



**HAL**  
open science

# Comportement thermomécanique d'enrobés bitumineux contenant des granulats de caoutchouc, issus de pneumatiques usagés, ajoutés par voie sèche

Yasmina Mahmoudi

## ► To cite this version:

Yasmina Mahmoudi. Comportement thermomécanique d'enrobés bitumineux contenant des granulats de caoutchouc, issus de pneumatiques usagés, ajoutés par voie sèche. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. École Nationale des Travaux Publics de l'État [ENTPE], 2022. Français. NNT : 2022ENTP0002 . tel-04155514

**HAL Id: tel-04155514**

**<https://theses.hal.science/tel-04155514>**

Submitted on 7 Jul 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N°d'ordre NNT : 2022ENTP0002

**THÈSE de DOCTORAT DE L'ENTPE**  
**Membre de l'Université de Lyon**

**École Doctorale N° 162**  
**Mécanique, Énergétique, Génie Civil et Acoustique (MEGA)**

**Spécialité: Génie Civil**

Soutenue publiquement le 29/09/2022, par :  
**Yasmina Mahmoudi**

---

**Comportement thermomécanique  
d'enrobés bitumineux contenant des  
granulats de caoutchouc, issus de  
pneumatiques usagés, ajoutés par voie  
sèche**

---

Devant le jury composé de :

CHAZALLON Cyrille	Professeur	INSA Strasbourg	Président du jury
BLANC Juliette	Docteure HDR	Université Gustave Eiffel	Rapporteure
WISTUBA Michael	Professeur	TU Braunschweig	Rapporteur
DI BENEDETTO Hervé	Professeur émérite	ENTPE	Directeur de thèse
MANGIAFICO Salvatore	Docteur	ENTPE	Co-directeur de thèse
SAUZEAT Cédric	Professeur	ENTPE	Examineur
POUGET Simon	Docteur	Eiffage Infrastructures	Invité
FAURE Jean-Philippe	Directeur R&D	Aliapur	Invité
LE BASTARD Sandra	Docteure	ADEME	Invitée



# Table des matières

<b>LISTE DES TABLEAUX .....</b>	<b>13</b>
<b>PRINCIPAUX SYMBOLES UTILISES .....</b>	<b>15</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>19</b>
<b>1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>23</b>
1.1 GENERALITES SUR LES ENROBES BITUMINEUX.....	24
1.1.1 <i>Le liant : origine, fabrication, composition et rôle dans les enrobés</i> .....	24
1.1.2 <i>Les granulats : origine, production et rôle dans les enrobés</i> .....	28
1.1.3 <i>Formulation des enrobés</i> .....	31
1.2 SOLLICITATIONS SUR LES COUCHES DE CHAUSSEES EN ENROBES BITUMINEUX .....	33
1.2.1 <i>Structure d'une chaussée en enrobé bitumineux</i> .....	33
1.2.2 <i>Effet du trafic sur la chaussée</i> .....	33
1.2.3 <i>Effet de la température sur la chaussée</i> .....	34
1.3 COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DES ENROBES BITUMINEUX.....	36
1.3.1 <i>Domaines de comportement des enrobés bitumineux</i> .....	36
1.3.2 <i>Définition et modélisation du comportement viscoélastique linéaire</i> .....	37
1.4 UTILISATION DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC ISSUS DE PNEUMATIQUES USAGES NON REUTILISABLES (PUNR) DANS LES ENROBES BITUMINEUX.....	53
1.4.1 <i>Recyclage des PUNR</i> .....	54
1.4.2 <i>Origine, production et caractéristiques physicochimiques du caoutchouc naturel et synthétique présent dans les pneumatiques</i> .....	57
1.4.3 <i>Méthodes de production des granulats de caoutchouc issus des PUNR</i> .....	60
1.4.4 <i>Méthodes d'incorporation de granulats de caoutchouc dans les enrobés bitumineux</i> .....	61
1.4.5 <i>Interactions physico-chimiques entre granulats de caoutchouc et liant bitumineux</i> .....	68
1.4.6 <i>Effets de l'incorporation de granulats de caoutchouc par voie sèche sur les propriétés thermomécaniques des enrobés bitumineux</i> .....	71
<b>2. ETUDE DES INTERACTIONS CAOUTCHOUC/BITUME.....</b>	<b>77</b>
2.1 EVALUATION DU POTENTIEL MAXIMAL DE GONFLEMENT ET D'ABSORPTION DU CAOUTCHOUC DANS DE L'HUILE.....	79
2.1.1 <i>Matériaux testés et procédure expérimentale</i> .....	79
2.1.2 <i>Hypothèses et définitions des taux d'absorption et de gonflement</i> .....	83
2.1.3 <i>Résultats</i> .....	85
2.2 EVALUATION DU GONFLEMENT DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC EN CONTACT AVEC DU BITUME .....	96
2.2.1 <i>Matériaux testés et procédure expérimentale</i> .....	97
2.2.2 <i>Résultats</i> .....	98
2.3 ESTIMATION DES PHENOMENES DE GONFLEMENT AU COURS DE LA FABRICATION DES ENROBES BITUMINEUX .....	101
2.3.1 <i>Matériaux testés et procédure expérimentale</i> .....	101
2.3.2 <i>Résultats</i> .....	102
2.4 CONCLUSIONS DU CHAPITRE.....	104
<b>3. MATERIAUX TESTES : FORMULATION ET FABRICATION.....</b>	<b>107</b>
3.1 RESUME DES MATERIAUX TESTES.....	108
3.2 CARACTERISTIQUES DES CONSTITUANTS.....	109
3.2.1 <i>Caractéristiques des bitumes</i> .....	109
3.2.2 <i>Caractéristiques des granulats</i> .....	110
3.2.3 <i>Caractéristiques des granulats de caoutchouc</i> .....	110

3.3	LES ENROBES DE REFERENCE, SANS GRANULATS DE CAOUTCHOUC .....	111
3.4	APPROCHE VOLUMETRIQUE POUR LA FORMULATION DES ENROBES AVEC GRANULATS DE CAOUTCHOUC.....	113
3.5	PRISE EN COMPTE DES RESULTATS DES ESSAIS D'IMMERSION DANS LA FORMULATION DES ENROBES .....	117
3.6	FABRICATION DES ENROBES : MALAXAGE ET COMPACTAGE .....	121
3.7	FABRICATION DES EPROUVETTES CYLINDRIQUES EN ENROBE BITUMINEUX .....	122
3.7.1	<i>Plans de sciage et carottage</i> .....	122
3.7.2	<i>Teneurs en vides des éprouvettes</i> .....	123
3.7.3	<i>Nomenclature</i> .....	124
3.8	REALISATION DES EPROUVETTES EN CAOUTCHOUC BR .....	125
3.9	CONCLUSION DU CHAPITRE .....	126
<b>4.</b>	<b>DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX ET RESULTATS DES ESSAIS NORMALISES ....</b>	<b>127</b>
4.1	COMPACTAGE A LA PRESSE A CISAILLEMENT GIRATOIRE (P.C.G).....	128
4.1.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	128
4.1.2	<i>Résultats</i> .....	129
4.2	SENSIBILITE A L'EAU.....	131
4.2.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	131
4.2.2	<i>Résultats</i> .....	132
4.3	ORNIERAGE NORMALISE .....	133
4.3.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	133
4.3.2	<i>Résultats</i> .....	135
4.4	ESSAI DE MODULE RIGIDITE .....	137
4.4.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	137
4.4.2	<i>Résultats</i> .....	137
4.5	FATIGUE NORMALISEE.....	140
4.5.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	140
4.5.2	<i>Résultats</i> .....	142
4.6	CONCLUSION DU CHAPITRE .....	143
<b>5.</b>	<b>DISPOSITIFS ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX DES ESSAIS</b>	
	<b>THERMO-MECANIKES AVANCES REALISES A L'ENTPE .....</b>	<b>145</b>
5.1	EQUIPEMENTS EXPERIMENTAUX UTILISES .....	146
5.1.1	<i>Presse hydraulique</i> .....	146
5.1.2	<i>Enceinte thermique</i> .....	147
5.1.3	<i>Extensomètres</i> .....	147
5.1.4	<i>Capteurs sans contact</i> .....	148
5.1.5	<i>Sonde de température</i> .....	149
5.1.6	<i>Capteur de force</i> .....	149
5.2	ESSAIS DE MODULE COMPLEXE.....	149
5.2.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	149
5.2.2	<i>Mise en place de l'essai</i> .....	151
5.2.3	<i>Acquisition et traitement des données</i> .....	153
5.2.4	<i>Exemples de résultats</i> .....	155
5.3	ESSAIS DE TRACTION SIMPLE.....	157
5.3.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	157
5.3.2	<i>Mise en place de l'essai</i> .....	157
5.3.3	<i>Acquisition et traitement des données</i> .....	157
5.3.4	<i>Exemples de résultats</i> .....	158
5.4	ESSAIS TSRST .....	159
5.4.1	<i>Procédure expérimentale</i> .....	159

5.4.2	<i>Mise en place de l'essai</i> .....	160
5.4.3	<i>Acquisition et traitement des données</i> .....	160
5.4.4	<i>Calibration des capteurs avec la température</i> .....	160
5.4.5	<i>Exemples de résultats</i> .....	161
5.5	CONCLUSION DU CHAPITRE .....	162
<b>6.</b>	<b>ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION EN PETITES DEFORMATIONS ....</b>	<b>163</b>
6.1	ESSAIS DE MODULE COMPLEXE REALISES SUR LES ENROBES .....	164
6.1.1	<i>Récapitulatifs des essais réalisés</i> .....	164
6.1.2	<i>Résultats, analyse et modélisation par le modèle analogique 2S2P1D des essais</i> .....	165
6.1.3	<i>Influence des teneurs en vides et de la teneur en caoutchouc sur les résultats de module complexe</i> 172	
6.2	ESSAIS SUR LE CAOUTCHOUC BR .....	178
6.2.1	<i>Domaine de linéarité du caoutchouc BR</i> .....	178
6.2.2	<i>Résultats, analyse des essais de module complexe et modélisation par une version simplifiée de 2S2P1D</i> 181	
6.3	ENERGIE DISSIPÉE PAR LES ENROBES .....	183
6.3.1	<i>Calcul de l'énergie dissipée à partir des valeurs expérimentales et modélisations obtenues des essais de module complexe</i> .....	183
6.3.2	<i>Modélisation numérique de l'énergie dissipée (logiciel éléments finis Comsol®)</i> .....	187
6.4	CONCLUSION DU CHAPITRE 6 .....	191
<b>7.</b>	<b>ETUDE EXPERIMENTALE EN GRANDES DEFORMATIONS ET A LA RUPTURE ..</b>	<b>195</b>
7.1	ESSAIS DE TRACTION DIRECTE .....	196
7.1.1	<i>Récapitulatif des essais réalisés</i> .....	196
7.1.2	<i>Résultats et analyse des essais</i> .....	199
7.1.3	<i>Etude des faciès de rupture</i> .....	205
7.2	ESSAIS DE RETRAIT THERMIQUE EMPECHE (TSRST) .....	207
7.2.1	<i>Récapitulatif des essais réalisés</i> .....	207
7.2.2	<i>Résultats et analyses des essais</i> .....	208
7.2.3	<i>Etude des faciès de rupture</i> .....	214
7.3	CONCLUSION DU CHAPITRE .....	216
	<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES DE L'ETUDE</b> .....	<b>219</b>
	<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b> .....	<b>227</b>

