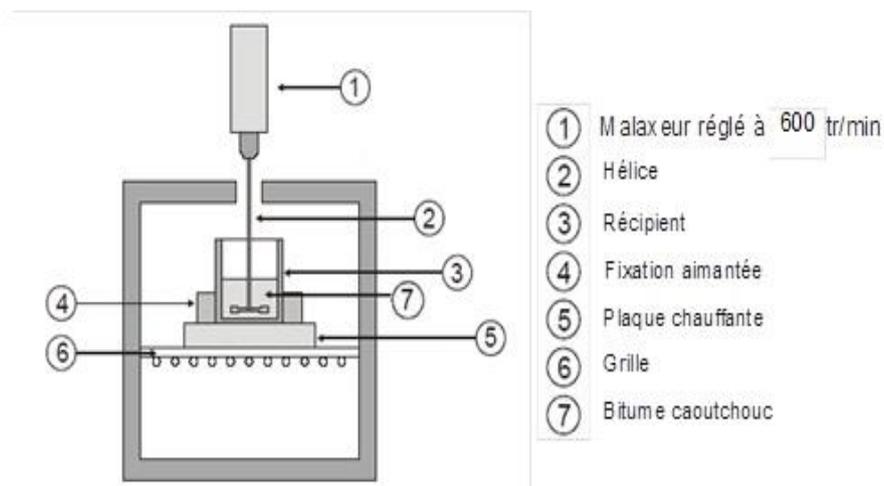


Figure IV.8. Schéma de principe du mélangeur bitume caoutchouc[50]

#### IV.4. MELANGE (BITUME MODIFIE-GRANULATS)

Le mélange du bitume-caoutchouc avec les agrégats se fait de la même manière que celui pour le bitume pur.

##### IV.4.1. Formulation du mélange 0/14

La formulation étudiée concerne un béton bitumineux semi grenu 0/14 catégorie "C" confectionné à partir des classes granulaires 0/3, 3/8 et 8/15 et un bitume de classe 40/50, ce type de BB est fréquemment utilisé en revêtement dont les gammes d'épaisseur d'application sont comprises entre 7 et 9cm (minimum absolu 6cm).

#### IV.4.1.1. Détermination du mélange granulaire optimal

Les pourcentages obtenus sont déterminés d'après la courbe granulométrique de chaque fraction granulaire en tenant compte du fuseau de référence 0/14.

Nous obtenons ainsi la courbe granulométrique du mélange telle que représentée sur la figure IV.9. Celle-ci s'insère dans le fuseau granulométrique de référence pour le BB envisagé.

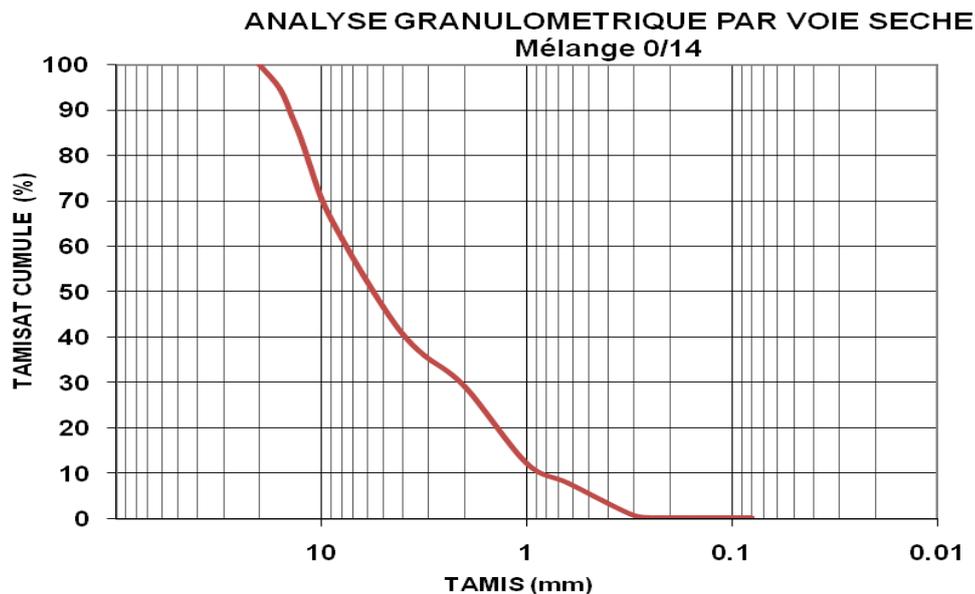


Figure IV.9. Courbe granulométrique du mélange et fuseau de référence 0/14.

D'après cette analyse, la formule de 40% de sable 0/3, 30% de gravier 3/8, 30% de gravier 8/15 avec une teneur en liant optimale de 6,51% de bitume (40/50) présente une stabilité acceptable.

- ✓ Gravier de classe 8/15. ....30 %
- ✓ Gravier de classe 3/8.....30 %
- ✓ Sable 0/3.....40 %
- ✓ Dosage en liant 40/50.....6,51%

#### IV.4.1.2. Détermination de la surface spécifique

La surface spécifique « $\Sigma$ » des granulats est donnée par la relation :

$$\Sigma = 0,25G + 2,3S + 12s + 135f$$

G, S, s et f sont respectivement les proportions d'éléments tels que :

- G : pourcentage d'éléments > 6,3 mm,
- S : pourcentage d'éléments compris entre 6,3 et 0,315mm,
- s : pourcentage d'éléments compris entre 0,315 et 0,08mm,
- f : pourcentage d'éléments < 0,08 mm.

Suivant la courbe granulométrique du mélange, les valeurs de ces derniers sont respectivement :

$$G= 35\%, \quad S=49\%, \quad s=08\% \quad \text{et} \quad f=08\%.$$

La surface spécifique correspondante est  $\Sigma = 12,97 \text{ m}^2/\text{kg}$

#### IV.4.1.3. Détermination de la teneur en bitume

La teneur en liant «T» est déduite de la surface spécifique « $\Sigma$ » correspondant à un module de richesse «K» choisi en fonction de l'importance du trafic :

En faisant varier le module de richesse K dans l'intervalle relatif des BB, la teneur en liant peut prendre les valeurs consignées dans le tableau IV.3.

**Tableau IV.3. Teneurs en liant pour différentes valeurs du module de richesse**

Module de Richesse (K)	3,45	3,60	3,75	3,90
Teneur en Liant (%)	5,99	6,25	6,51	6,77

La teneur en liant est déterminée en pourcentage du poids des agrégats selon la méthode de calcul suivante:

$$T = \alpha \cdot K \sqrt[3]{\Sigma}$$

$\alpha$  : Coefficient correcteur tenant compte de la masse volumique des agrégats ( $\alpha = 1,04$ ).

Moyennant les teneurs en liant mentionnées en tableau IV.3, quatre mélanges ont été confectionnés, dont les caractéristiques sont données en tableau IV.4.

**Tableau IV.4. Teneurs en liant pour les différents mélanges.**

Mélange	A	B	C	D
Module de richesse K (%)	3,45	3,60	3,75	3,90
Teneur en liant T (%)	5,99	6,25	6,51	6,77
Masse volumique apparente (g/cm <sup>3</sup> )	2,194	2,216	2,224	2,22
Masse volumique théorique (g/cm <sup>3</sup> )	2,370	2,364	2,357	2,428
Compacité C (%)	92,57	93,73	94,35	91,43

$$MVR = \frac{100 + Pb}{\frac{Pb}{Db} + \frac{Pa_1}{pe_1} + \frac{Pa_2}{pe_2} + \frac{Pa_3}{pe_3}}$$

**Db** : Densité du bitume

**pe<sub>1</sub> pe<sub>2</sub> pe<sub>3</sub>** : Masse volumique d l'agrégat 1, 2 et 3

**Pb** : Pourcentage en poids du bitume

**Pa<sub>1</sub> Pa<sub>2</sub> Pa<sub>3</sub>** : Pourcentage en agrégats 1, 2 et 3

$$\text{Compacité} = \frac{\text{Masse volumique apparente}}{\text{Masse volumiquethéorique}}$$

#### IV.4.2. Préparation et confection des éprouvettes

Le bitume caoutchouc, confectionné selon le processus précédemment expliqué, est utilisé pour la confection d'éprouvettes de type Marshall selon la norme EN12697-30:2004 «confection d'éprouvettes par compactage à impact».

L'introduction du liant au squelette minéral se fait immédiatement pour éviter la ségrégation entre la phase bitume et la phase polymère; car le mélange est relativement instable.

Le mélange hydrocarboné est mis dans des moules cylindriques, le compactage est réalisé par application de 50 coups de dame des deux faces, les éprouvettes seront refroidis 2-3 heures à l'air puis démoulées et conservées ensuite pendant 24 heures (phase de maturation).

La figure IV.10 illustre la conservation des éprouvettes à l'air libre ainsi que leur écrasement.



Figure IV.10. Conservation et écrasement des éprouvettes Marshall

### IV.4.3. Appareillage et résultats Marshall

#### IV.4.3.1. Description de l'appareillage d'essai Marshall

L'approche expérimentale est effectuée à l'aide de l'essai Marshall (NF P98-251-2) qui est un essai de compression simple statique uniaxial réglé en température. Malgré ses limites, l'essai Marshall demeure le plus utilisé par les laboratoires Algériens pour les formulations des enrobés bitumineux.

L'essai de compression Marshall permet d'avoir un ensemble d'informations entrant dans le dimensionnement des chaussées, notamment les caractéristiques suivantes :

- la stabilité (en Kg) : la résistance maximale à l'écrasement.
- le fluage (en 0,1 mm) : le raccourcissement du diamètre de l'éprouvette au moment de sa rupture.

Comme il permet d'avoir la compacité et le vide résiduel final.

Le mode opératoire de cet essai est consigné dans la Norme EN 12697-34 :2004 relatif à l'essai Marshall.

Pour les besoins de notre étude, 4 éprouvettes de même composition ont été confectionnées dans chaque mélange.

- 02 éprouvettes pour la détermination de la stabilité.
- 01 éprouvette pour la détermination de la densité.
- 01 éprouvette reste comme témoin (archive et exposition en laboratoire).

Les éprouvettes (immergées et non immergées) sont soumises à l'essai Marshall, la vitesse du plateau de la presse est réglée à 0,85mm/s. On calcule ensuite le rapport immersion/compression.

#### IV.4.3.2. Résultats de l'essai Marshall

Le tableau suivant donne les résultats Marshall obtenus sur des éprouvettes de BB.

**Tableau IV.5. Teneurs en liant pour différentes valeurs du module de richesse.**

Teneur en bitume (%)	5,99	6,25	6,51	6,77	Recommandations
Compacité (%)	96,68	97,37	97,18	97,44	≤ 97
Stabilité Marshall (Kg)	889	992	1225	1114	Supérieur à 700
Fluage Marshall (1/10mm)	24	23	22	26	Inférieur à 40

#### IV.4.4. Appareillage et résultats Duriez

##### IV.4.4.1. Description de l'appareillage Duriez

Cet essai permet de connaître la tenue à l'eau d'un enrobé à chaud exprimé par un rapport des résistances à la compression avec immersion dans l'eau et à sec.

Le mode de cet essai consiste à confectionner 12 petits moules cylindriques d'enrobés :

- ➔ 2 destinés à mesurer la masse volumique à la pesée hydrostatique.
- ➔ 5 conservés 7 jours à l'eau.
- ➔ 5 conservés 7 jours à l'air.

Après ce temps les éprouvettes sont écrasées dans une presse hydraulique.

La résistance à la compression simple = (charge d'écrasement) / (section de l'éprouvette)

La résistance de l'éprouvette stockée en immersion est : r

La résistance de l'éprouvette stockée à l'eau est : R

Le rapport r/R étant le résultat du test qui donne la tenue à l'eau de l'enrobé et qui sera comparé à la norme en vigueur.

##### IV.4.4.2 Résultats de l'essai Duriez

Le tableau suivant donne les résultats Duriez obtenus sur des éprouvettes de BB.

**Tableau. IV.6. Résultats de l'essai Duriez.**

<b>RC à l'air (kg/cm<sup>2</sup>)</b>	(R)	86,4	88,72	88,12	88,45	> 70
<b>RC après immersion (kg/cm<sup>2</sup>)</b>	(r)	56,88	58,12	67,90	66,36	-
<b>Rapport immersion compression</b>	(r/R)	0,658	0,655	0,77	0,75	> 0.75

D'après les études précédentes effectuées, nous avons opté pour une teneur en liant de 6,51% d'autant plus que cela représente un meilleur compromis entre les caractéristiques acceptables et les considérations économiques.

La teneur en liant fixée à 6,51%, nous avons confectionné des éprouvettes Marshall avec différentes masses, afin de déterminer la masse optimale en granulats qui nous permette d'obtenir des éprouvettes ayant des caractéristiques géométriques telles que mentionnées dans le tableau IV.7.

**Tableau IV.7. Résultats de l'essai Marshall à 6,51% de liant.**

<b>Haut. moy. (mm)</b>	<b>Diam. moy. (mm)</b>	<b>Masse enrobé (g)</b>	<b>Compacité (%)</b>	<b>Vide résiduel (%)</b>	<b>Stabilité (kg)</b>	<b>Fluage (1/10mm)</b>
67,50	101,60	1200	97,18	2,82	1125	12

## IV.5. CONCLUSION

Ce chapitre, axé sur les différents essais, analyses et procédures a été réalisé au sein du laboratoire EVRNZA du département de Génie civil de l'université d'Ouargla. Les essais d'identification réalisés dans le cadre de la présente étude se sont limités aux essais classiques disponibles. Cependant, beaucoup de difficultés d'ordre technique ont été rencontrées afin d'effectuer certains essais surtout pour cette nouvelle technique nouvellement introduite en Algérie.

On notera toutefois les difficultés rencontrées lors de l'opération de modification et d'adjonction de la poudrette dans le bitume de base qui reste une opération délicate et lente et dont les résultats expérimentaux en dépendent considérablement.

Les résultats d'identification obtenus à partir des essais effectués sur les différents échantillons, sont très intéressants et riches matière de renseignements, ceux-ci seront exposés dans le chapitre qui suit avec leurs interprétations.

# **CHAPITRE V**

## **RÉSULTATS ET ANALYSES**

## **CHAPITRE V RESULTATS ET ANALYSES**

Les essais et analyses ont permis de quantifier la variation survenue au niveau des propriétés des bitumes de base et des enrobés classiques. La comparaison entre les bitumes purs (témoins) et les bitumes modifiés à la poudre de caoutchouc d'une part et entre les enrobés ordinaires (témoins) et ceux à base de bitume modifié, selon différentes teneurs, a montré l'influence de cette dernière sur les caractéristiques intrinsèques des produits dans la plage de variation de la teneur en poudres 0% (bitume pur) à 15% (valeur extrême).

Deux types de bitume de même classe mais d'origines différentes ont été testés, il s'agit du bitume Total (TOT) et du bitume Naftal (NAF).

Les poudres servant comme additifs sont de même nature et origine mais de granularités distinctes, il s'agit d'une poudre de granularité fine (F) et l'autre grossière (G).

### **V.1. INFLUENCE DE LA POUDRE DE CAOUTCHOUC SUR LES BITUMES**

La détermination des caractéristiques du bitume, à savoir la pénétrabilité à 25°C et la température de ramollissement Bille et Anneau, se fait de la même manière que pour les bitumes purs ordinaires. Cependant il y'a lieu de prendre une attention pour les bitumes à fortes teneurs en polymère pour lesquels on enregistre des fluctuations notables des résultats liées à l'instabilité du mélange.

L'essai de pénétrabilité à l'aiguille (PEN) et l'essai de ramollissement bille et anneau (TBA) sont les deux principaux essais réalisés pour caractériser le comportement des bitumes seuls et avec ajouts de déchets caoutchouteux.

Le tableau V.1 regroupe les différents résultats obtenus au moyen des deux essais relatifs aux deux bitumes (TOT et NAF) modifiés au moyen des deux variétés de poudres (F) et (G). Chaque valeur portée dans le tableau correspond à une moyenne de trois valeurs.

**Tableau V.1. Caractéristiques des bitumes-poudrette.**

Essai	Teneur en poudrette (%)	Poudrette (F)		Poudrette (G)	
		Bitume TOT	Bitume NAF	Bitume TOT	Bitume NAF
Pénétrabilité (0,1 mm)	0	44,00	46,33	44,00	46,33
	5	35,67	35,57	39,33	40,67
	10	33,67	34,67	37,33	40,00
	15	30,33	30,00	32,67	34,00
Température de ramollissement (°C)	0	44,80	43,85	44,80	43,85
	5	48,25	46,50	47,20	45,75
	10	48,70	47,00	48,45	46,00
	15	50,90	52,00	49,95	48,40

### V.1.1. Influence de la poudrette (F) sur la pénétrabilité des bitumes

D'après la figure V.1 donnant la variation de la pénétrabilité du bitume modifié selon différentes teneurs en poudrette (F), on remarque que ;

- une diminution notable de la pénétrabilité lorsque la teneur en poudrette augmente, ce qui montre que la pénétrabilité et la teneur en poudrette sont inversement proportionnelles pour les deux types de bitume testés.
- la diminution de pénétrabilité est presque la même pour les deux bitumes testés, la plus importante diminution relative est localisée dans l'intervalle de poudrette [0-5%], où celle-ci est de 29% pour le bitume NAF contre 23% pour la bitume TOT.
- une quasi-constance des pénétrabilités est enregistrée dans l'intervalle de teneurs en poudrette [5-10%] ; la variation est inférieure à 5% pour les deux types de bitume.
- entre 10 et 15% de poudrette, la pénétrabilité chute de nouveau d'environ 15%.
- la poudrette (F) présente la même influence sur les deux types de bitume mais l'influence sur le bitume Naftal semble moins importante.

De façon générale, l'incorporation d'environ 15% de la poudrette de caoutchouc (F) possède une grande influence sur la pénétrabilité, qui voit sa valeur chuter respectivement de 45% et de 54% dans le cas du bitume TOT et NAF, ce qui est très important.

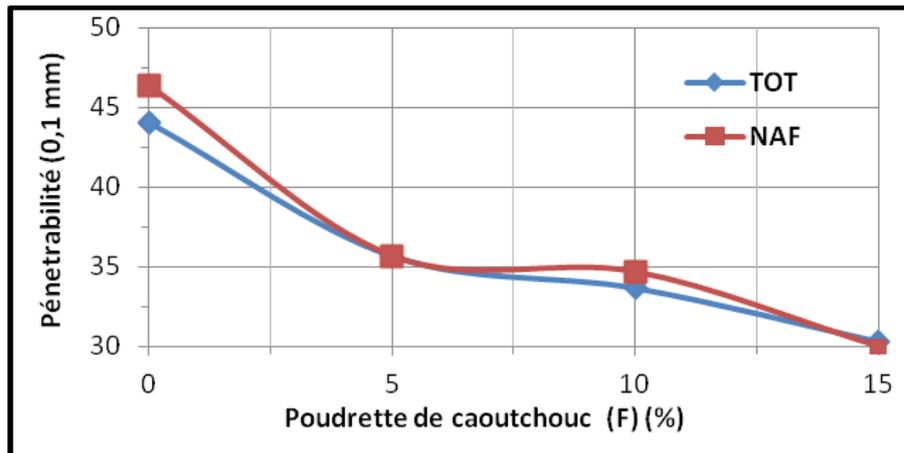


Figure V.1. Effet de la poudrette (F) sur la pénétrabilité des bitumes.

### V.1.2. Influence de la poudrette (F) sur le ramollissement des bitumes

D'après l'analyse de la figure V.2 ci-dessous, qui représente la variation de la température de ramollissement (TBA) en fonction du pourcentage ajouté de la poudrette de caoutchouc (F), on peut émettre les remarques suivantes ;

- la température de ramollissement (TBA) et la teneur en poudrette (F) sont relativement proportionnelles ; l'ajout de poudrette entraîne une augmentation en TBA pour les deux types de bitume.
- l'augmentation de la TBA entre 0 et 15% de poudrette (F) varie de 14% pour le bitume TOT contre 19% pour le bitume NAF ce qui reflète une influence relativement moyenne de la poudrette (F) sur les TBA.
- la variation de la température de ramollissement dans l'intervalle de poudrette 5-10% reste pratiquement négligeable.
- l'augmentation de la TBA entre 0 et 5% et entre 10 et 15% de poudrette (F) n'est pas importante et varie de 5 à 10%.
- de manière globale, l'incorporation de 15% de poudrette de caoutchouc augmente la température de ramollissement bille et anneau de près de 18%.