# Liste des figures

FIGURE 1-1 : EXEMPLES DE COURBES CONTINUES ET DISCONTINUES (OLARD, 2012) .....	30
FIGURE 1-2 : REPRESENTATION DES QUATRE NIVEAUX D'ESSAIS DE FORMULATION EN LABORATOIRE .....	32
FIGURE 1-3 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES SUPERPOSITION DE COUCHES FORMANT UNE CHAUSSEE (CORTE & DI BENEDETTO, 2004) .....	33
FIGURE 1-4 : REPRESENTATION DES SOLLICITATIONS DUES AU TRAFIC ROUTIER SUBIS PAR LES COUCHES DE CHAUSSEE (CORTE & DI BENEDETTO, 2004) .....	34
FIGURE 1-5 : REPRESENTATION DES PHENOMENES INDUITS PAR LES CONDITIONS CLIMATIQUES SUR LES COUCHES DE CHAUSSEE (CORTE & DI BENEDETTO, 2004) .....	35
FIGURE 1-6 : REPRESENTATION DES QUATRE DOMAINES DE COMPORTEMENT DES ENROBES BITUMINEUX(DI BENEDETTO, 1990)....	36
FIGURE 1-7 : REPRESENTATION DE L'ESSAI D'EFFACEMENT. (A) CRENEAU DE DEFORMATION ET (B) RESULTANTE EN CONTRAINTE ....	37
FIGURE 1-8 : REPRESENTATIONS DES DEFORMATIONS ET CONTRAINTES SINUSOÏDALES APPLIQUEES SUR UN MATERIAU VISCOELASTIQUE LINEAIRE LORS D'UN ESSAI DE MODULE COMPLEXE EN COMPRESSION/TRACTION.....	42
FIGURE 1-9 : MODULE COMPLEXE DEUX ENROBES BITUMINEUX OBTENUS DE L'ESSAI REALISE SUR L'ENROBE GB5-0-3550-1-4 (A) DANS LE PLAN DE COLE-COLE (B) DANS L'ESPACE DE BLACK .....	42
FIGURE 1-10 : (A) COURBES MAITRESSES DU $ E^* $ (A) ET DE $\varphi E$ (B) TRACEES A $T_{ref} = 15^{\circ}C$ EN UTILISANT LES FACTEURS DE TRANSLATION REPORTEES EN (C) POUR L'ENROBE GB5-0-3550-1-4.....	43
FIGURE 1-11 : ENERGIE DISSIPEE POUR UN CYCLE DE CHARGEMENT IMPOSE A UN MATERIAU VISCOELASTIQUE LINEAIRE .....	44
FIGURE 1-12 : REPRESENTATION D'UN RESSORT.....	45
FIGURE 1-13 : REPRESENTATION D'UN AMORTISSEUR LINEAIRE.....	45
FIGURE 1-14 : REPRESENTATION DU MODELE DE KELVIN-VOIGT .....	46
FIGURE 1-15 : REPRESENTATION DU MODELE DE MAXWELL .....	46
FIGURE 1-16 : MODELE DE MAXWELL GENERALISE AVEC N ELEMENTS FINIS.....	47
FIGURE 1-17 : MODELE DE KELVIN-VOIGT GENERALISE AVEC N ELEMENTS FINIS .....	48
FIGURE 1-18 : REPRESENTATION DU MODELE DE HUET .....	49
FIGURE 1-19 : MODELE ANALOGIQUE DE HUET-SAYEGH .....	50
FIGURE 1-20 : REPRESENTATION DU MODELE ANALOGIQUE « 2S2P1D » .....	50
FIGURE 1-21 : INFLUENCE DES PARAMETRES 2S2P1D SUR L'ALLURE DE LA COURBE DU MODULE COMPLEXE MODELISE DANS LE PLAN DE COLE-COLE .....	53
FIGURE 1-22 : LES DIFFERENTS DISPOSITIFS NATIONAUX DE GESTION DES PNEUMATIQUES USAGES MIS EN PLACE EN EUROPE (ETRMA, 2016) .....	56
FIGURE 1-23 : TAUX DE VALORISATION DES DECHETS PNEUMATIQUES SELON DIFFERENTS PAYS – DONNEES DE 2015 (ETRMA, 2016) .....	56
FIGURE 1-24 : FORMULE CHIMIQUE TOPOGRAPHIQUE DU POLYISOPRENE.....	58
FIGURE 1-25 : MODIFICATION DU CAOUTCHOUC PAR AJOUT ADDITIFS (DE ZELICOURT, 2015) .....	59

FIGURE 1-26 : RESULTAT DU BROYAGE MECANIQUE (A) CRYOGENIQUE ET (B) A TEMPERATURE AMBIANTE DU CAOUTCHOUC (LO PRESTI, 2013) .....	61
FIGURE 1-27 : DIFFERENTES FORMES DE GRANULATS DE CAOUTCHOUC OBTENUS PAR BROYAGE (ETUDE SUR LA MORPHOLOGIE DES GRANULATS COMMANDEE PAR ALIAPUR ET REALISEE PAR LE BUREAU DE RECHERCHES GEOLOGIQUES ET MINIERES (BRGM - ORLEANS), LE CENTRE DE TRANSFERT DE TECHNOLOGIE DU MANS (CTTM -LE MANS) ET LE LABORATOIRE DE RECHERCHE ET DE CONTROLE DU CAOUTCHOUC ET DES PLASTIQUES (LRCCP - VITRY).).....	61
FIGURE 1-28 : INFLUENCE DU COMPACTAGE SUR UN ENROBE A COURBE CONTINUE CONTENANT DU CAOUTCHOUC INCORPORE PAR VOIE SECHE (A) AVANT COMPACTAGE (B) PENDANT LE COMPACTAGE (C) APRES LE COMPACTAGE .....	67
FIGURE 1-29 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE D'UN ENROBE BITUMINEUX AVEC GRANULATS DE CAOUTCHOUC AJOUTE PAR VOIE SECHE AU SEIN D'UN SQUELETTE MINERALE DONT LA GRANULOMETRIE EST DISCONTINUE (TAKALLOU, 1988).....	67
FIGURE 1-30 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES INTERACTIONS BITUME-CAOUTCHOUC.....	68
FIGURE 2-1 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES INTERACTIONS BITUME-CAOUTCHOUC.....	78
FIGURE 2-2 : COURBE GRANULOMETRIQUE DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC 4/8 MM UTILISES.....	79
FIGURE 2-3 : SCHEMATISATION DES ESSAIS DE GONFLEMENT ET D'ABSORPTION DES HUILES PAR LES GRANULATS DE CAOUTCHOUC... 81	81
FIGURE 2-4: COURBES GRANULOMETRIQUES VOLUMIQUES DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC 4-8 MM AVANT IMMERSION ET APRES 2 ET 7 JOURS D'IMMERSION DANS L'HUILE AROMATIQUE A 20 °C.....	86
FIGURE 2-5 : TAUX D'ABSORPTION A ET DE GONFLEMENT $\Xi$ DES FRACTIONS DE GRANULATS DE CAOUTCHOUC APRES 2 ET 7 JOURS D'IMMERSION DANS UNE HUILE AROMATIQUE A 20 °C ET APRES 7 JOURS D'IMMERSION DANS DE L'OLEOFLUX® A 80 °C (LES BARRES D'ERREURS SONT OBTENUES PAR LE CALCUL DES INCERTITUDES).....	87
FIGURE 2-6 : $vOAb(tsCi$ EN (A) ET $\Delta v (t)sCRi$ EN (B) TRACES EN FONCTION DU DIAMETRE MOYEN $Dmoy$ DES GRANULATS POUR CHAQUE FRACTION APRES 2 ET 7 JOURS D'IMMERSION DANS UNE HUILE AROMATIQUE A 20 °C.....	90
FIGURE 2-7 : $vOAb(tsCRi$ ET $\Delta v (t)sCRi$ MOYENS TRACES EN FONCTION DU TEMPS APRES 2 ET 7 JOURS D'IMMERSION DANS UNE HUILE AROMATIQUE A 20 °C.....	91
FIGURE 2-8 : $vOAb(tsCRi$ EN (A) ET $\Delta v (t)sCRi$ EN (B) TRACES EN FONCTION DU DIAMETRE MOYEN $Dmoy$ DES GRANULATS POUR CHAQUE FRACTION APRES 7 JOURS D'IMMERSION DANS DE L'OLEOFLUX® A 80 °C .....	91
FIGURE 2-9 : $vOAb(tsCRi$ EN (A) ET $\Delta v (t)sCRi$ EN (B) TRACES EN FONCTION DU DIAMETRE MINIMAL $Dmin$ ET DU DIAMETRE MAXIMAL $Dmax$ DES GRANULATS POUR CHAQUE FRACTION APRES 7 JOURS D'IMMERSION DANS DE L'OLEOFLUX® A 80 °C . 92	92
FIGURE 2-10 : RAPPORTS $\xi\alpha$ TRACES EN FONCTION DU DIAMETRE MOYEN $Dmoy$ DES GRANULATS POUR CHAQUE FRACTION APRES 2 ET 7 JOURS D'IMMERSION DANS UNE HUILE AROMATIQUE A 20°C ET APRES 7 JOURS D'IMMERSION L'OLEOFLUX® A 80°C.....	94
FIGURE 2-11 : TAUX D'ABSORPTION A EN (A) ET DE GONFLEMENT $\Xi$ EN (B) DE LA FRACTION 5-6,3 MM DE GRANULATS DE CAOUTCHOUC APRES 5 MIN, 30 MIN, 3 HET 2 JOURS DANS L'HUILE AROMATIQUE ET DANS DE L'OLEOFLUX A 20°C ET A 80°C 94	94
FIGURE 2-12 : TAUX D'ABSORPTION A EN (A) ET DE GONFLEMENT $\Xi$ EN (B) DE LA FRACTION 5-6,3 MM DE GRANULATS DE CAOUTCHOUC EN FONCTION DU TEMPS D'IMMERSION DANS UNE HUILE AROMATIQUE ET DANS DE L'OLEOFLUX A 20°C ET A 80°C.....	95
FIGURE 2-13 : COURBE GRANULOMETRIQUE EN MASSE DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC A TEMPERATURE AMBIANTE ET A 130 °C 99	99
FIGURE 2-14 : COURBE GRANULOMETRIQUE MASSIQUE DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC EN (A) ET DES GRANULATS MINERAUX 4 – 6 MM EN (B), TOUS ENROBES DE BITUME ET CONDITIONNES COMME PRESENTES DANS LE TABLEAU 2-4.....	100