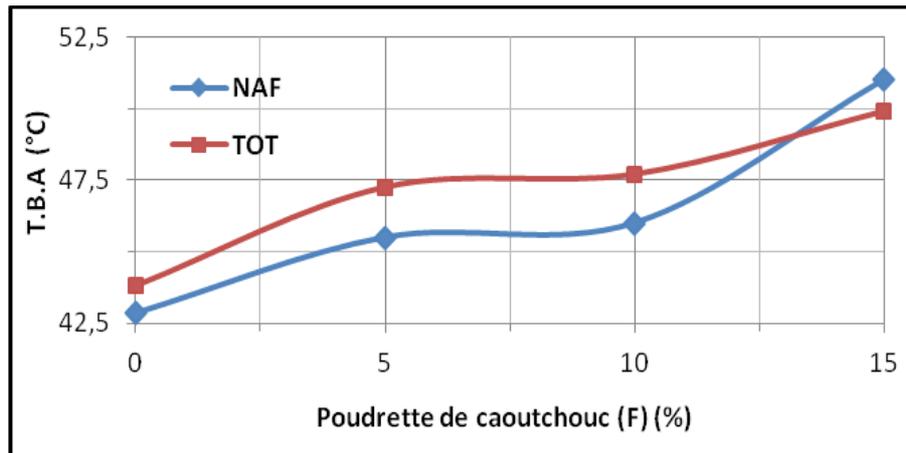


Figure V.2. Effet de la poudrette (F) sur la T.B.A des bitumes.

Comparativement avec une étude similaire réalisée dans le cadre d'un projet de fin d'études d'ingénieur, mais sur un autre type de polymère à savoir le Polyéthylène Haute Densité PEHD (thermoplastique commercial semi-cristallin), ce dernier avait révélée que même pour de faibles teneurs en poudrette, la température de ramollissement bille et anneau augmente presque linéairement en fonction de la teneur en polymère ainsi que de la durée de malaxage bitume-poudrette (Fig. V.3).

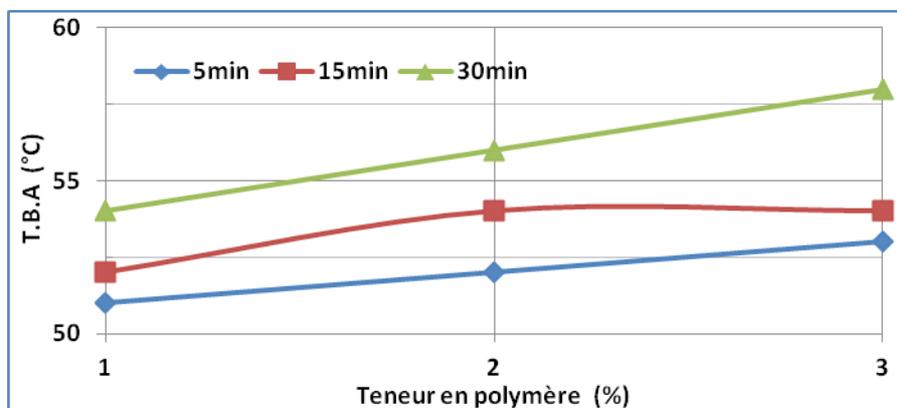


Figure V.3. Variation de la TBA en fonction de la teneur en PEHD[11].

### V.1.3. Influence de la poudrette (G) sur la pénétrabilité des bitumes

Selon la figure V.4 ci-dessous et suite à l'ajout de la poudrette (G) aux deux bitumes testés, on constate que ;

- une diminution presque linéaire de la pénétrabilité lorsque la teneur en poudrette (G) augmente, cette remarque reste vraie pour les deux types de bitume.
- la diminution de pénétrabilité dans l'intervalle 0-5% de poudrette est relativement faible, celle-ci est d'environ 10% pour les deux types de bitume.

- dans le domaine de poudrette 5-10%, la diminution de pénétrabilité est presque nulle pour le bitume NAF contre moins de 07% pour le bitume TOT.
- la diminution au niveau de la pénétrabilité la plus importante est enregistrée dans le domaine de poudrette 10-15%, où celle-ci dépasse 17%.
- en général, une nette diminution affecte la pénétrabilité lorsque la teneur en poudrette passe de 0 à 15%, celle-ci est d'environ 36%.

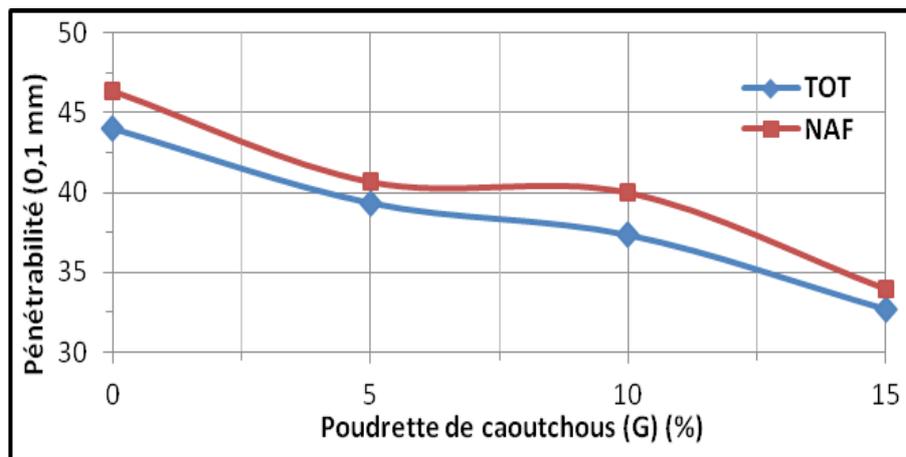


Figure V.4. Effet de la poudrette (G) sur la pénétrabilité des bitumes.

#### V.1.4. Influence de la poudrette (G) sur le ramollissement des bitumes

Selon la figure V.5 qui représente l'évolution de la température de ramollissement Bille et Anneau des deux bitumes en fonction de la teneur en poudrette (G), on remarque que ;

- une courbe sensiblement en cloche relie les températures aux teneurs en poudrette dans l'intervalle de poudrette 0-15%.
- la température de ramollissement BA augmente quasi-linéairement lorsque le pourcentage en poudrette passe de 0 à 5% d'une valeur de l'ordre de 11%.
- une diminution progressive, dans le domaine 5-15% de poudrette, et de manière moins accentuée pour les deux bitumes testés.
- la valeur maximale en terme de ramollissement a été enregistrée entre 5 et 6% de poudrette (G).

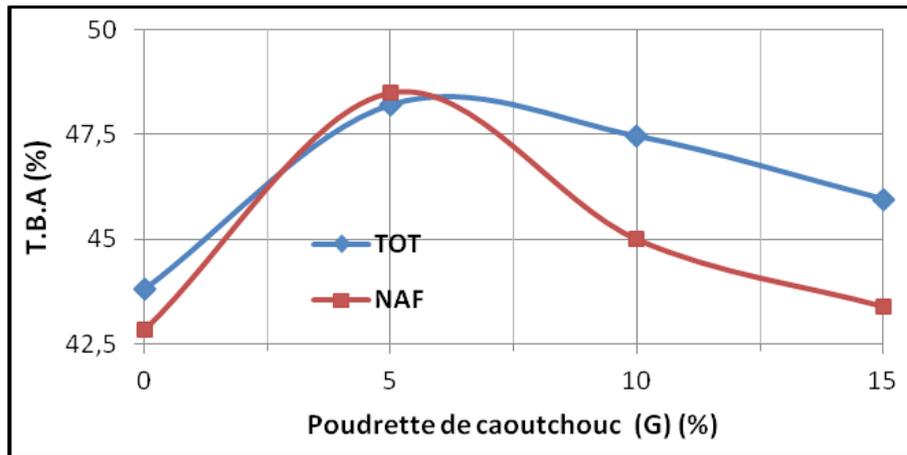


Figure V.5. Effet de la poudre (G) sur la T.B.A des bitumes.

Une étude similaire réalisée dans le cadre d'un projet de fin d'études d'ingénieur, avait révélée que même pour de faibles teneurs en poudre, la température de ramollissement bille et anneau a tendance à augmenter avec la teneur en poudre comme montré en figure V.6.

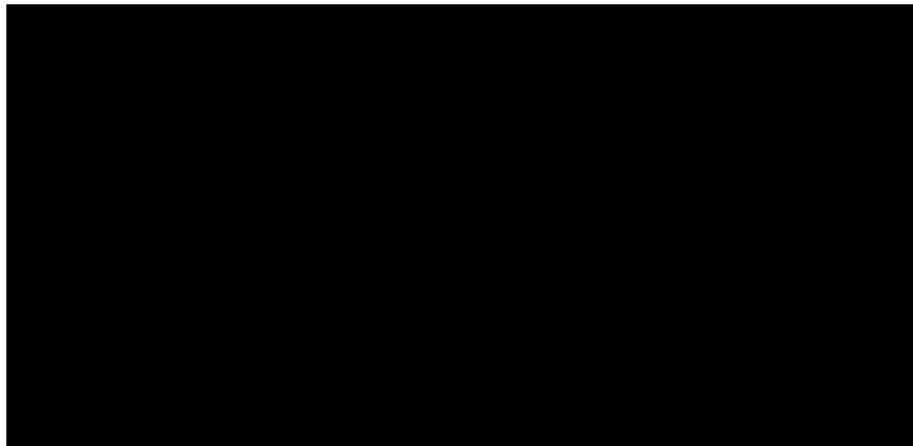


Figure V.6. Influence de la teneur en déchets sur la T.B.A du bitume [2]

## V.1.5. Comparaison entre les deux poudrettes (F) et (G)

### V.1.5.1. De point de vue pénétrabilité

Les figures V.7 et V.8 reflètent l'influence de la poudrette (F) et (G) sur la pénétrabilité des bitumes respectivement pour le bitume Total et le bitume Naftal.

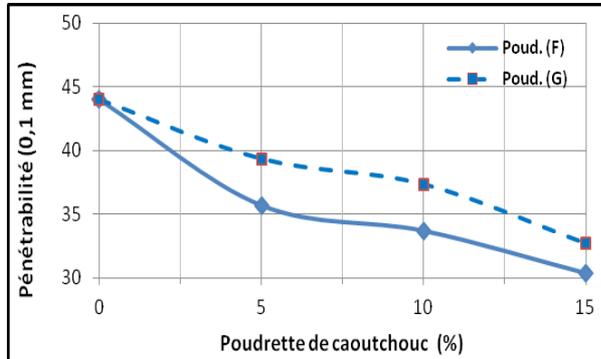


Figure V.7. Effet des poudrettes (F) et (G) sur la pénétrabilité du bitume TOT.

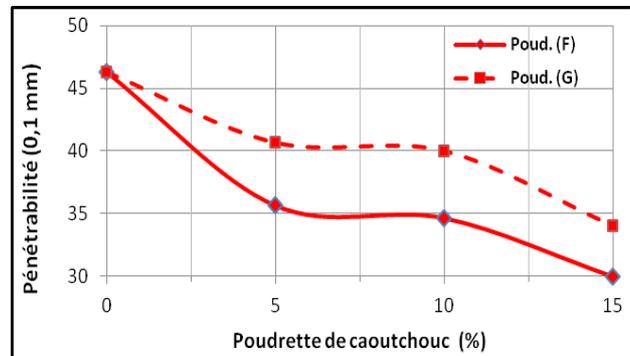


Figure V.8. Effet des poudrettes (F) et (G) sur la pénétrabilité du bitume NAF.

La comparaison entre les graphes des deux figures ci-dessus montre que ;

- la poudrette (F) possède une influence plus importante sur la pénétrabilité que la poudrette (G), ceci est logique dans la mesure où la poudrette (F) est plus fine ce qui facilite sa digestion par le bitume.
- à titre d'exemple, à 5% de poudrette, la diminution en terme de pénétrabilité est d'environ 12% pour la poudrette (G) alors que dans le cas de la poudrette (F) cette diminution dépasse 24%, soit le double.
- à 15% de poudrette, la différence de pénétrabilité entre les deux poudrettes (G) et (F) est supérieure à 15%.
- entre 10 et 15% de poudrette, l'influence des deux poudrettes est très faible voire négligeable.

### V.1.5.2. De point de vue ramollissement

Les figures V.9 et V.10 reflètent l'influence de la poudrette (F) et (G) sur la température bille et anneau respectivement pour le bitume Total et le bitume Naftal.

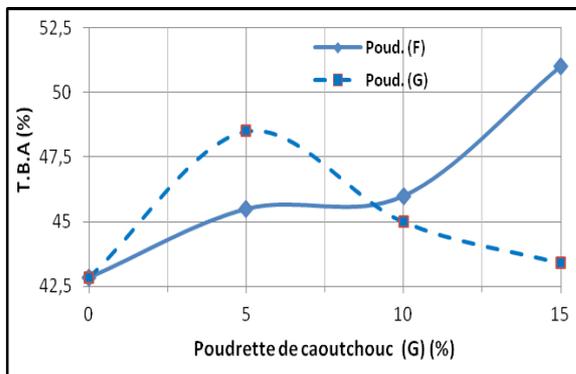


Figure V.9. Effet des poudrettes (F) et (G) sur le ramollissement du bitume TOT.

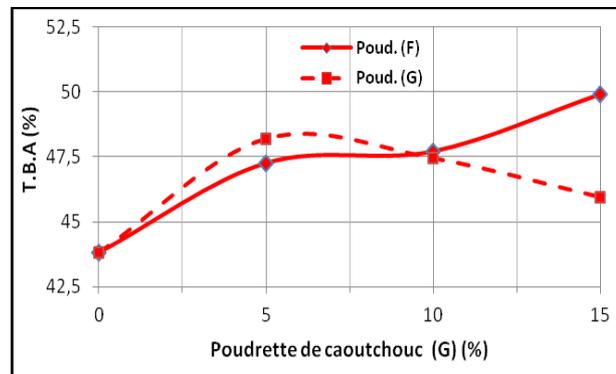


Figure V.10. Effet des poudrettes (F) et (G) sur le ramollissement du bitume NAF.

La comparaison entre les deux figures ci-dessus montre que ;

- la presque superposition des deux courbes relatives aux deux poudrettes (F) et (G), notamment dans l'intervalle de poudrette 0-10%, montre que les deux types de poudrette ont le même effet sur la TBA, à des degrés différents.
- la poudrette (G), dans le même intervalle, est sensiblement plus influente que la poudrette (F). Ceci reste vrai pour les deux types de bitumes.
- A la teneur 10% de poudrette, l'influence de la poudrette (F) et (G) est semblable.
- à partir de 10% de poudrette, les courbes de température divergent, la TBA relative à la poudrette (F) augmente celle de (G) diminue. La divergence des valeurs est plus importante dans le cas du bitume total.
- les courbes relatives à la poudrette (F) augmentent pour les deux bitumes ce qui veut dire qu'une température plus importante est requise pour ramollir le bitume-poudrette, ce qui est logique. Tandis-que celles relatives à la poudrette (G) diminuent, ce qui n'est pas normal. Ces résultats peuvent être ramenés à la composition générique des deux bitumes notamment la teneur en asphaltènes qui est le paramètre chimique le plus important pour les bitumes modifiés. <sup>[6]</sup>
- La poudrette (G) présente une augmentation suivie d'une diminution de la TBA, le cap est repéré entre la teneur 5 et 6%.

### V.1.6. Synthèse sur les bitumes-caoutchouc

À la lumière des résultats obtenus suite aux essais réalisés dans le cadre de l'étude de l'influence de deux variétés de poudrettes caoutchoutées de granularités différentes sur les caractéristiques physiques des bitumes, il est possible de tirer les conclusions préliminaires suivantes ;

1. l'augmentation de la teneur en poudrette de caoutchouc entraîne une diminution de la pénétrabilité de manière sensible quel que soit le type de bitume, cette variation dépend de la nature du bitume et de la finesse de la poudrette.
2. la poudrette ayant la granularité la plus fine possède l'influence la plus importante sur la pénétrabilité ainsi que le ramollissement, ceci est dû, entre autres, à la facilité de digestion de la poudrette par les bitumes de base.
3. la diminution de pénétrabilité n'est pas constante, elle varie selon la teneur en poudrette, elle est importante dans les intervalles de poudrette 0-5% et 10-15%. Entre 5 et 10% l'influence de la poudrette est faible.
4. la température de ramollissement des bitumes est proportionnelle à la teneur en poudrette de caoutchouc ; l'augmentation en poudrette entraîne, en général, une augmentation en ramollissement, ceci reste vraie dans l'intervalle de variation de la teneur en poudrette étudié.
5. l'effet des poudrettes sur le ramollissement est similaire dans l'intervalle 0-5% de poudrette. Au-delà de cette teneur, la TBA relative à la poudrette grenue diminue, ces résultats peuvent être ramenés à la température, la composition chimique des bitumes et le temps d'interaction poudrette-bitume.
6. la poudrette grenue présente une augmentation suivie d'une diminution de la TBA, la teneur en poudrette située entre 5 et 6% semble être la valeur optimale pour la TBA.

## V.2. INFLUENCE DE LA POUDRETTE SUR LES PERFORMANCES DES BETONS BITUMINEUX

Le comportement mécanique des bétons bitumineux, ordinaires et modifiés à la poudrette, a été étudié au moyen de l'essai de stabilité Marshall surtout. D'autres essais en relation avec le module des enrobés au moyen du NAT (Nottingham Asphalt Tester) n'ont pas été menés à terme pour des considérations purement techniques.

Le tableau V.2 regroupe les différents résultats obtenus et relatifs aux stabilités, compacités et fluage selon le pourcentage des deux types de poudrettes caoutchoutées (F) et (G) dans l'intervalle des teneurs [0-15%].

**Tableau V.2. Caractéristiques physico-mécaniques de l'asphalte caoutchouc.**

Essai	Teneur en poudrette (%)	Poudrette (F)		Poudrette (G)	
		Bitume TOT	Bitume NAF	Bitume TOT	Bitume NAF
Stabilité (kg)	0	1125,49	1100,30	1125,49	1100,30
	5	1303,88	1287,38	1257,25	1298,36
	10	1580,88	1593,48	1469,58	1520,39
	15	1669,75	1708,06	1621,59	1657,59
Compacité (%)	0	97,18	97,22	97,18	97,22
	5	95,79	93,80	96,32	95,31
	10	95,63	93,60	95,78	94,22
	15	92,57	92,02	93,89	92,41
Fluage (1/10mm)	0	22,41	21,00	22,41	21,00
	5	20,32	19,56	22,22	19,90
	10	21,17	21,03	22,05	20,80
	15	22,61	21,00	22,41	20,77

NB : Chaque valeur portée dans le tableau correspond à une moyenne de trois valeurs.

### V.2.1. Influence de la poudrette (F) sur les stabilités Marshall

Selon la figure V.11 ci-dessous, il apparait clairement que les bétons bitumineux (BB) à base de bitumes modifiés à la poudrette présentent de meilleures stabilités comparativement au BB de référence (0%) ou béton à base du bitume ordinaire et ceux quel que soit le type de bitume testé.

De manière générale les stabilités augmentent quasi-linéairement entre 0 et 15% de poudrette de la valeur moyenne 1100 Kg jusqu'à presque 1700 Kg soit presque 55%. Les deux types de bitume ont la même influence sur le comportement des enrobés vis-à-vis de la stabilité Marshall.