FIGURE 2-15 : PHOTOGRAPHIE D'UNE PLAQUE DE GB5 AVEC BITUME MODIFIE ET 2% DE CR INCORPORE PAR VOIE SECHE ET DU SYSTEME DE MESURE DE L'EPaisseur .....	102
FIGURE 2-16 : VARIATIONS DE L'EPaisseur D'UNE PLAQUE DE GB5® AVEC BITUME MODIFIE (BIPRENE43®) ET 2% DE CR INCORPORE PAR VOIE SECHE EVALUEES PENDANT 7 JOURS APRES COMPACTAGE SUR DIFFERENTES POSITIONS (REPRESENTEES PAR 5 SYMBOLES POSITIONNES SUR SEPT TRANCHES).....	103
FIGURE 3-1 : FORMULES DES DIFFERENTS ENROBES FABRIQUEES AU COURS DE CE TRAVAIL DE THESE .....	109
FIGURE 3-2 : COURBE GRANULOMETRIQUE DES GRANULATS DE CAOUTCHOUC 4/8 MM UTILISES.....	111
FIGURE 3-3 : COURBES GRANULOMETRIQUES DES DIFFERENTES FRACTIONS GRANULAIRES MINERALES ET COURBE RECONSTITUEE DES ENROBES DE REFERENCE SANS CAOUTCHOUC .....	112
FIGURE 3-4 : SCHEMATISATION DES ETAPES DE FORMULATION DE LA FICHE DE CALCUL EXCEL® DEVELOPPEE.....	115
FIGURE 3-5 : COURBES GRANULOMETRIQUES DES DIFFERENTES FRACTIONS GRANULAIRES MINERALES ET COURBE RECONSTITUEE DES ENROBES AVEC ET SANS CAOUTCHOUC.....	115
FIGURE 3-6 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES QUATRE HYPOTHESES D'ABSORPTION .....	119
FIGURE 3-7 : COMPACTAGE D'UNE PLAQUE PAR UN COMPACTEUR A PNEU DE TYPE LPC.....	121
FIGURE 3-8 : PHOTOGRAPHIE DE LA SCIE UTILISEE .....	122
FIGURE 3-9 : PLAN DE CAROTTAGE DES PLAQUES N°1.....	123
FIGURE 3-10 : PLAN DE CAROTTAGE DES PLAQUES N°2.....	123
FIGURE 3-11 : MOYENNES ET ECART-TYPES DES TENEURS EN VIDES DES EPROUVETTES ISSUES D'UNE MEME PLAQUE, POUR CHAQUE PLAQUE D'ENROBE FABRIQUEE.....	124
FIGURE 3-12 : PHOTOGRAPHIE D'UNE EPROUVETTE CYLINDRIQUE DE BR .....	125
FIGURE 4-1 : PHOTOGRAPHIE D'UNE PRESSE A CISAILLEMENT GIRATOIRE (SOURCE : IFFSTAR.FR).....	129
FIGURE 4-2 : RESULTATS DES ESSAIS A LA PCG. (A) MOYENNE (SUR 3 EPROUVETTES) DES TENEURS EN VIDES EN FONCTION DU NOMBRE DE GIRATIONS IMPOSE, (B) EVOLUTION DES MOYENNES DES TENEURS EN VIDES EN FONCTION DU NOMBRE DE GIRATIONS IMPOSE ET EN (C) MOYENNE DES DIFFERENCES DE TENEURS EN VIDES PAR RAPPORT AUX ENROBES DE REFERENCE (GB5-0-SBS ET GB5-0-3550) EN FONCTION DU NOMBRE DE GIRATIONS IMPOSE.....	130
FIGURE 4-3 : HISTOGRAMME DES RESULTATS DES ESSAIS DE SENSIBILITE A L'EAU ET COMPARAISON AVEC LES SPECIFICATIONS DES NORMES CONCERNANT LES EME ET LES GB .....	133
FIGURE 4-4 : PHOTOGRAPHIE D'UN ORNIEREUR DE PLAQUE (SOURCE : IFFSTAR.FR) .....	134
FIGURE 4-5 : RESULTATS DES ESSAIS D'ORNIERAGE NORMALISE. (A) POURCENTAGES DE PROFONDEUR D'ORNIERE EN FONCTION DU LOGARITHME DU NOMBRE DE PASSES IMPOSEES POUR CHAQUE PLAQUE TESTEE DES ENROBES GB5-3550 (B) PROFONDEURS D'ORNIERE EN FONCTION DU LOGARITHME DU NOMBRE DE PASSES IMPOSEES POUR CHAQUE PLAQUE TESTEE DES ENROBES GB5-SBS ET (C) MOYENNES DES PROFONDEURS D'ORNIERE POUR LES ENROBES GB5-SBS ET GB5-3550 .....	136
FIGURE 4-6 : PENTES DES REGRESSIONS LINEAIRES REALISES SUR LES MOYENNES DES POURCENTAGES DE PROFONDEUR D'ORNIERE EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC POUR LES DEUX TYPES DE MATERIAU (GB5-SBS ET GB5-3550).....	136
FIGURE 4-7 : NORMES DU MODULE COMPLEXE A 10 Hz ET 15 OU 10°C POUR LES DIFFERENTS ENROBES TESTES (LES BARRES D'ERREUR CORRESPONDENT AUX ECART-TYPES CALCULES SUR LA MOYENNE DES 4 EPROUVETTES TESTEES PAR MATERIAU) .....	138

FIGURE 4-8 : NORMES DU MODULE COMPLEXE A 10 HZ ET 15 OU 10°C EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC POUR LES 3 ENROBES GB5-SBS (LES BARRES D'ERREUR CORRESPONDENT AUX ECART-TYPES CALCULES SUR LA MOYENNE DES 4 EPROUVETTES TESTEES PAR ENROBE) .....	139
FIGURE 4-9 : NORMES DU MODULE COMPLEXE OBTENUES A 10 HZ ET 15 OU 10 °C EN FONCTION DES TENEURS EN VIDE DES ENROBES GB5-SBS (LES BARRES D'ERREUR VERTICALES CORRESPONDENT AUX ECART-TYPES CALCULES SUR LA MOYENNE DES MODULES DES 4 EPROUVETTES TESTEES PAR MATERIAU ET LES BARRES D'ERREUR HORIZONTALES CORRESPONDENT AUX ECART-TYPES CALCULES SUR LA MOYENNE DES TENEURS EN VIDES DES 4 EPROUVETTES TESTEES PAR MATERIAU) .....	139
FIGURE 4-10 : TENEURS EN VIDE DES ENROBES GB5-SBS EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC.....	140
FIGURE 4-11 : (A) PHOTOGRAPHIE D'UNE EPROUVETTE TRAPEZOÏDALE TESTEE EN FATIGUE ET (B) SCHEMA ET DIMENSION DE L'EPROUVETTE TRAPEZOÏDALE (MANGIAFICO, 2014) .....	141
FIGURE 4-12 : RESULTATS DES ESSAIS DE FATIGUE NORMALISEE MENES SUR LES ENROBES GB5-0-SBS ET GB5-2-SBS .....	142
FIGURE 5-1 : (A) PRESSE MTS DE ±250 kN EQUIPEE D'UNE ENCEINTE THERMIQUE INELTEC ET (B) PRESSE INSTRON DE ±25kN EQUIPEE D'UNE ENCEINTE THERMIQUE BIA CLIMATIC.....	146
FIGURE 5-2 : SCHEMA REPRESENTANT LES SIGNAUX SINUSOÏDAUX DES DEFORMATIONS AXIALE ET RADIALE ET DE LA CONTRAINTE AXIALE APPLIQUEES SUR UN MATERIAU VISCOELASTIQUE LINEAIRE LORS D'UN ESSAI DE MODULE COMPLEXE EN COMPRESSION/TRACTION .....	150
FIGURE 5-3 : TEMPERATURES DURANT L'ESSAI DE MODULE COMPLEXE .....	150
FIGURE 5-4 : EPROUVETTE POSITIONNEE SUR LE BANC DE COLLAGE LORS DE LA PHASE DE SECHAGE DE LA COLLE .....	152
FIGURE 5-5 : PHOTOGRAPHIE ET REPRESENTATION SCHEMATIQUE D'UNE EPROUVETTE INSTRUMENTEE.....	152
FIGURE 5-6 : COUPLE DE CYCLE OBTENUS DES ESSAIS MENES A LA FREQUENCE 1 HZ ET LA TEMPERATURE DE 5 °C SUR L'EPROUVETTES GB5-0-3550-1-9. (A) HYSTERESIS, (B) MOYENNE DE PILOTAGE (MOYENNE DES EXTENSOMETRES) EN FONCTION DU TEMPS, (C) DEPLACEMENT DU PISTON EN FONCTION DU TEMPS ET (D) FORCE EN FONCTION DU TEMPS.....	154
FIGURE 5-7 : RESULTATS EXPERIMENTAUX DE $E^*$ OBTENUS SUR LES EPROUVETTES 1-9 ET 1-4 DE GB5-0-3550 (A) PLAN DE COLE-COLE, (B) ESPACE DE BLACK, (C) COURBE MAITRESSE DE LA NORME $ E^* $ A 15°C, (D) COURBE MAITRESSE DE L'ANGLE DE PHASE $\varphi E^*$ A 15°C, (E) FACTEURS DE TRANSLATION $aT$ ET COURBE WLF .....	156
FIGURE 5-8 : EVOLUTION DE LA MOYENNE DES DEFORMATIONS AXIALES EN FONCTION DU TEMPS OBTENUE D'UN ESSAIS DE TRACTION DIRECTE MENE SUR L'EPROUVETTE GB5-0-SBS-2-9 .....	158
FIGURE 5-9 : EVOLUTION DE LA CONTRAINTE AXIALE EN FONCTION DE LA MOYENNE DES DEFORMATIONS AXIALES OBTENUE D'UN ESSAIS DE TRACTION DIRECTE MENE SUR L'EPROUVETTE GB5-0-SBS-2-9 .....	158
FIGURE 5-10 : DERIVE DES EXTENSOMETRES AVEC LA TEMPERATURE MESUREE SUR UNE EPROUVETTE ETALON DE ZERODUR® .....	161
FIGURE 5-11 : EVOLUTIONS DE LA TEMPERATURE ET DE LA CONTRAINTE AXIALE EN FONCTION DU TEMPS, OBTENUES LORS DE L'ESSAI TSRST MENE SUR L'EPROUVETTE GB5-0-SBS-2-9 .....	162
FIGURE 6-1 : DONNEES EXPERIMENTALES ET MODELISATION 2S2P1D DU MODULE COMPLEXE $E^*$ DE TOUS LES ENROBES TESTEES. (A) PLAN DE COLE-COLE, (B) ESPACE DE BLACK, (C) COURBE MAITRESSE DE LA NORME DU MODULE COMPLEXE $ E^* $ A 15°C, (D) COURBE MAITRESSE DE L'ANGLE DE PHASE DU MODULE COMPLEXE $\varphi E^*$ A 15°C ET (E) FACTEURS DE TRANSLATION $aT$ AND EQUATION WLF UTILISEE.....	168
FIGURE 6-2 : MODULE COMPLEXE NORMALISE : DONNEES EXPERIMENTALES ET MODELISATION 2S2P1D DE TOUS LES ENROBES TESTEES. (A) COURBE MAITRESSE DE LA NORME DU MODULE COMPLEXE NORMALISE $E_{norm}^*$ (A 15°C), (B) COURBE	