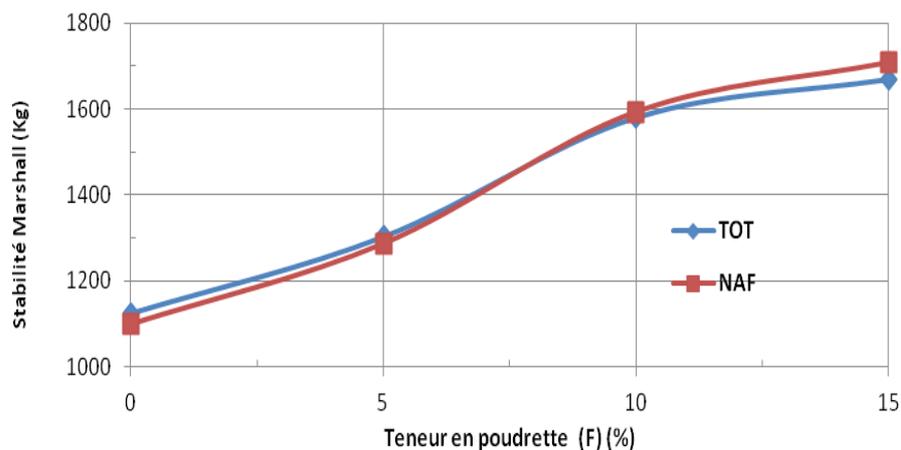


Figure V.11. Effet de la poudrette (F) sur les stabilités Marshall.

### V.2.2. Influence de la poudrette (F) sur les compacités

D'après la figure V.12, l'ajout de poudrette (F) entraîne une diminution au niveau des compacités, cependant, l'influence de celle-ci est relativement faible et demeure inférieure à 5%.

- l'allure des deux courbes correspondant aux deux bétons montre que l'influence de la poudrette (F) sur les compacités est presque similaire. Le béton à base du bitume TOT semble moins influencé par la poudrette que le celui du bitume NAF.
- à titre d'exemple, le béton TOT perd environ 1% en compacité contre 3% pour le béton NAF à 5% de poudrette.
- entre 5 et 10% de poudrette, les compactés des deux bétons bitumineux demeurent stables.
- à partir de 10% de poudrette, les compacités chutent de manière linéaire et perdent environ 2% (NAF) à 15% (TOT).
- de manière globale l'influence de la poudrette (F) sur la compacité est faible, elle est inférieure 5% entre 0 et 15% de poudrette.

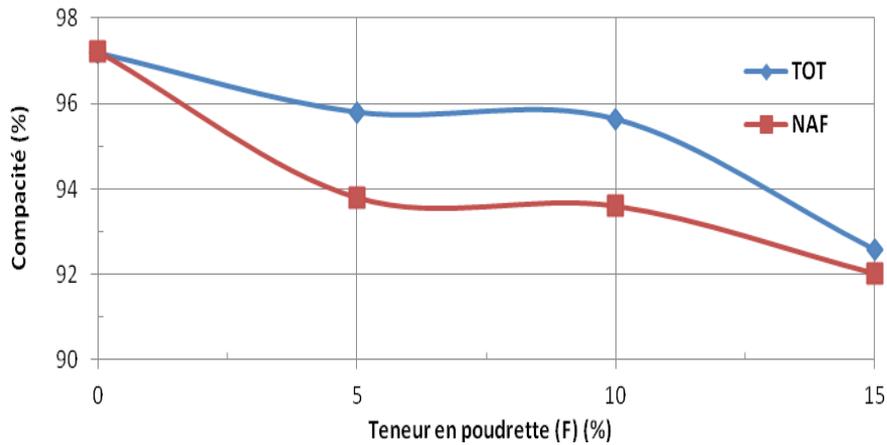


Figure V.12. Effet de la poudrette (F) sur les compacités Marshall.

### V.2.3. Influence de la poudrette (F) sur les déformations

L'incorporation progressive de la poudrette entraîne une légère variation au niveau des déformations de manière similaire, notamment dans l'intervalle de poudrette [0-5%] où celles-ci diminuent légèrement et gagnent environ 2mm en terme de fluage (Fig. V.13).

- pour des teneurs en poudrette comprises entre 5 et 15%, l'allure, des courbes de déformation des enrobés relatifs aux deux types de bitume, augmente légèrement.
- à partir de 10% de poudrette (F), le fluage reste sensiblement stable pour l'enrobé à base de bitume Naftal, alors qu'il continue d'augmenter pour celui réalisé au moyen du bitume Total.
- les valeurs minimales de fluage sont enregistrées entre les valeurs 5 et 6% de poudrette (F).
- de manière globale, l'adjonction de poudrette (F) n'a pas un grand effet sur le fluage des enrobés.

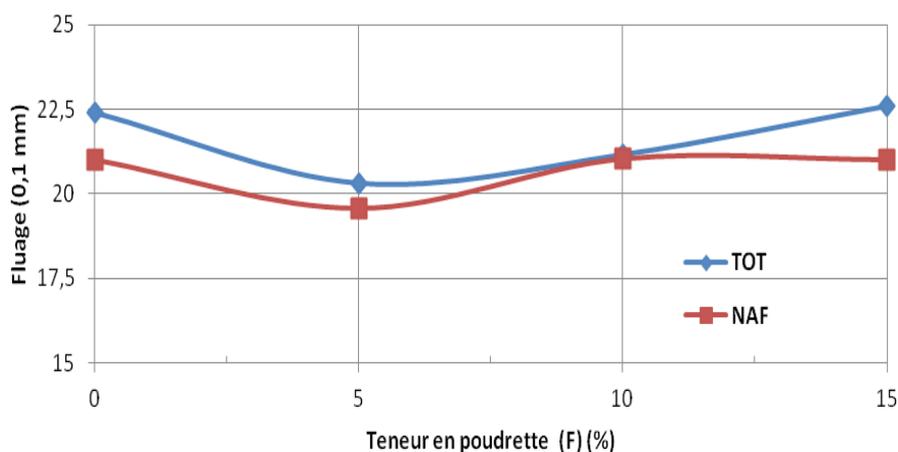


Figure V.13. Influence de la poudrette (F) sur les déformations.

### V.2.4. Influence de la poudrette (G) sur les stabilités Marshall

Les stabilités Marshall évoluent de manière sensiblement linéaire en fonction de la teneur en poudrette (G) pour les deux types de bétons à base des deux types de bitume TOT et NAF (Fig. V.14).

Les valeurs de résistance à l'écrasement augmentent de la valeur 1100 Kg à 0% de poudrette à plus de 1600 Kg vers 15% de poudrette soit une augmentation de plus de 45%. Pas de différence notable entre les deux bétons.

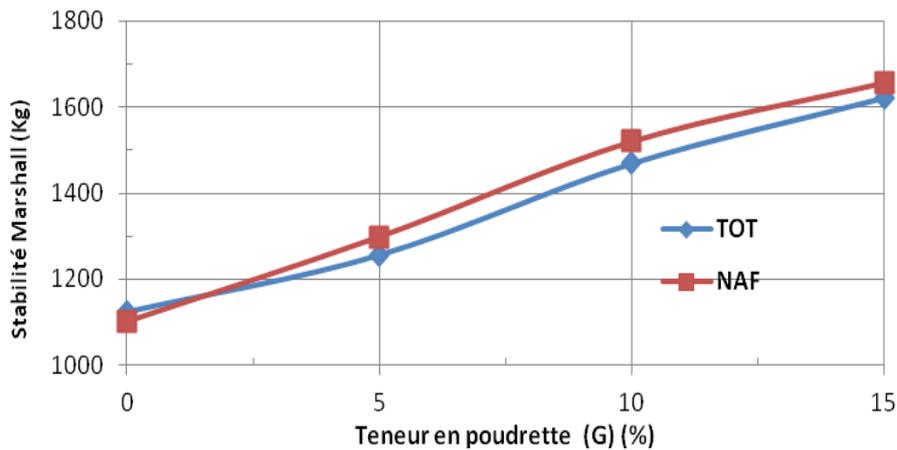


Figure V.14. Influence de la poudrette (G) sur les stabilités.

### V.2.5. Influence de la poudrette (G) sur les compacités

Les compacités enregistrées décroissent de manière presque linéaire lorsque la teneur en poudrette (G) augmente, de manière sensiblement la même pour les deux types d'enrobés bitumineux (Fig. V.15).

- la poudrette (G) possède une influence, en terme de compacité, plus importante sur le béton à base de bitume NAF que sur le béton relatif au bitume TOT.
- de manière globale l'influence de la poudrette (G) sur la compacité est faible, elle est de l'ordre de 5% à 15% de poudrette.

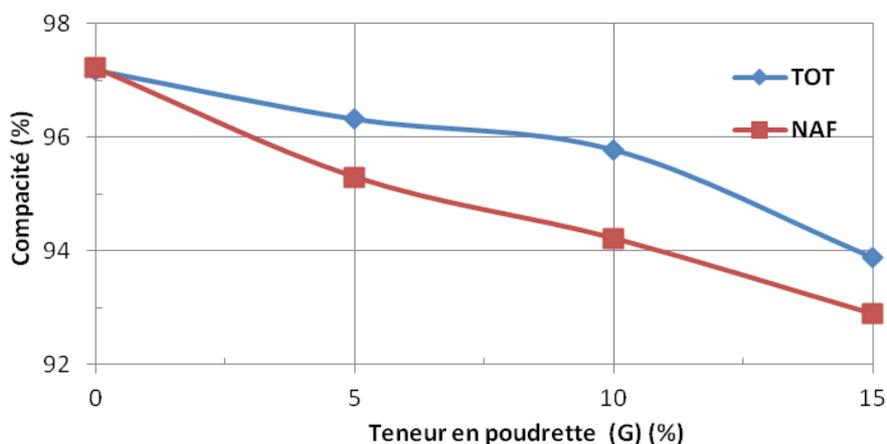


Figure V.15. Influence de la poudrette (G) sur les compacités.

### V.2.6. Influence de la poudrette (G) sur les déformations

L'incorporation progressive de la poudrette (G) n'a pas d'effet sensible au niveau des déformations. Le bitume NAF semble plus influencé que le bitume TOT (Fig. V.16).