MAITRESSE DE L'ANGLE DE PHASE DU MODULE COMPLEXE NORMALISE $\varphi E_{norm} *$ (A 15°C), (c) $E_{norm} *$ DANS LE PLAN DE COLE-COLE ET (D) $E_{norm} *$ DANS L'ESPACE DE BLACK .....	170
FIGURE 6-3 : COEFFICIENT DE POISSON NORMALISE : DONNEES EXPERIMENTALES ET MODELISATION 2S2P1D DE TOUS LES ENROBES TESTEES. (A) COURBE MAITRESSE DE LA NORME DU COEFFICIENT DE POISSON NORMALISE $\nu_{norm} *$ (A 15°C), (B) COURBE MAITRESSE DE L'ANGLE DE PHASE DU COEFFICIENT DE POISSON NORMALISE $\varphi \nu_{norm} *$ (A 15°C), (C) $\nu_{norm} *$ DANS LE PLAN DE COLE-COLE ET (D) $\nu_{norm} *$ DANS L'ESPACE DE BLACK .....	171
FIGURE 6-4 : HISTOGRAMME DES VALEURS DE MODULES ASYMPTOTIQUES VITREUX $E_0$ ET DE MODULES ASYMPTOTIQUES STATIQUES $E_{00}$ OBTENUS DES MODELISATIONS 2D2P1D DES ENROBES GB5-SBS AVEC BITUME MODIFIE AUX POLYMERES SBS .....	172
FIGURE 6-5 : HISTOGRAMME DES VALEURS DE MODULES ASYMPTOTIQUES VITREUX $E_0$ ET DE MODULES ASYMPTOTIQUES STATIQUES $E_{00}$ OBTENUS DES MODELISATIONS 2D2P1D DES ENROBES GB5-3550 AVEC BITUME PUR.....	172
FIGURE 6-6 : MODULES ASYMPTOTIQUES VITREUX $E_0$ DES ENROBES DE LA THESE OBTENUS DE LA MODELISATION 2S2P1D, EN FONCTION DES TENEURS EN VIDES MOYENNES. LES BARRES D'ERREUR REPRESENTENT LES ECART-TYPES CALCULEES PAR RAPPORT AUX MOYENNES DES TENEURS EN VIDES .....	173
FIGURE 6-7 : EVOLUTION DE L'INFLUENCE DE L'AJOUT DE CAOUTCHOUC ( $x$ ) SUR LES VALEURS DE MODULES DONNES PAR LE MODELE 2S2P1D EN FONCTION DE LA FREQUENCE ET DE LA TEMPERATURE POUR LES ENROBES AVEC BIPRENE43® (GB5-SBS) .....	175
FIGURE 6-8 : EVOLUTION DE L'INFLUENCE DE L'AJOUT DE CAOUTCHOUC ( $x$ ) SUR LES VALEURS DE MODULES DONNES PAR LE MODELE 2S2P1D EN FONCTION DE LA FREQUENCE ET DE LA TEMPERATURE POUR LES ENROBES AVEC BITUME PUR 35/50 (GB5-3550) .....	176
FIGURE 6-9 : NORME DU MODULE COMPLEXE A 15 °C ET 10 Hz TRACEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC ET DES TENEURS EN VIDES DES EPROUVETTES. REGRESSION LINEAIRE DES DONNES PAR UN PLAN D'EQUATION $z = ax + by + c$ AVEC $a = -9,5 \times 10^4 MPa$ , $b = -1,1 \times 10^5 MPa$ ET $c = 1,9 \times 10^4 MPa$ .....	177
FIGURE 6-10 : RESULTATS DES ESSAIS DE LINEARITE REALISES SUR UNE EPROUVETTE EN CAOUTCHOUC BR A TROIS TEMPERATURES (-10 °C, 20 °C ET 40 °C) ET TROIS FREQUENCES (0.01 Hz, 1 Hz ET 10 Hz) (A) NORME DU MODULE COMPLEXE EN FONCTION DE L'AMPLITUDE DE DEFORMATION, (B) ANGLE DE PHASE DU MODULE COMPLEXE EN FONCTION DE L'AMPLITUDE DE DEFORMATION ET (C) NORMALISATION DE LA NORME DU MODULE COMPLEXE PAR RAPPORT A LA VALEUR HYPOTHETIQUE OBTENUE POUR $E_{01} = 0$ EN FONCTION DE L'AMPLITUDE DE DEFORMATION .....	180
FIGURE 6-11 : VERSION SIMPLIFIEE DU MODELE 2S2P1D UTILISE POUR SIMULER LE COMPORTEMENT VISCOELASTIQUE LINEAIRE DU CAOUTCHOUC BR.....	181
FIGURE 6-12 : ESSAIS DE MODULE COMPLEXE ET MODELISATION 2S2P1D REALISES SUR LE CAOUTCHOUC BR. (A) $E *$ DANS LE PLAN DE COLE-COLE, (B) $E *$ DANS L'ESPACE DE BLACK, (C) COURBE MAITRESSE DE L'ANGLE DE PHASE DU MODULE COMPLEXE $\varphi E *$ (A 15°C), (D) COURBE MAITRESSE DE LA NORME DU MODULE COMPLEXE $ E * $ (A 15°C) ET (E) FACTEUR DE TRANSLATION $aT$ AND COURBE WLF.....	182
FIGURE 6-13 : ENERGIE DISSIPEE AU COURS D'UN CYCLE DE CHARGEMENT SINUSOÏDALE SUR UN MATERIAUX VISCOELASTIQUE LINEAIRE .....	183
FIGURE 6-14 : COURBES MAITRESSES DE L'ENERGIE DISSIPEE OBTENUES DES ESSAIS DE MODULE COMPLEXE REALISES SUR LES ENROBES GB5-SBS A AMPLITUDE DE DEFORMATION CONSTANTE (50 $\mu m/m$ ) ET AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE (0.025 MPa) .....	185

FIGURE 6-15 : DIFFERENCES D'ENERGIE DISSIPÉE OBTENUES A PARTIR DU MODELE 2S2P1D ENTRE L'ENROBE DE REFERENCE GB5-0-SBS ET LES ENROBES GB5-SBS CONTENANT 2% ET 4% DE CAOUTCHOUC, A AMPLITUDE DE DEFORMATION CONSTANTE (50 $\mu\text{M}/\text{M}$ ) ET AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE (0.025 MPA).....	185
FIGURE 6-16 : COURBES MAITRESSES DE L'ENERGIE DISSIPÉE OBTENUES DES ESSAIS DE MODULE COMPLEXE REALISES SUR LES ENROBES GB5-3550 A AMPLITUDE DE DEFORMATION CONSTANTE (50 $\mu\text{M}/\text{M}$ ) ET AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE (0.025 MPA).....	186
FIGURE 6-17 : DIFFERENCES D'ENERGIE DISSIPÉE OBTENUES A PARTIR DU MODELE 2S2P1D ENTRE L'ENROBE DE REFERENCE GB5-0-3550 ET LES ENROBES GB5-3550 CONTENANT 2% ET 4% DE CAOUTCHOUC, A AMPLITUDE DE DEFORMATION CONSTANTE (50 $\mu\text{M}/\text{M}$ ) ET AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE (0.025 MPA).....	187
FIGURE 6-18 : STRUCTURE DE CHAUSSEES SIMPLIFIEE EN NE CONSIDERANT QUE DEUX COUCHES : UN COUCHE D'ENROBE VISCOELASTIQUE LINEAIRE ET UNE COUCHE DE SOL ELASTIQUE INFINI .....	188
FIGURE 6-19 : ENERGIE DISSIPÉE CALCULEE PAR SIMULATION NUMERIQUE A AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE DE 2,1 MPA (CE QUI CORRESPOND A APPLIQUER UNE CHARGE DE 65 kN SUR UNE SURFACE CYLINDRIQUE DE 0,1 M DE DIAMETRE).....	189
FIGURE 6-20 : DIFFERENCE D'ENERGIE DISSIPÉE ENTRE L'ENROBE DE REFERENCE GB5-3550 SANS CAOUTCHOUC (GB5-0-3550) ET LES ENROBES GB5-3550 AVEC GRANULATS DE CAOUTCHOUC (GB5-2-3550 ET GB5-4-3550), CALCULEE PAR SIMULATION NUMERIQUE A AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE DE 2,1 MPA (CE QUI CORRESPOND A APPLIQUER UNE CHARGE DE 65 kN SUR UNE SURFACE CYLINDRIQUE DE 0,1 M DE DIAMETRE).....	190
FIGURE 6-21 : DIFFERENCE D'ENERGIE DISSIPÉE ENTRE L'ENROBE DE REFERENCE GB5-SBS SANS CAOUTCHOUC (GB5-0-SBS) ET LES ENROBES GB5-SBS AVEC GRANULATS DE CAOUTCHOUC (GB5-2-SBS ET GB5-4-SBS), CALCULEE PAR SIMULATION NUMERIQUE A AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE DE 2,1 MPA (CE QUI CORRESPOND A APPLIQUER UNE CHARGE DE 65 kN SUR UNE SURFACE CYLINDRIQUE DE 0,1 M DE DIAMETRE).....	190
FIGURE 6-22 : DIFFERENCE D'ENERGIE DISSIPÉE ENTRE LES ENROBES GB5-3550 (GB5-0-3550, GB5-2-3550 ET GB5-4-3550) ET LES ENROBES GB5-SBS (GB5-0-SBS, GB5-2-SBS ET GB5-4-SBS), CALCULEE PAR SIMULATION NUMERIQUE A AMPLITUDE DE CONTRAINTE CONSTANTE DE 2,1 MPA (CE QUI CORRESPOND A APPLIQUER UNE CHARGE DE 65 kN SUR UNE SURFACE CYLINDRIQUE DE 0,1 M DE DIAMETRE) .....	191
FIGURE 7-1 : EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA DEFORMATION AXIALE DURANT LES ESSAIS DE TRACTION MENES A TROIS TEMPERATURES ET UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-4}/\text{MIN}$ SUR LES ENROBES GB5-SBS .....	199
FIGURE 7-2 : EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA DEFORMATION AXIALE DURANT LES ESSAIS DE TRACTION MENES A -15 °C ET A UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-4}/\text{MIN}$ SUR LES ENROBES GB5-SBS .....	200
FIGURE 7-3 : (A) MOYENNES DES PICS DE CONTRAINTE ET (B) MOYENNES DES VALEURS DE DEFORMATION AXIALE CORRESPONDANT AUX PICS DE CONTRAINTE, OBTENUS LORS DES ESSAIS DE TRACTION MENES A TROIS TEMPERATURES ET UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-4}/\text{MIN}$ SUR LES ENROBES GB5-SBS. LES BARRES D'ERREUR CORRESPONDENT AUX ECARTS-TYPES CALCULES PAR RAPPORT AUX MOYENNES OBTENUES.....	201
FIGURE 7-4 : EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA DEFORMATION AXIALE DURANT LES ESSAIS DE TRACTION MENES A TROIS TEMPERATURES ET UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-4}/\text{MIN}$ SUR LES ENROBES GB5-3550.....	202
FIGURE 7-5 : EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA DEFORMATION AXIALE DURANT LES ESSAIS DE TRACTION MENES A -15 °C ET A UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-4}/\text{MIN}$ SUR LES ENROBES GB5-3550 .....	203

FIGURE 7-6 : (A) MOYENNES DES PICS DE CONTRAINTE ET (B) MOYENNES DES VALEURS DE DEFORMATION AXIALE CORRESPONDANT AUX PICS DE CONTRAINTE, OBTENUS LORS DES ESSAIS DE TRACTION MENES A TROIS TEMPERATURES ET UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-4}$ /MIN SUR LES ENROBES GB5-3550. LES BARRES D'ERREUR CORRESPONDENT AUX ECARTS-TYPES CALCULES PAR RAPPORT AUX MOYENNES OBTENUES.....	204
FIGURE 7-7 : PHOTOGRAPHIES DES INTERFACES DE RUPTURE DE L'ÉPROUVETTE GB5-2-3550-1-1, TESTEE EN TRACTION DIRECTE A 5 °C ET POUR UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-2}$ %/MIN.....	205
FIGURE 7-8 : PHOTOGRAPHIES DES INTERFACES DE RUPTURE DE L'ÉPROUVETTE GB5-0-3550-1-12, TESTEE EN TRACTION DIRECTE A 5 °C ET POUR UNE VITESSE DE DEFORMATION DE $3,2 \times 10^{-2}$ %/MIN.....	206
FIGURE 7-9 : ÉVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DURANT LES ESSAIS TSRST MENES SUR LES ENROBES GB5-SBS (3 REPETITIONS PAR MATERIAU) .....	209
FIGURE 7-10 : RESULTATS DES ESSAIS TSRST MENES SUR LES ENROBES GB5-SBS (3 ÉPROUVETTES TESTEES PAR MATERIAU) : (A) LES CONTRAINTES A LA RUPTURE MOYENNES EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC, (B) LES TEMPERATURES A LA RUPTURE MOYENNES EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC ET (C) LES CONTRAINTES A LA RUPTURE MOYENNES EN FONCTION DES TEMPERATURES A LA RUPTURE MOYENNES. LES BARRES D'ERREURS CORRESPONDENT AUX ECARTS-TYPES. ....	210
FIGURE 7-11 : ÉVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE LORS DES ESSAIS TSRST MENES SUR LES ÉPROUVETTES DE GB5-3550, AVEC GRANULATS DE CAOUTCHOUC (2 REPETITIONS) ET SANS (3 REPETITIONS).....	211
FIGURE 7-12 : RESULTATS DES ESSAIS DE TSRST MENES SUR LES ENROBES GB5-3550 (2 ÉPROUVETTES PAR MATERIAU): (A) LES CONTRAINTES A LA RUPTURE MOYENNES EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC, (B) LES TEMPERATURES A LA RUPTURE MOYENNES EN FONCTION DE LA TENEUR EN CAOUTCHOUC ET (C) LES CONTRAINTES A LA RUPTURE MOYENNES EN FONCTION DES TEMPERATURES A LA RUPTURE MOYENNES. LES BARRES D'ERREURS CORRESPONDENT AUX ECARTS-TYPES .....	212
FIGURE 7-13 : PHOTOGRAPHIES DES SURFACES DE RUPTURE DE L'ÉPROUVETTE GB5-0-3550-2-6, TESTEE EN TSRST .....	214
FIGURE 7-14 : PHOTOGRAPHIES DES SURFACES DE RUPTURE DE L'ÉPROUVETTE GB5-2-3550-2-5, TESTEE EN TSRST (LES GRANULATS DE CAOUTCHOUC SONT MIS EN EVIDENCE PAR UN REMPLISSAGE EN ROUGE).....	215
FIGURE 7-15 : PHOTOGRAPHIES DES SURFACES DE RUPTURE DE L'ÉPROUVETTE GB5-4-3550-2-6, TESTEE EN TSRST (LES GRANULATS DE CAOUTCHOUC SONT MIS EN EVIDENCE PAR UN REMPLISSAGE EN ROUGE).....	215

# Liste des tableaux

TABLEAU 1-1 : EXEMPLE DE CLASSES DE BITUME .....	26
TABLEAU 1-2 : CLASSIFICATION DES GRANULATS SELON LEUR DIMENSION (DI BENEDETTO & CORTE, N.D.), (NF EN 13108-1 FEVRIER 2007 - MELANGES BITUMINEUX - SPECIFICATIONS DES MATERIAUX - PARTIE 1 : ENROBES BITUMINEUX, N.D.) .....	29
TABLEAU 1-3 : INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DU CAOUTCHOUC (LO PRESTI, 2013).....	58
TABLEAU 2-1 : DETAILS DES ESSAIS DE GONFLEMENT ET D'ABSORPTION REALISES A 20 °C.....	82
TABLEAU 2-2 : DETAILS DES ESSAIS DE GONFLEMENT ET D'ABSORPTION REALISES A 80 °C.....	82
TABLEAU 2-3 : DETAILS DES DIAMETRES MINIMAUX $D_{min}$ , DES DIAMETRES MAXIMAUX $D_{max}$ ET DES DIAMETRES MOYENS $D_{moy}$ DES FRACTIONS GRANULAIRES.....	89
TABLEAU 2-4 : DETAIL DES CONDITIONNEMENTS (EN TEMPERATURE ET DUREE) DES DIFFERENTS LOTS .....	98
TABLEAU 3-1 : CARACTERISTIQUES DES LIANTS UTILISES DANS LA FABRICATION DES ENROBES DE LA THESE .....	110
TABLEAU 3-2 : NATURE ET PROVENANCE DES GRANULATS MINERAUX UTILISES.....	110
TABLEAU 3-3 : COMPOSITION EN MASSE ET EN VOLUME DES ENROBES DE REFERENCE SANS CAOUTCHOUC .....	112
TABLEAU 3-4 : DENSITES DES DIFFERENTES COMPOSANTS ENTRANT DANS LA COMPOSITION DES ENROBES.....	113
TABLEAU 3-5 : COMPOSITION EN MASSE ET EN VOLUME DES ENROBES AVEC ET SANS CAOUTCHOUC.....	116
TABLEAU 3-6 : CARACTERISTIQUES VOLUMETRIQUES ET SURFACIQUES DES ENROBES TESTES .....	117
TABLEAU 3-7 : CARACTERISTIQUES CALCULEES DU LIANT MELANGE DE CHAQUE ENROBE DE LA THESE .....	117
TABLEAU 3-8 : TENEUR VOLUMIQUE EN LIANT TOTAL (BITUME D'APPORT ET AE) SELON LE COEFFICIENT D'ABSORPTION DU CAOUTCHOUC ET L'HYPOTHESE D'ABSORPTION CHOISI .....	120
TABLEAU 3-9 : NOMENCLATURE DES EPROUVETTES.....	125
TABLEAU 4-1 : RECAPITULATIF DES ESSAIS NORMALISES REALISES ET DES MATERIAUX TESTES (X = REALISES ; - = NON REALISES) ....	128
TABLEAU 4-2 : DONNEES OBTENUES DES ESSAIS DE SENSIBILITE A L'EAU ET COMPARAISON AVEC LES SPECIFICATIONS DES NORMES CONCERNANT LES EME ET LES GB (LES VALEURS DE %VIDES, Cd, Cw ET I/C SONT LES MOYENNES DES 4 EPROUVETTES TESTEES PAR LOT) .....	133
TABLEAU 4-3 : VALEURS MOYENNES DES MODULES MESURES A 10 °C ET 15 °C ET A LA FREQUENCE DE 10 HZ ET TENEURS EN VIDES MOYENNES POUR CHAQUE MATERIAU TESTE .....	137
TABLEAU 4-4 : RESULTAT DES ESSAIS DE FATIGUE NORMALISEE MENES SUR LES ENROBES GB5-0-SBS, GB5-2-SBS ET GB5-0-3550 ET COMPARAISON AVEC LES SPECIFICATIONS DES NORMES CONCERNANT LES EME ET LES GB.....	143
TABLEAU 4-5 : RECAPITULATIF DES RESULTATS OBTENUS VIS-A-VIS DE LA VALIDATION DES NIVEAUX DE FORMULATION ETABLIS PAR LA NORME FRANÇAISE.....	144
TABLEAU 5-1 : CORRESPONDANCE ENTRE LES ESSAIS REALISES ET LES PRESSES UTILISEES .....	147
TABLEAU 5-2 : NOMBRE DE CYCLE APPLIQUE POUR CHAQUE FREQUENCE AU COURS DES ESSAIS DE MODULE COMPLEXE .....	151
TABLEAU 5-3: INTERVALLE ENTRE CHAQUE POINT D'ACQUISITION POUR CHAQUE FREQUENCE DE SOLLECITATION APPLIQUEE AU COURS D'UN ESSAI DE MODULE COMPLEXE .....	154
TABLEAU 5-4 : RECAPITULATIF ESSAIS AVANCES REALISES ET MATERIAUX TESTES.....	162

TABLEAU 6-1 : RECAPITULATIFS DES EPROUVETTES D'ENROBES TESTEES, AVEC LEUR TENEUR EN VIDES CORRESPONDANTE ET LE RAPPORT DU VOLUME DE GRANULATS (MINERAUX ET CAOUTCHOUC) SUR LE VOLUME DE LIANT .....	165
TABLEAU 6-2 : CONSTANTES DU MODELE 2S2P1D ET PARAMETRES WLF A LA TEMPERATURE DE REFERENCE DE 15 °C.....	167
TABLEAU 6-3 : CONDITIONS EN TEMPERATURE, FREQUENCE ET AMPLITUDE DE DEFORMATION DES ESSAIS DE LINEARITE REALISES ..	179
TABLEAU 6-4 : CONSTANTES DU MODELE 2S2P1D ET PARAMETRES WLF A LA TEMPERATURE DE REFERENCE DE 15 °C.....	181
TABLEAU 7-1 : RECAPITULATIF DES EPROUVETTES D'ENROBES GB5-SBS TESTEES, AVEC LEUR TENEUR EN VIDES ET LA TEMPERATURE LORS DE L'ESSAI DE TRACTION DIRECTE.....	197
TABLEAU 7-2 : RECAPITULATIFS DES EPROUVETTES D'ENROBES GB5-3550 TESTEES, AVEC LEUR TENEUR EN VIDES ET LA TEMPERATURE LORS DE L'ESSAI DE TRACTION DIRECTE.....	198
TABLEAU 7-3 : RECAPITULATIFS DES EPROUVETTES D'ENROBES GB5-SBS TESTEES A L'ESSAI DE RETRAIT THERMIQUE EMPECHE (TSRST), AVEC LEUR TENEUR EN VIDES ET LES RESULTATS OBTENUS .....	207
TABLEAU 7-4 : RECAPITULATIFS DES EPROUVETTES D'ENROBES GB5-3550 TESTEES A L'ESSAI DE RETRAIT THERMIQUE EMPECHE (TSRST), AVEC LEUR TENEUR EN VIDES ET LES RESULTATS OBTENUS .....	208
TABLEAU 7-5 : PENTES D'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE LORS DE LA PHASE LINEAIRE ET TEMPERATURES DE TRANSITION DES ENROBES TESTES EN TSRST (VALEURS MOYENNES CALCULEES POUR LES 2 OU 3 ESSAIS REPETES POUR CHAQUE MATERIAU) .....	214

# Principaux symboles utilisés

## Interactions liant/caoutchouc

Symbole	Signification	Unité
$m$	Masse	kg
$v$	Volume	m <sup>3</sup>
$m_{Ad}(t)$	Masse d'huile adsorbée	kg
$v_{Ad}(t)$	Volume d'huile adsorbée	m <sup>3</sup>
$m_{Ab}(t)$	Masse d'huile absorbée	kg
$v_{Ab}(t)$	Volume d'huile absorbée	m <sup>3</sup>
$V_{pycnomètre}$	Volume du pycnomètre	m <sup>3</sup>
$d$	Densité	-
$\xi$	Taux de gonflement	%
$\alpha$	Taux d'absorption	%

## Essais normalisés

Symbole	Signification	Unité
$C_w$	Résistance à la compression moyenne du lot « humide »	kPa
$C_D$	Résistance à la compression moyenne du lot « sec ».	kPa
$b$	Pente de la régression linéaire de la courbe Wöhler	-
$P_i$	Profondeur d'ornièrè	m
$\varepsilon_6$	Déformation après 10 <sup>6</sup> cycles	m/m

## Viscoélasticité linéaire

Symbole	Signification	Unité
$\varepsilon_{ax}$	Déformation axiale	m/m
$\sigma_{ax}$	Contrainte axiale	MPa

$\varepsilon_{rad}$	Déformation radiale	m/m
$E^*$	Module complexe	MPa
$ E^* $	Norme du module complexe	MPa
$\varphi_{E^*}$	Angle de phase du module complexe	°
$\nu^*$	Coefficient de Poisson complexe	-
$ \nu^* $	Norme du coefficient de Poisson complexe	-
$\varphi_{\nu^*}$	Angle de phase du coefficient de Poisson complexe	°
$a_T$	Coefficient de translation	-
$k, h$	Constantes du modèle 2S2P1D - Exposants des éléments paraboliques	-
$\beta, \delta$	Constantes du modèle 2S2P1D	-
$\tau_E$	Temps caractéristique du module complexe	s
$\tau_\nu$	Temps caractéristique du coefficient de Poisson complexe	s
$E_{norm}^*$	Module complexe normalisé	-
$ E_{norm}^* $	Norme du module complexe normalisé	-
$\varphi_{E_{norm}^*}$	Angle de phase du module complexe normalisé	°
$\nu_{norm}^*$	Coefficient de Poisson complexe normalisé	-
$ \nu_{norm}^* $	Norme du coefficient de Poisson complexe normalisé	-
$\varphi_{\nu_{norm}^*}$	Angle de phase du coefficient de Poisson complexe normalisé	°
$E_{00}, E_0$	Modules asymptotiques statique et vitreux du modèle 2S2P1D	MPa
$\nu_{00}, \nu_0$	Coefficients de Poisson asymptotiques statique et vitreux du modèle 2S2P1D	-
$C_1, C_2$	Constantes de la loi WLF	-, °C
$f$	Fréquence de sollicitation sinusoïdale	Hz
$T$	Température	°C
$T_{ref}$	Température de référence	°C
$t$	Temps	s
$\eta$	Viscosité	Pa.s

$W$	Energie dissipée	J
-----	------------------	---

### **Grandes déformations et rupture**

$T_f$	Température à la rupture lors de l'essai TSRST	°C
$\sigma_f$	Contrainte à la rupture lors de l'essai TSRST	MPa



# Introduction générale

En France, plus de 50 millions de pneumatiques neufs sont mis en circulation chaque année. Une fois arrivés au terme de leur vie utile, ces déchets sont appelés Pneumatiques Usagés Non Réutilisables (PUNR). Ils représentent une quantité considérable d'environ 500 000 tonnes de déchets par an. Dans le cadre de réglementations gouvernementales interdisant notamment l'abandon en décharge et le brûlage intempestif des PUNR, l'apparition d'organismes destinés à la collecte des pneumatiques usagés et la multiplication d'études menées sur l'utilisation de produits recyclés en remplacement de matières premières non renouvelables a permis d'augmenter significativement la part de PUNR recyclés. De nos jours, environ un tiers des PUNR sont incinérés pour valorisation énergétique, en remplacement de combustibles fossiles tels que le fuel ou le charbon. Les deux tiers restant sont recyclés, en tant que matériaux pour les secteurs des travaux publics (mais très peu dans le domaine routier) ou broyés, les éléments constitutifs de ces broyats de pneus (caoutchouc, fibres métalliques et fibres textiles) pouvant par la suite être séparés et recyclés pour diverses applications.