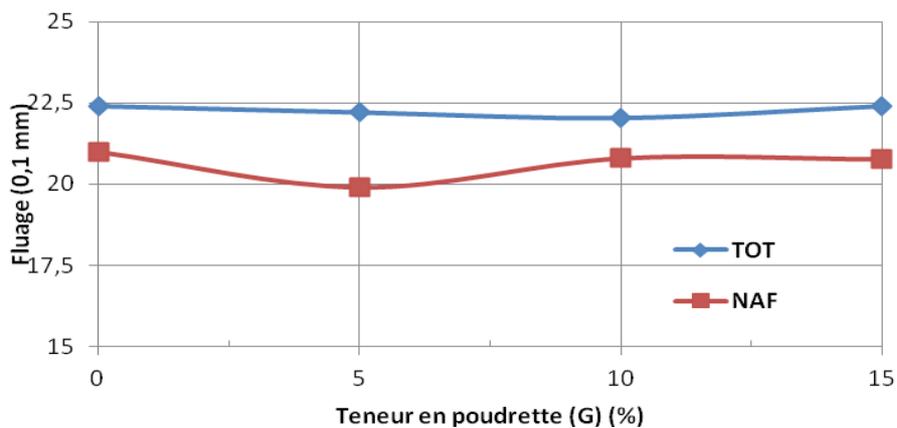


Figure V.16. Influence de la poudrette (G) sur les déformations.

Une quasi-constance dans les déformations est observée pour les deux types de bitume.

### V.2.7. Comparaison entre les deux poudrettes (F) et (G)

#### V.2.7.1. De point de vue stabilités

Les figures V.17 et V.18 reflètent la comparaison entre les deux poudrettes (F) et (G) en terme de stabilités respectivement pour le bitume TOT et le bitume NAF.

D'après ces figures, il apparait clairement que les BB à base de bitumes modifiés à la poudrette ((F) ou (G) présentent de meilleures stabilités comparativement à l'enrobé de référence (0%) ou l'enrobé composé de bitume ordinaire.

L'effet des deux poudrettes est semblable, avec une légère avance de la poudrette (F), les stabilités augmentent progressivement entre 0 et 15% de la valeur 1125 Kg jusqu'à environ 1700 Kg soit plus de 50%.

En résumé, l'ajout de poudrette quelle que soit sa granularité, fait augmenter considérablement les stabilités.

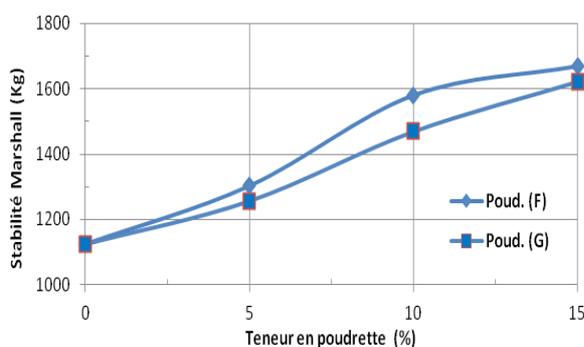


Figure V.17. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les stabilités Marshall du bitume TOT.

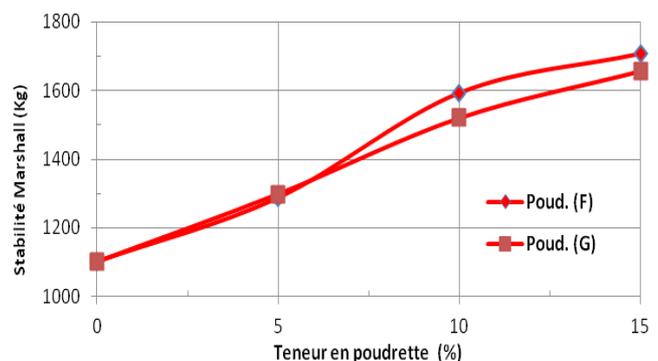


Figure V.18. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les stabilités Marshall du bitume NAF.

**V.2.7.2. De point de vue compacités**

Les figures V.19 et V.20 reflètent la comparaison entre les deux poudrettes (F) et (G) en terme de compacités respectivement pour le bitume TOT et le bitume NAF.

Les compacités enregistrées, moyennant les deux poudrettes, sont toutes inférieures à la compacité de l'enrobé de référence (0%) avec une tendance pseudo-linéaire. Ainsi les compacités des BB perdent environ 05% de leurs valeurs en passant de l'enrobé de référence à celui renfermant 15% de poudrette.

La poudrette fine (F) possède une influence moins importante comparativement à la poudrette grossière (G).

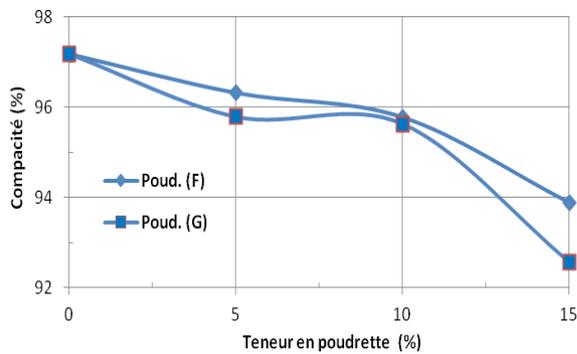


Figure V.19. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les compacités du bitume TOT.

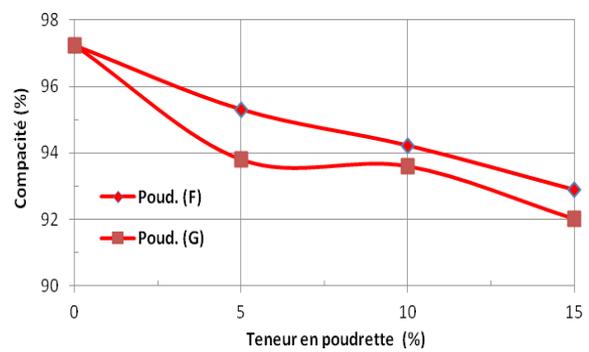


Figure V.20. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les compacités du bitume NAF.

En résumé, l'ajout de poudrette quelle que soit sa granularité, contribue à la diminution des compacités. Ceci est en accord avec d'autres études relatives aux enrobés bitumineux qui montrent que la compacité diminue avec la teneur en polymère (Fig. V.21).

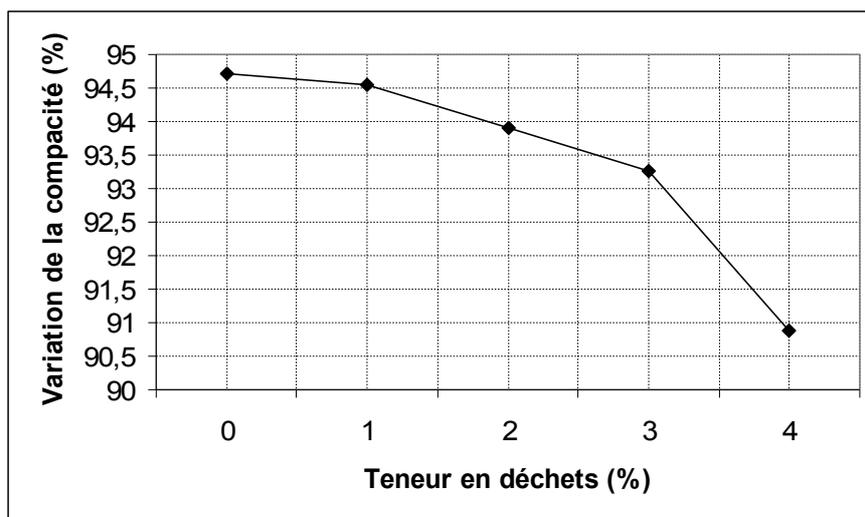


Figure V.21. Influence de la teneur en déchets sur la compacité[38].

### V.2.7.3. De point de vue déformations

Les figures V.22 et V.23 reflètent la comparaison entre les deux poudrettes (F) et (G) en terme de déformations respectivement pour le bitume TOT et le bitume NAF. L'incorporation progressive de poudrette n'a pas d'effet sensible sur les déformations. Une faible variation au niveau du fluage est enregistrée. Néanmoins, de bonnes caractéristiques vis-à-vis du fluage sont enregistrées pour des teneurs en poudrette inférieures à 5%.

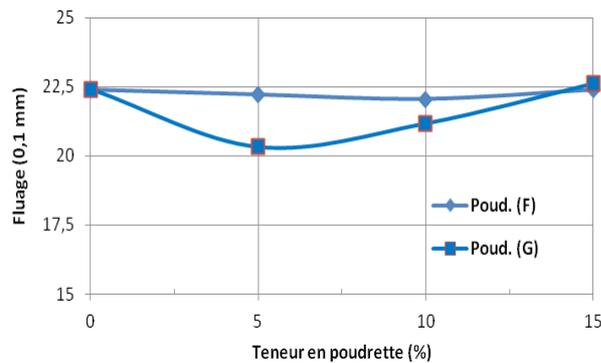


Figure V.22. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les déformations du bitume TOT.

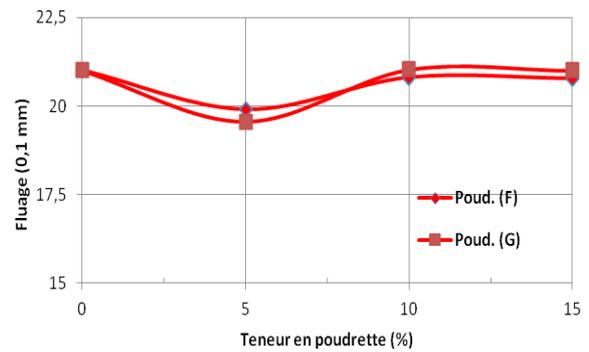


Figure V.23. Effet des poudrettes (F) et (G) sur les déformations du bitume NAF.

Cette constatation est faite même pour des études antérieures montrant que l'ajout de poudrette en faibles teneurs (de l'ordre de 1 à 2%) agit positivement sur le fluage comme montré en figure V.24.

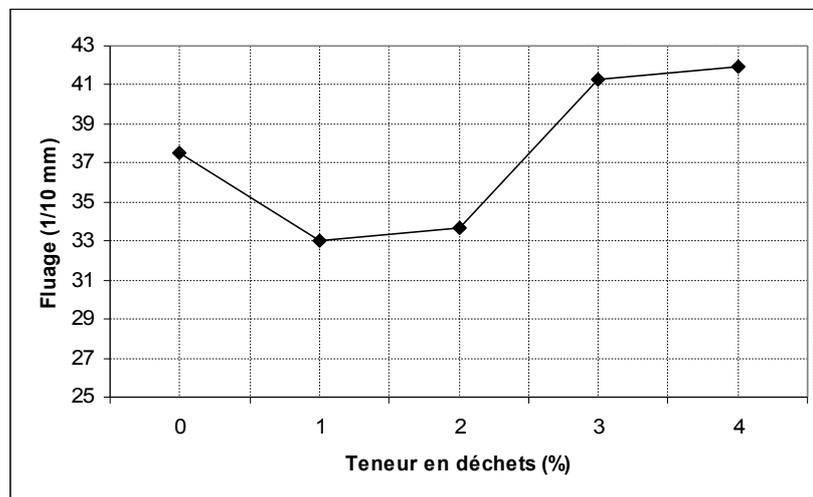


Figure V.24. Influence de teneur en déchets sur le fluage[9].

### V.2.8. Synthèse sur les asphaltes-caoutchouc

Sur le plan comportement de l'enrobé, l'apport des poudrettes de caoutchoucs dans la modification du bitume a une grande influence sur les caractéristiques de l'enrobé bitumineux qui se résument en :

- Un gain important en terme de stabilité supérieur à 45%.
- Une faible diminution voire une presque constance en fluage.
- Une diminution de la compacité de moins de 5%.

Les résultats obtenus dans ce cadre montrent l'intérêt que peut revêtir l'incorporation de caoutchouc dans les mélanges hydrocarbonés puisqu'elle permet d'augmenter la résistance mécanique sans affecter de manière importante les autres caractéristiques à savoir le fluage et la compacité.

A cet effet, il y'a lieu de compléter et d'approfondir les recherches dans le sens d'optimiser l'influence des poudrettes sur les déformations.

## **CONCLUSION ET PERSPECTIVES**

## CONCLUSION ET PERSPECTIVES

### 1. CONCLUSION

Le liant, entrant dans la composition des enrobés bitumineux, présente des limites face aux conditions et exigences environnementales devenues de plus en plus rudes. En effet, sous l'effet de la croissance sans cesse du trafic aussi bien en nombre qu'en charges utiles, conjugué aux conditions climatiques agressives il est devenu primordial de rechercher des liants, donc d'enrobés, plus performants.

Cette étude a mis en évidence le net avantage de l'utilisation de déchets caoutchouteux sous forme de poudrettes dans les enrobés bitumineux destinés aux couches de roulement pour les chaussées routiers.

Les essais et analyses ont permis de quantifier la variation survenue au niveau des propriétés des bitumes de base et des enrobés classiques. La comparaison entre les bitumes purs (témoins) et les bitumes modifiés à la poudrette d'une part et entre les enrobés ordinaires (témoins) et ceux à base de bitume modifié, selon différents teneurs, a montré l'influence de cette dernière sur les caractéristiques intrinsèques des produits dans la plage de variation des teneurs en poudrettes qui s'étale entre 0% (bitume pur) à 15% (valeur extrême).

### INFLUENCE DE LA POUDRETTE SUR LES BITUMES

À la lumière des résultats obtenus suite aux essais réalisés dans le cadre de l'étude de l'influence de deux variétés de poudrettes caoutchoutées de granularités différentes sur les caractéristiques physiques des bitumes, il est possible de tirer les conclusions suivantes.

1. les essais d'identification menés sur les bitumes incorporés de poudrettes caoutchouc ont montrés l'amélioration sensible du comportement rhéologique notamment à travers l'augmentation de la température de ramollissement Bille et Anneau et la diminution du point de pénétrabilité à l'aiguille.
2. l'augmentation de la teneur en poudrette de caoutchouc entraîne une diminution de la pénétrabilité de manière sensible, l'influence dépend de la nature générique du bitume et de la finesse de la poudrette.
3. la poudrette ayant la granularité la plus fine possède l'influence la plus importante sur la pénétrabilité ainsi que le ramollissement, ceci est dû, entre autres, à la facilité de digestion de la poudrette par les bitumes de base.
4. la diminution en pénétrabilité n'est pas constante, elle est importante dans les intervalles de poudrette 0-5% et 10-15%. Entre 5 et 10% l'influence de la poudrette est presque négligeable.
5. la température de ramollissement des bitumes est proportionnelle à la teneur en poudrette de caoutchouc ; l'augmentation en poudrette entraîne, en général, une augmentation en ramollissement.

6. l'effet des poudrettes sur le ramollissement est similaire dans l'intervalle 0-5% de poudrette. Au-delà, la TBA relative à la poudrette grenue diminue, ces résultats peuvent être ramenés à la température, la composition chimique des bitumes et le temps d'interaction poudrette-bitume.
7. La poudrette grenue présente une augmentation suivie d'une diminution de la TBA, la teneur en poudrette entre 5 et 6% semble être la valeur optimale pour la température de ramollissement Bille & Anneau.

### **INFLUENCE DE LA POUDRETTE SUR LES PERFORMANCES DES ENROBÉS**

L'évolution du comportement mécanique des bétons bitumineux, ordinaires et modifiés à la poudrette, a été étudié au moyen de l'essai de stabilité Marshall surtout et l'essai de compression Duriez. L'apport des poudrettes de caoutchouc au sein des bitumes de base possède une grande influence sur les caractéristiques des enrobés bitumineux qui se résumant en ce qui suit ;

1. les bétons bitumineux à base de bitumes modifiés présentent de meilleures stabilités comparativement à l'enrobé de référence (0%) à base de bitume ordinaire et ce quel que soit le type; les résistances gagnent plus de 45% entre 0 et 15% de poudrette, ce qui est important.
2. de manière générale les stabilités augmentent quasi-linéairement entre 0 et 15% de poudrette de plus de 51%. Les deux types de bitume ont le même comportement vis-à-vis de l'incorporation de poudrette.
3. l'ajout de la poudrette entraîne une diminution au niveau des compacités, cependant, l'influence de celle-ci demeure faible et inférieure à 5%.
4. l'incorporation progressive de la poudrette entraîne une légère diminution au niveau des déformations estimée à moins de 3%. Les valeurs minimales de fluage sont enregistrées vers 5% de poudrette.
5. La nature granulométrique de la poudrette n'est pas trop influente sur les stabilités, celles-ci augmentent d'environ 50% entre 0 et 12%, cette dernière valeur constitue l'optimum en stabilité.
6. L'incorporation progressive de poudrette n'a pas d'effet sensible sur les déformations. Une faible variation, de moins de 5% au niveau du fluage, est enregistrée.
7. Les compacités enregistrées, moyennant les deux poudrettes, sont légèrement inférieures à la compacité de l'enrobé de référence (0%) avec une tendance pseudo-linéaire. Ainsi les compacités des BB perdent environ 05% de leurs valeurs en passant de l'enrobé de référence à celui renfermant 15% de poudrette.

## 2. PERSPECTIVES

A l'issue de cette étude, les résultats obtenus dans ce cadre montrent l'intérêt que peut revêtir l'incorporation de caoutchouc dans le mélange hydrocarboné en vertu des avantages et améliorations apportés et son influence sur l'augmentation des performances mécaniques des enrobés notamment par l'augmentation des résistances de compression et la diminution des déformations.

Les hypothèses élaborées à partir des observations expérimentales permettent enfin l'élaboration de planches d'essais en vraies grandeurs intégrés dans les projets en cours et suffisamment importantes pour tirer le maximum d'informations dans le but de prévoir la création d'autres projets pilotes avant de généraliser cette technique de manière systématique aux tronçons fortement sollicités.

Toutefois, l'une des contraintes auxquelles devra faire face l'Algérie reste l'absence d'unités de fabrication de bitumes modifiés. Il est donc nécessaire voir indispensable de développer des techniques de modification basées sur l'emploi d'additifs pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques des produits bitumineux.

Dans l'absence, des enrobés bitumineux confectionnés par voie sèche peuvent être recommandés dans les projets de moindre importance dans le but d'introduire et de vulgariser l'utilisation de cette technique.