Parallèlement, les questions environnementales suscitent de nombreuses recherches et études dans le domaine de la construction et particulièrement des infrastructures routières. Les problématiques de pollutions et d'épuisements des ressources non renouvelables sont dorénavant inévitables dans le développement de nouveaux enrobés, toujours plus performants certes mais qui se doivent surtout d'être moins impactant sur le plan environnemental. C'est dans cet axe de recherche que s'inscrit ce travail de thèse. Cette étude est réalisée en collaboration entre le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS, UMR CNRS 5513) de l'ENTPE et les entreprises Eiffage Infrastructures et Aliapur.

En remarquant que les déchets pneumatiques sont peu exploités dans le domaine des routes en France, une alternative à l'utilisation de matières premières dans la fabrication des chaussées pourrait être de recycler les granulats de caoutchouc issus des broyats de PUNR en les incorporant dans les enrobés bitumineux. Ce type d'enrobé n'est pas nouveau, les premières études portant sur le sujet datant des années 1960. Deux principales méthodes d'incorporation des granulats de caoutchouc dans les enrobés existent :

- La voie humide, consistant en une modification du liant bitumineux par des granulats de caoutchouc

- La voie sèche, consistant en une substitution d'une partie des granulats minéraux par des granulats de caoutchouc.

La voie sèche est beaucoup moins documentée que la voie humide, et ce pour deux principales raisons : des performances in situ parfois médiocres et un surcoût lié surtout à la nécessité dans certains cas de produire des tailles de granulats de caoutchouc spécifiques pouvant parfaitement s'insérer dans une courbe granulométrique. Cependant, la voie sèche reste une alternative prometteuse car elle est facile à mettre en œuvre, ne nécessite pas d'équipements spécifiques et permet une consommation accrue de caoutchouc par rapport à la voie humide. Tous ces éléments incitant à continuer les études scientifiques portant spécifiquement sur la voie sèche, les recherches dans le cadre de cette thèse se sont consacrées uniquement à l'étude de cette voie.

Un des objectifs de la thèse a été de mettre au point des formules d'enrobés bitumineux contenant du caoutchouc incorporé par voie sèche. Une étude de formulation poussée a ainsi été réalisée, afin d'étudier tous les aspects qui pourrait altérer le bon fonctionnement des enrobés, notamment les phénomènes de gonflement des granulats de caoutchouc et d'absorption des fractions légères du bitume, conséquences des interactions physico-chimiques ayant lieu entre le bitume et le caoutchouc. Du fait de la grande différence de densité entre les granulats minéraux et les granulats de caoutchouc, une partie de l'étude de formulation a porté sur la mise en place d'une approche volumétrique au lieu de l'approche massique classique.

Un second objectif a été la « vérification » de ces formulations par l'étude expérimentale de certaines propriétés. Des essais normalisés ont été réalisés afin d'étudier la possibilité de mise en œuvre de ces enrobés.

D'autres essais, non normalisés mais plus poussés en terme d'étude fondamentale, ont également été menés afin d'étudier l'influence de l'ajout de caoutchouc sur les propriétés thermomécaniques des enrobés bitumineux: les propriétés viscoélastiques linéaires tridimensionnelles des enrobés ont été déterminées, ainsi que la résistance à la traction à différentes températures et la résistance à la fissuration thermique. Un dernier objectif a été de vérifier que les modèles habituellement utilisés pour simuler les données expérimentales obtenues en petites déformations fonctionnent pour les enrobés bitumineux avec granulats de caoutchouc incorporés par voie sèche.

Ce manuscrit comporte sept chapitres en plus d'une introduction, d'une conclusion, de la liste des illustrations, d'un glossaire et d'une liste des références bibliographiques scientifiques et techniques.

Le chapitre 1 de ce manuscrit présente un état de l'art portant sur les matériaux bitumineux en général et sur les matériaux bitumineux avec granulats de caoutchouc issus des PUNR.

Le chapitre 2 présente les procédures et les résultats des essais de gonflement et absorption menés sur les granulats de caoutchouc dans le but d'étudier les interactions bitume/caoutchouc.

Le chapitre 3 présente les matériaux fabriqués et testés au cours de cette thèse. Sont détaillés dans ce chapitre les caractéristiques des matériaux utilisés, les étapes de formulation des enrobés avec caoutchouc et de production des éprouvettes testées. Des éprouvettes cylindriques de caoutchouc Butadiène Rubber (BR) ont également été fabriquées.

Le chapitre 4 présente les procédures et les résultats d'essais normalisés réalisés au laboratoire centrale d'Eiffage Infrastructures (Corbas) sur les enrobés bitumineux.

Le chapitre 5 présente les dispositifs expérimentaux et les procédures des essais réalisés à l'ENTPE sur les enrobés bitumineux et sur les éprouvettes de BR.

Le chapitre 6 présente l'étude expérimentale réalisée dans le domaine des petites déformations, les résultats obtenus, l'analyse menée et la modélisation du comportement des matériaux. Les propriétés viscoélastiques linéaires des enrobés avec et sans caoutchouc ont été déterminées par des essais en compression/traction, dont le protocole expérimental est explicité dans le chapitre précédent. Tous les résultats expérimentaux obtenus des essais de traction/compression ont été modélisés par un modèle rhéologique analogique : le modèle 2S2P1D. L'énergie dissipée par cycle de chargement sinusoïdale a également été déterminée au cours des essais de module complexe, pour tous les enrobés. Les propriétés viscoélastiques obtenues ont permis de déterminer l'énergie dissipée dans une structure simplifiée de chaussée via un calcul par la méthode des éléments finis réalisé dans le domaine fréquentiel avec le logiciel Comsol®.

Le Chapitre 7 présente l'étude expérimentale réalisée dans le domaine des grandes déformations. Deux types d'essais destructifs ont été menés sur les enrobés: des essais de traction directe et des essais de retrait thermique empêché. Les résultats expérimentaux obtenus ont permis d'évaluer l'influence de l'ajout de caoutchouc sur la résistance à la traction et la résistance à la fissuration thermique.



# **1. Etude bibliographique**

Ce chapitre constitue un état de l'art réalisé grâce à l'étude de nombreux travaux portant sur les enrobés bitumineux. Une première partie s'intéresse aux enrobés bitumineux en général, et présente la composition et le rôle de chaque composant d'un enrobé, les sollicitations sur les couches de chaussées et les principaux domaines de comportement des matériaux bitumineux. Une section détaille en particulier la viscoélasticité linéaire et la modélisation de ce comportement. Dans un second temps, l'étude se porte sur les enrobés avec granulats de caoutchouc issus des PUNR. Les différentes méthodes d'incorporation sont présentées ainsi que les propriétés des enrobés contenant des granulats de caoutchouc incorporés par voie sèche.

## **1.1 Généralités sur les enrobés bitumineux**

Les enrobés bitumineux sont des matériaux composés des granulats minéraux mélangés à un liant bitumineux et d'éventuels additifs, le tout chauffé à températures élevés le plus souvent. Chaque composant a un rôle primordial sur le comportement thermomécanique de l'enrobé et est incorporé dans un but précis, dans des proportions étudiées.

Dans la suite de cette section, la composition des enrobés bitumineux est étudiée et les méthodes de formulation des enrobés sont présentées.

### **1.1.1 Le liant : origine, fabrication, composition et rôle dans les enrobés**

#### *1.1.1.1 Origine et rôle des liants bitumineux :*

Le liant bitumineux est un produit aux propriétés complexes, tant par ses propriétés mécaniques que par sa composition chimique. Il confère à l'enrobé bitumineux ses propriétés de cohésion, d'étanchéité, d'adhérence, et de variations de rigidité face aux changements de températures et de vitesses de chargement. Il constitue environ 4 à 7% de la masse totale d'un enrobé et est principalement produit en raffinerie par distillation fractionnée du pétrole brut (et plus particulièrement des fractions lourdes du pétrole) (Di Benedetto & Corté, 2005).

#### *1.1.1.2 Fabrication des liants bitumineux :*

La distillation fractionnée consiste en la séparation des différents composants d'un mélange. Pour cela, le mélange est chauffé à des température successives afin de différencier les produits ayant des températures d'ébullition différentes. Concernant la distillation du pétrole, celle-ci est réalisées en deux étapes : Une première distillation, en condition atmosphérique à des

températures comprises entre 300 et 370 °C, permet de séparer les fractions lourdes des fractions plus légères (butane, propane, essences, gaz de raffinerie ...). La seconde étape consiste en une deuxième distillation des fractions lourdes, réalisée sous vide et à des températures comprises entre 350 et 425 °C. Elle permet d'obtenir du bitume mais également des lubrifiants et du fuel (Di Benedetto & Corté, 2005).

#### *1.1.1.3 Composition des liants bitumineux :*

Le bitume, ainsi obtenu, a une composition chimique très complexe. Il s'agit d'un mélange hydrocarboné, constitué principalement d'atomes d'hydrogène et d'atomes de carbone formant de très nombreux polymères hydrocarbonés de natures différentes dont il est difficile voire impossible de déterminer la totalité.

Pour simplifier, il est courant de distinguer deux grands types de polymères :

- Les asphaltènes (5 à 20% du bitume)
- Les maltènes, constitués des huiles saturées (5-20% du bitume), des huiles aromatiques (40-65% du bitume) et des résines (13-25% du bitume)

Composés principalement d'atome de carbone et d'hydrogène en grande partie, d'azote, de soufre et d'oxygène en proportions plus faibles, les asphaltènes ont la forme de solides amorphes, de couleur foncée (bruns ou noirs). Mélangés aux maltènes, ils forment vraisemblablement un système dit colloïdale. Par définition, une substance colloïdale ou colloïde est un mélange qui contient des particules en suspension. Dans le cas du bitume, les résines peptisent les asphaltènes, c'est-à-dire qu'elles les dispersent en agglomérats appelés micelles, baignant dans une phase constituée par les huiles aromatiques et les huiles saturées. Le rôle du solvant est assuré par les huiles aromatiques tandis que les huiles saturées ont un rôle de flocculant et vont emprisonner les asphaltène agglomérés, formant ainsi de volumineux flocons (Airey, 1999, 2017; Di Benedetto & Corté, 2005).

Selon les proportions en maltènes présentes dans le bitume, sa structure sera différente (Olard, 2003):

- Si la proportion en huile saturées et résines est suffisantes, les agglomérats d'asphaltènes seront bien dilués dans le milieu par les résines et stabilisés par les saturés, et ne pourront donc pas interagir. On parle alors d'une structure de type sol présentant des caractéristiques de fluide visqueux Newtonien ;

- Si la proportion en huiles saturées et résines est insuffisante, le système sera faiblement structuré et on parle alors de structure de type gel, présentant des caractéristiques de fluide non Newtonien.

#### 1.1.1.4 Classification des liants bitumineux :

En France, les bitumes sont identifiés et classés par catégorie selon les résultats obtenus d'essais empiriques dits « classiques ». Trois essais sont présentés : L'essai de pénétrabilité, l'essai de température de fragilité Fraass et l'essai de ramollissement Bille-Anneau.

Normalisé par la NF EN 1426 de janvier 2018 (AFNOR, 2019), l'essai de pénétrabilité permet de classer les bitumes selon leur consistance, via un dispositif appelé pénétromètre. Une aiguille de 100 g est placée à la surface d'un bitume et s'y enfonce pendant 5 s. La profondeur d'enfoncement est ensuite mesurée en dmm. L'essai peut être réalisé à plusieurs températures mais il est courant d'utiliser la pénétration à 25 °C pour classer les bitumes. Plus le bitume est « dur », moins la profondeur d'enfoncement sera grande et donc sa pénétrabilité faible. Au contraire, plus le bitume est « mou », plus la profondeur d'enfoncement sera grande et donc sa pénétrabilité élevée. Le Tableau 1-1 présente les différentes classes de bitume.

Tableau 1-1 : Exemple de classes de bitume

Grades	Correspondance
10/20 et 35/50	Bitumes durs
50/70 et 70/100	Bitumes semi-durs
180/220	Bitumes mous

Normalisé par la NF EN 12593 d'août 2015 (AFNOR, 2015), l'essai de température de fragilité Fraass permet de classer les bitumes selon leur résistance à basse température. Une couche de bitume de 50 mm est étalée sur une plaque flexible en acier d'acier de dimension 41×20 mm et subit des flexions répétées avec abaissement de la température de 1 °C/min. Dès l'apparition de la première fissure, la température est relevée et appelée point de fragilité Fraass.

Normalisé par la NF EN 1427 de janvier 2018 (AFNOR, 2018), l'essai de ramollissement Bille-Anneau permet de classer les bitumes selon leur ramollissement. Une bille en acier est placée sur un anneau de bitume à 5 °C. Par une augmentation progressive de la température de 5 °C/min, l'anneau de bitume va lentement se déformer jusqu'à atteindre un repère, attestant d'un

certain niveau de ramollissement. La température est alors relevée et appelée point de ramollissement Bille-Anneau.

#### *1.1.1.5 Catégories de liants bitumineux :*

En fonction de conditions d'usage, le bitume peut être utilisé pur ou bien subir des modifications par ajout d'additifs, avec pour objectifs de modifier certaines de ses propriétés. Ainsi, il est possible de définir des catégories de bitumes (Di Benedetto & Corté, 2005):

- Les bitumes purs, naturels, spéciaux (non normalisés) ou modifiés
- Les bitumes industriels ou oxydés
- Les bitumes fluidifiés ou fluxés
- Les émulsions de bitume

La suite de cette section détaille certaines catégories de bitume.

#### *1.1.1.6 Les bitumes modifiés par ajout de polymères :*

La modification des bitumes par ajout de polymère est un procédé courant. Deux grandes familles de polymères sont à considérer : les plastomères et les élastomères. Il existe une multitude de raisons d'utiliser des polymères en modificateurs de bitume et autant de procédés possibles (variations des teneurs, des types de polymères...) et de résultats différents. L'influence de l'ajout de polymère sur le comportement thermomécanique des bitumes peut rudimentairement se résumer à :

- Une augmentation du point de ramollissement Bille-Anneau, une sensibilité à la température diminuée, une augmentation de la résistance à la traction pour les bitumes modifiés par ajout d'élastomères
- Une augmentation de la consistance à hautes températures et une sensibilité à la température diminuée pour les bitumes modifiés par ajout de plastomères

L'élastomère et le plastomère les plus couramment utilisés sont respectivement le Styrène-Butadiène-Styrène (SBS) et l'Éthylène Acétate de Vinyle (EVA). De manière générale, la teneur en polymère est comprise entre 3 à 7% (en masse de bitume) mais celle-ci peut augmenter jusqu'à 10-15% avec le SBS (pour des cas particuliers d'étanchéité) et même 30% avec le Polypropylène Atactique (PPA). Un point intéressant à noter pour la suite est que le caoutchouc naturel ou synthétique peut être utilisé comme modifiant élastomère du bitume.

#### *1.1.1.7 Les bitumes industriels ou oxydés :*

Ces bitumes sont obtenus par des procédés de soufflage, qui consistent en une injection d'air au sein d'une base bitumineuse fluide à températures comprises entre 250 °C et 300 °C. Ils ont pour caractéristiques particulières un point de ramollissement Bille-Anneau particulièrement élevé (100 °C à 115 °C), une pénétrabilité faible (inférieure à 10 dmm) et une très forte teneur en asphaltène (en moyenne 20%).

#### *1.1.1.8 Les bitumes fluidifiés ou fluxés :*

Le principe est d'abaisser la viscosité des bitumes grâce à un solvant (bitume fluidifié) ou à l'aide d'une huile de fluxage (bitume fluxé). Les bitumes fluidifiés doivent être utilisés à des températures inférieures à 100 °C (donc pour des fabrications à tiède ou à froid), du fait de l'extrême volatilité des solvants utilisés (coupe pétrolière fluide du type kérosène), néfastes pour la santé et l'environnement. Quant aux bitumes fluxés, ils sont généralement plus visqueux et s'appliquent par pulvérisation à des températures plus élevées (140 °C et plus).

#### *1.1.1.9 Les émulsions de bitume :*

Par définition, une émulsion est un milieu hétérogène composé de deux substances liquides non miscibles : l'une des substances est sous forme de globules dispersées dans l'autre substance constituant la phase continue. En reprenant le cas du bitume, une émulsion de bitume peut constituer une dispersion du bitume dans une substance liquide hydrophile, soit une dispersion d'une substance liquide hydrophile dans le bitume. Pour que l'émulsion puisse se faire, il est nécessaire d'ajouter un agent émulsifiant qui peut être alcalin (l'émulsion sera dite anionique) ou acide (l'émulsion sera dite cationique). Ce procédé permet de diminuer grandement la viscosité d'un bitume pur ou modifié et permet donc des fabrications tièdes ou à froid.

### **1.1.2 Les granulats : origine, production et rôle dans les enrobés**

#### *1.1.2.1 Origines et production des granulats :*

Les granulats constituent près de 95% de la masse d'un enrobé bitumineux, soit 80 à 85% du volume total de l'enrobé. Ils représentent donc le composant majoritaire des enrobés bitumineux. Par granulats, il est entendu l'ensemble des fragments de roche broyés ou concassés composant les enrobés, c'est-à-dire les graviers, les sables et les fines. Ils sont donc de tailles très variables et constituent le squelette granulaire. Ils peuvent provenir de gisements ou être extrait de roches en carrière. Selon leur origine, les granulats n'auront pas les mêmes caractéristiques géométriques et pétrographiques (Di Benedetto & Corté, 2005).

### 1.1.2.2 Granulométrie :

Les granulats sont classés en fonction de leurs dimensions extrêmes :

- Leur dimension maximale est notée  $D$ ,
- Et leur dimension minimale est notée  $d$ .

Ainsi, il est possible de définir des classes de granulats  $d/D$ . Si  $d$  est inférieur ou égal à 0,5 mm, la classe associée aux granulats est notée  $0/D$ . Les quatre principales classes granulaires existantes sont reportées dans le Tableau 1-2 suivant (AFNOR, 2007):

Tableau 1-2 : Classification des granulats selon leur dimension (Di Benedetto & Corté, 2005), (AFNOR, 2007)

Désignation	Types de composants	Classe correspondante	Dimensions correspondantes en mm
Fines	Filler ou fines	$0/D$	$D \leq 0.063$ ; $D \leq 0.08$ ; $D \leq 0.090$
Granulats	Sables	$0/D$	0/2 ; 0/4
	Gravillons	$d/D$	2/4 ; 4/8 ; 6/8, 8/11 ; 11/16 ; 16/22
	Pierres concassées, ballast	$d/D$	$D > 22$

A partir des différentes proportions en granulats d'un enrobé, il est possible de construire des courbes granulométriques. Pour cela, les quantités (masses ou volumes) en granulats sont déterminées à l'aide de tamis. La courbe granulométrique représente en abscisse les diamètres des tamis utilisés et en ordonnée la quantité de granulats retenus (ou passant) en pourcentage cumulé de l'échantillon.

Les courbes granulométriques peuvent être de deux natures : continue si l'ensemble des fractions minérales sont présentes ou discontinue si une fraction minérale est peu ou pas présente par rapport aux autres (Figure 1-1).

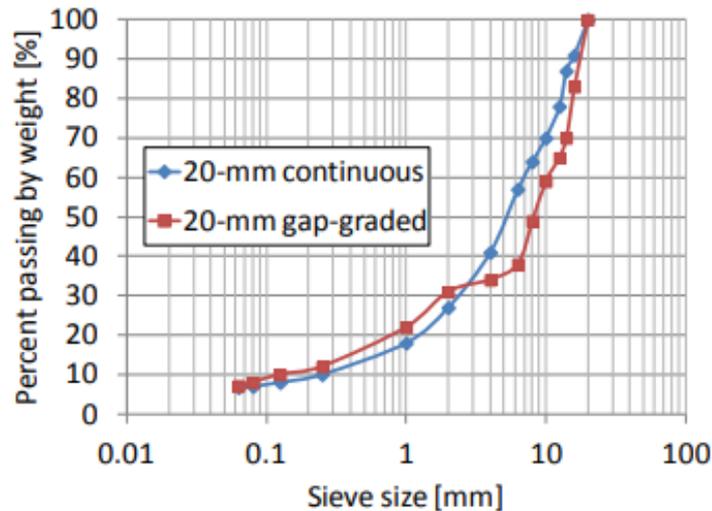


Figure 1-1 : Exemples de courbes continues et discontinues (Olard, 2012)

### 1.1.2.3 Rôles et propriétés des granulats :

Comme énoncé précédemment, les granulats forment le squelette granulaire de l'enrobé. Ils apportent résistance mécanique et élasticité, en permettant notamment une bonne répartition des charges dans tous l'enrobé. Les squelettes granulaires sont en général optimisés afin d'obtenir une teneur en vide optimal et ainsi de bonnes performances thermomécaniques.

Par assurer la pérennité d'un ouvrage d'infrastructure routière, un enrobé bitumineux doit satisfaire des propriétés thermomécaniques adaptées à une couche de chaussée. Ces propriétés vont bien entendu dépendre, entre autre, de la nature et des caractéristiques des granulats minéraux choisis. Ainsi donc, le choix de la nature des granulats minéraux et de la granulométrie va dépendre essentiellement :

- Du type d'enrobé choisi,
- Du type de couche de revêtement (fondation, roulement...),
- Du trafic,
- Du type de sollicitations,
- Du climat.

Leurs granulats doivent donc satisfaire certaines propriétés afin d'assurer la pérennité des enrobés (Di Benedetto & Corté, 2005):

- Angularité,
- Résistance aux chocs,

- Résistance au gel/dégel,
- Résistance à l'abrasion,
- Compatibilité avec le liant

#### 1.1.2.4 Fines ou filler :

Lorsqu'il est question du choix des granulats et de leur classe granulométrique, une attention particulière est à porter aux fines. Selon la norme EN 13043:2003, le terme de « fines » ou « filler » correspond aux granulats minéraux les plus fins, dont la taille est inférieure ou égale à 63 µm (AFNOR, 2007). Il est d'usage de distinguer, parmi les fines, celles qui sont naturellement présentes dans le sable (fines naturelles) et celles qui sont ajoutées en complément (fines d'apport).