Cette présente étude ouvrira d'autres voies pour l'étude et l'amélioration avant la généralisation de ces composites en couches de roulement, qui d'après nos prédictions, devraient se révéler économiquement très compétitif dans un proche avenir.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 01 ABABSA Moussira : « valorisation des mélanges bitume-polymère par le procédé de la pyrolyse », soutenance de magister, soutenue le 29/01/2006, chimie des matériaux p 3-11(CU Larbi Ben M'hidi Oum Elbaouaghi)
- 02 AMBA Jean Chills. Contribution à l'étude des performances des enrobés bitumineux modifiés à base de poudrettes. Mémoire d'Ingénieur, USTHB, Alger, 2003.
- 03 AOUDIA Karima, Recyclage et revalorisation des élastomères usagés, mémoire de magister, université de Constantine, 2014, 83pp
- 04 APPARAO Gandi, M., et al., Study of the Use of Confining Pressure When Measuring the Complex Modulus of Full-Depth Reclamation Materials.
- 05 ASSOCIATION MONDIALE DE LA ROUTE. Emploi des liants bitumineux modifiés, des bitumes spéciaux et des bitumes avec additifs en techniques routières. Guide technique - 1999. (AIPCR), comité technique des routes souples (c8) N° 303 1999.
- 06 BAAJ Hassan. Comportement à la fatigue des matériaux granulaires traités aux matériaux hydrocarbonés. Thèse de Doctorat: INSA Lyon 2002, 199 p.
- 07 BADRA Addaci, Comportement mécanique des enrobés bitumineux renforcés par la fibre de verre. Mémoire de magister. Université de Batna 2008, 67p
- 08 BEGHIN Alain. Apport de mesures rhéologiques et de pelage à l'analyse de la rupture de liants bitumineux. Thèse de Doctorat, Université Paris 6, France 2003, 190 p.
- 09 BENSEBAA Kamel. Etude rhéologique des liants modifiés, impact du vieillissement intégrant la démarche, haute qualité environnementale. Thèse de Magister USTHB 2003.
- 10 BERTHIER Jean. Projet et construction de routes. Lien : <http://197.14.51.10:81/pmb/GENIE%20CIVIL/TECHNIQUES%20PARTICULIERES/c5500.pdf> consulté le 01/05/2017.
- 11 BOUGHAMSA Wassila. Les Bitumes Modifiés Par Des Polymères. Mémoire de magister, Université de Skikda, 2008.
- 12 BRULE Bernard. Liants modifiés par des polymères pour les enduits et enrobés spéciaux, Rapport des Laboratoires des Ponts et Chaussées, No. PC-5, 1986.
- 13 CARTER A. , Perraton D. La mesure du module complexe des enrobés bitumineux, 2nd Material Specialty Conference of the Canadian Society for Civil Engineering, Montréal, Québec, Canada 5-8 juin 2002.
- 14 CHERIET Fayssal, SOUDANI Khedoudja, and HADDADI Smail. "Influence of Natural Rubber on Creep Behavior of Bituminous Concrete." *Procedia-Social and Behavioral Sciences* 195 (2015): 2769-2776.
- 15 CHETTAH A., Comportement vibroacoustique des structures élaborées à partir de poudrettes de pneus recyclés, thèse Ecole centrale de Lyon et l'université de Reims, 2008
- 16 CHIMIE-SUP.FR, Généralités sur les polymères, Propriétés, synthèses, polymérisations, utilisations. Site : <http://chimie.sup.pagesperso-orange.fr/polymeres/GENERALITESPOLYMERES.html>, site consulté le 30/12/2016.
- 17 DOMEQ, M. Vincent. Endommagement par fatigue des enrobés bitumineux en condition de trafic simulé et de température. Diss. UNIVERSITE BORDEAUX I, 2005.
- 18 DONGMO Berthe-Julienne -ENGELAND "Caractérisation des déformations d'orniérage des chaussées bitumineuses" Thèse de Doctorat INSA Lyon 2005.
- 19 DONY Anne, and DURRIEU F., "Caractérisation des bitumes-polymères: Effet du mode de préparation des éprouvettes sur les résultats d'essai." *BULLETIN DE LIAISON DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES* 175 (1991).

- 20 D210NY Anne, Liants bitumes-polymères de la fabrication a la mise en œuvre en enrobés: influence de la nature du bitume sur leurs propriétés mécaniques, leur micromorphologie et leur stabilité thermique. LCPC, No. CR15. 1991. ISSN 1160-9761
- 21 DOUCET Félix, and BRUNO Auger. Détermination du module complexe des enrobés au Ministère des transports du Québec. Service des matériaux d'infrastructures, Direction des laboratoires des chaussées, Ministère des transports du Québec, 2010.
- 22 EL BEZE Laëtitia. Recyclage à chaud des agrégats d'enrobés bitumineux : Identification de traceurs d'homogénéité du mélange entre bitume vieilli et bitume neuf d'apport.
- 23 FAURE M., Les utilisations routières de la poudrette de caoutchouc, LRPC Clermont Ferrand, Journée technique ADEME Recyclage du caoutchouc et des matières plastiques – Juin 1985.
- 24 GLAOUI Bachir, et al. "Effect of thermal cycles on creep behavior of bituminous binder in hot regions." *International Journal of Civil and Structural Engineering* 5.1 (2014): 73.
- 25 GONZÁLEZ Manuel F. Stability Improvement of Thermal Treated Oil Residua by Adsorption of Heavy Molecules over Solid Surfaces. ProQuest, 2006.
- 26 GUESSABI N, Etude de l'influence du déchet plastique sur le comportement à la traction indirecte des enrobés bitumineux modifiés, thèse de Magister, FGC/USTHB, 2011.
- 27 HAUDIN J.-M., Matériaux pour l'ingénieur, Chapitre VIII : Microstructure des polymères, [http://mms2.ensmp.fr/mat\\_paris/microstructure/polycop/Ch\\_8\\_Micro\\_Polymeres.pdf](http://mms2.ensmp.fr/mat_paris/microstructure/polycop/Ch_8_Micro_Polymeres.pdf), site consulté le 28/11/2016
- 28 <http://197.14.51.10:81/pmb/GENIE%20CIVIL/TECHNIQUES%20PARTICULIERES/c5500.pdf>
- 29 <https://fr.wikipedia.org/wiki/Bitume> Site consulté le 29/11/2016
- 30 KEBAILI N., Zerzour A., Belabdelouhab F., Influence of Rubber Fine Powder on the Characteristics of the Bitumens in Algeria, International Conference on Technologies and Materials for Renewable Energy, Environment and Sustainability, TMREES15, 2015.
- 31 LAROCHE Chantal de, Module de rigidité et comportement en fatigue des enrobés bitumineux: expérimentations et nouvelles perspectives d'analyse. Diss. Châtenay-Malabry, École centrale Paris, 1996.
- 32 LAVOC Ecole polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) et Laboratoire des voies de circulation. Formulation et optimisation des formules d'enrobés, 2004.
- 33 LEFEUVRE, Yann. Contribution to the fatigue behaviour study of bituminous material. Diss. Ecole des Ponts ParisTech, 2001.
- 34 LESUEUR Didier, La rhéologie des bitumes: Principes et Modification, , Rhéologie, Vol.2, 1-30 (2002).
- 35 LETOFFE Jean-Marie, et al. "Analyse thermique de bitumes routiers modifiés par des polymères." *BULLETIN-LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES* (2000): 13-20. <http://www.ifsttar.fr/ressources-en-ligne/les-outils/portail-documentaire/ressources-en-lignelibrairie/acceder-aux-sommaires-des-numeros-du-blpc-n201-a-n281/>.
- 36 MERBOUH M'hammed. Contribution a la modélisation du comportement rhéologique des enrobés bitumineux Influence des conditions extrêmes de température et de trafic en fatigue. Thèse de Doctorat, Bordeaux-1, France 2010.
- 37 NAVARO Julien. Cinétique de mélange des enrobés recyclés et influence sur les performances mécaniques. Diss. Arts et Métiers ParisTech, 2011.
- 38 NECHNECHE Lecheheb, Les enrobés modifiés à la base de polymères, PFE, IGC/USTHB Septembre 2000.
- 39 NGUYEN Dang-Truc, Prédiction des déformations permanentes des couches de surface des chaussées bitumineuses. Thèse de Doctorat, Paris : ENPC 2006. 193p.
- 40 NGUYEN Dang-Truc. Prédiction des déformations permanentes des couches de surface des chaussées bitumineuses. Thèse de Doctorat, Paris : ENPC 2006. 194p

- 41 NGUYEN Hoai Nam, Etude numérique de la fissuration d'un milieu viscoélastique: Analyse de l'essai de rupture sur bitume." Thèse de docteur ingénieur, spécialité: Structures et matériaux pour Génie civil (2008).
- 42 Norme EUROPEENNE, Bitume et liants bitumineux, Terminologie, NF EN 12597
- 43 NORME EUROPEENNE, Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 26: Module de rigidité, EN 12697-26.
- 44 NORME FRANÇAISE NF EN 12593, Bitumes et liants bitumineux -Détermination du point de fragilité Fraass, Décembre 1999.
- 45 NORME FRANÇAISE NF EN 1426, Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille, Décembre 1999.
- 46 NORME FRANÇAISE NF EN 1427, Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la température de ramollissement, Méthode Bille et Anneau, Janvier 2000.
- 47 NORME FRANÇAISE NF T 66-065.
- 48 OLARD François. Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux aux basses températures : relations entre les propriétés de liant et de l'enrobé. Thèse de Doctorat, paris : Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat 2003.
- 49 OLGA Solomatnikova. Comportement rhéologique et propriétés cohésives et adhésives des liants bitumineux. Mémoire (M.Sc.), Université LAVAL, 1998.
- 50 OULD-HENIA Mehdi. Modélisation et prédiction du comportement rhéologique des mélanges bitume-caoutchouc. Thèse de Doctorat, Lausanne : Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne 2005.
- 51 RAMOND, G et Such, C, (1990). « Bitume et bitumes modifié. Relation, Structures, Propriétés, Compositions ». Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 168, pp. 53-45
- 52 SAOULA S., HADDADI S., AITMOKHTAR K., Performances mécaniques des bétons bitumineux modifiés à base d'additifs polymères. SBEIDCO – 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries, ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009.
- 53 THEMELI Andrea, Etude du potentiel d'emploi des bitumes naturels dans la production des liants bitumineux durs et des enrobés à module élevé. Thèse de Doctorat, INSA de Strasbourg, 2015. 223p
- 54 TOUHARA Radouen. Étude de la résistance en fatigue des matériaux bitumineux. Diss. École de technologie supérieure, 2012.
- 55 USMANI, A. M., Polymer modification Asphalt : Chemistry and Technology, Polyker news, Vol. 21, n°8, p262-267
- 56 VANDENBROUCKE Aude, Etude du comportement mécanique pour différentes températures d'un élastomère : caractérisations expérimentale et numérique, Thèse de Doctorat, UEB, Grande Bretagne, 2010, pp176
- 57 VIVIER F., "Les Polymères" Travaux Pratiques, IUT Créteil-Vitry Mesures Physiques (1<sup>ère</sup> année), Pr. J. Lecomte-Beckers "Physique des matériaux: partie polymères", Chapitre 4 : Température de transition des polymères. Mines Paris, 2006.
- 58 WARD Nicolas. Caractérisation de nouveaux bitumes-caoutchouc. Mémoire de maîtrise es sciences appliquées, Université de Sherbrooke 2003, 107 p
- 59 WIKIPEDIA, La température de transition vitreuse. Lien : [https://fr.wikipedia.org/wiki/Temp%C3%A9rature\\_de\\_transition\\_vitreuse](https://fr.wikipedia.org/wiki/Temp%C3%A9rature_de_transition_vitreuse) consulté le 01/05/2017
- 60 ZEMMIRI Anouar-Abdelaziz. Comparaison des formulations d'enrobés à chaud pour couches de roulement des chaussées très circulées utilisées en France et en Algérie du point de vue sécurité (glissance) et ornierage. Certificat d'études supérieures, ENTPE Lyon, 2008.