De par leur importante surface spécifique, les fines absorbent le liant bitumineux pour ainsi former le mastic. Le mastic est donc le réel liant dans l'enrobé, enrobant l'intégralité du squelette granulaire et apportant cohésion et stabilité au mélange. Cette stabilisation est notamment due au haut pouvoir rigidifiant du filler (Di Benedetto & Corté, 2005).

### 1.1.3 Formulation des enrobés

Pour pouvoir supporter les conditions de trafic et climatiques imposées aux couches de chaussées, l'enrobé doit être finement formulé. Les propriétés thermomécaniques d'un enrobé lui sont conférées par :

- La nature des granulats
- La granulométrie
- La nature du liant
- La teneur en vides
- La teneur en liant

La teneur minimale en liant d'un enrobé peut être calculée en première approximation en considérant la surface spécifique totale des granulats (Delorme et al., 2007; Duriez, 1962). Pour cela, les granulats sont assimilés à des sphères. La formule suivante (Equation 1-1) permet donc d'obtenir une approximation de la surface spécifique conventionnelle, une surface massique qui correspond à la surface effective de granulats qui sera en contact avec le bitume :

$$100\Sigma = 0.25G + 2.35S + 12s + 150f \quad 1-1$$

Où  $G$  est le pourcentage en masse de gros gravillons ( $\varnothing > 6,3$  mm),  $S$  est le pourcentage en masse de gros sable ( $\varnothing 0,250-6,3$  mm),  $s$  est le pourcentage en masse de sable fin ( $\varnothing 0,063-0,250$  mm) et  $f$  est le pourcentage en masse de filler ( $\varnothing < 0,063$  mm).

A partir de la surface spécifique conventionnelle approximée  $\Sigma$ , la teneur en liant minimale estimée à ajouter au mélange est obtenue par la formule empirique suivante (Equation 1-2) :

$$P = \alpha K(\Sigma)^{1/5} \quad 1-2$$

Où  $P$  est la teneur en liant (% massique),  $\alpha$  est le facteur fonction du type de granulats ( $2,65/\text{masse volumique réelle des granulats}$ ),  $\Sigma$  est la surface spécifique approximée des granulats ( $\text{m}^2/\text{kg}$ ) et  $K$  est le module de richesse.  $K$  varie généralement entre 2,75 (enrobés donnant le maximum de résistance aux déformations) et 3,5 (enrobés les plus souples).

En France, la validation de la formulation nécessite la réalisation d'une série successive d'essais menés par niveaux appelée « épreuve de formulation » (Delorme et al., 2007). La Figure 1-2 représente les quatre niveaux existant, avec pour chacun un certain nombre d'essais normatifs à réaliser :

- Niveau 1 (niveau minimum) : Essai Duriez (tenue à l'eau) et PCG (compactibilité)
- Niveau 2 : Duriez et PCG + Orniérage (déformations irréversibles)
- Niveau 3 : Duriez et PCG + Orniérage + module de rigidité
- Niveau 4 : Duriez et PCG + Orniérage + module de rigidité + essai de fatigue

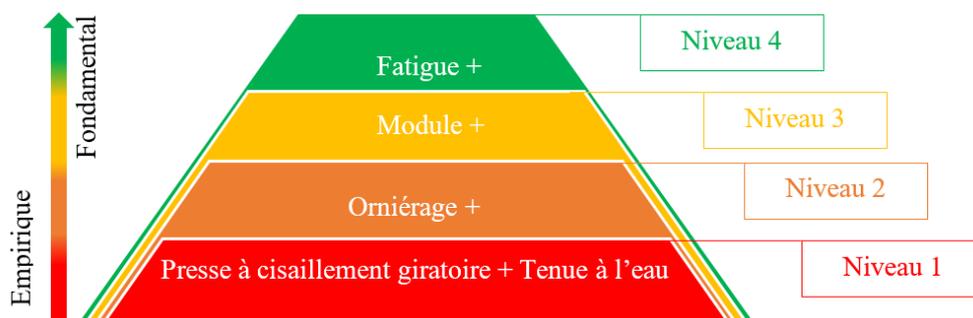


Figure 1-2 : Représentation des quatre niveaux d'essais de formulation en laboratoire

Si l'enrobé obtient des performances validées par les normes des essais, il peut être mis en place directement ou être l'objet d'études plus poussées. Sinon, la formulation est revue jusqu'à obtenir une formule permettant l'atteinte des objectifs de performance.

## 1.2 Sollicitations sur les couches de chaussées en enrobés bitumineux

### 1.2.1 Structure d'une chaussée en enrobé bitumineux

La chaussée est organisée en un certain nombre de couches d'enrobés bitumineux superposées (Figure 1-3). Les interfaces à la jonction entre les couches peuvent être parfaitement collées, parfaitement glissantes ou semi-glissantes. Parmi les différentes couches se distinguent :

- La couche de surface comportant la couche de roulement et la couche de liaison
- L'assise de chaussée ou couche d'assise, avec la couche de base et la couche de fondation

Le rôle de l'assise de chaussée est d'apporter l'essentiel de la rigidité de la structure. Elle permet également de protéger du gel le sol et assure la répartition des charges dans toute la couche. La couche de surface permet le confort et la sécurité des usagers. Cette couche permet également de faire obstacle à l'infiltration des eaux et sels de déverglaçage au sein de la chaussée. (Corté & Di Benedetto, 2004)

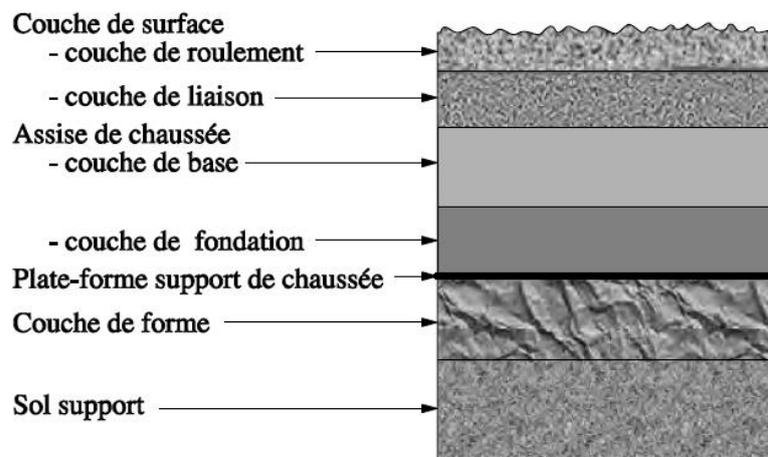


Figure 1-3 : Représentation schématique des superposition de couches formant une chaussée (Corté & Di Benedetto, 2004)

### 1.2.2 Effet du trafic sur la chaussée

La chaussée subit de nombreuses sollicitations répétées et cycliques, dues à l'exploitation routière (Figure 1-4). Cela se traduit principalement par des phénomènes de flexions et écrasements, d'amplitudes faibles.

Des contraintes en traction apparaissent à la base des couches, provoquées par le passage des essieux de véhicules, et entraînent l'apparition de microfissures. C'est l'accumulation des

micro-dégradations qui a terme peut mener à la ruine de la chaussée, par apparition et propagation de fissures. Ce phénomène est appelé fatigue.

Les chaussées ne subissent pas seulement des contraintes en traction, mais également en compression, entraînant ainsi l'apparition de déformations permanentes à la surface de celles-ci. Ces déformations irréversibles peuvent dégénérer en ornière. Ce phénomène s'appelle l'orniérage (Corté & Di Benedetto, 2004).

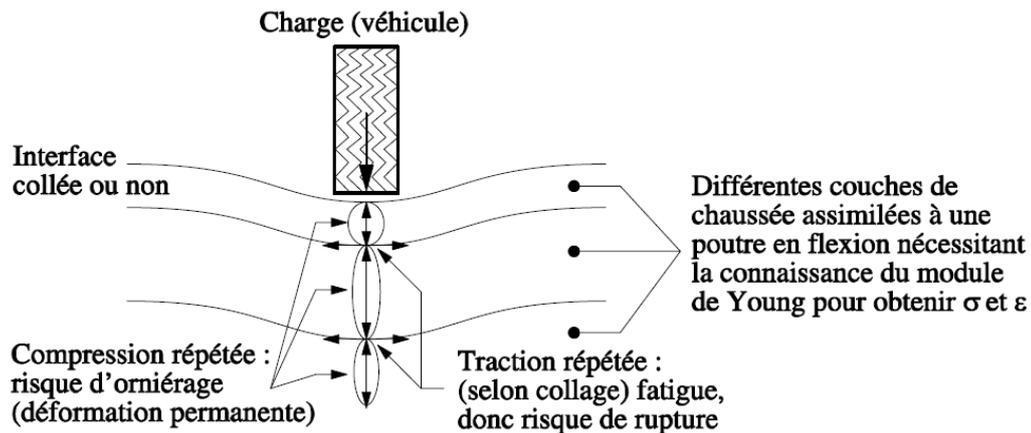


Figure 1-4 : Représentation des sollicitations dues au trafic routier subis par les couches de chaussée (Corté & Di Benedetto, 2004)

Les déformations subies par les couches de chaussées étant faibles (ordre de grandeur :  $10^{-4}$  m/m), il est courant de modéliser la structure des couches de chaussées par le modèle Elastique Linéaire Isotrope (ELI) multicouche de Burmister (Burmister, 126 C.E.) selon la méthode de dimensionnement proposée en 1994 par le LCPC et le SETRA (SETRA, 1994). Bien que ce modèle soit encore utilisé, il n'est pas suffisant pour pouvoir entièrement caractériser le comportement thermomécanique d'une chaussée, car il ne prend pas en compte de nombreux phénomènes intrinsèques au comportement thermomécanique complexe du bitume. En effet, le bitume a un comportement rhéologique qui dépend de la température (on parle de matériau thermosensible), et de la vitesse de sollicitation (comportement visqueux). De plus, le modèle ELI multicouche de Burmister ne tient pas compte des phénomènes de non-linéarité, encore mal compris, et des phénomènes non réversibles, qui peuvent apparaître.

### 1.2.3 Effet de la température sur la chaussée

En plus de subir les effets du trafic, les couches de chaussées sont directement affectées par les phénomènes climatiques, et notamment les variations de température (Figure 1-5). Comme

énoncé précédemment, les matériaux bitumineux sont des matériaux dits thermosensibles, dû à la présence de liant bitumineux. Leurs propriétés mécaniques vont donc évoluer selon la température. Deux principaux phénomènes sont à souligner :

Premièrement, les changements de température vont directement affecter la rigidité du matériau. En effet, plus un bitume est froid, plus il est rigide. Au contraire, plus un bitume est chaud, moins il est rigide. De la même manière, le module de rigidité de l'enrobé sera directement impacté par la température, ce qui conditionne grandement les performances de celui-ci. Selon les différents paramètres de formulation, un facteur de 1000 peut être observé entre les valeurs extrêmes de module (quelques dizaines de MPa jusqu'à quelques dizaines de GPa).

Dans un second temps, des variations drastiques de températures provoquent des phénomènes thermiques de contraction/dilatation cycliques au sein du matériau. Il faut savoir que, de par la géométrie de la structure, les déformations longitudinales sont empêchées, ce qui induit donc des contraintes en traction par retrait thermique empêché, pouvant être à l'origine de fissures et de la ruine du matériau. (Corté & Di Benedetto, 2004)

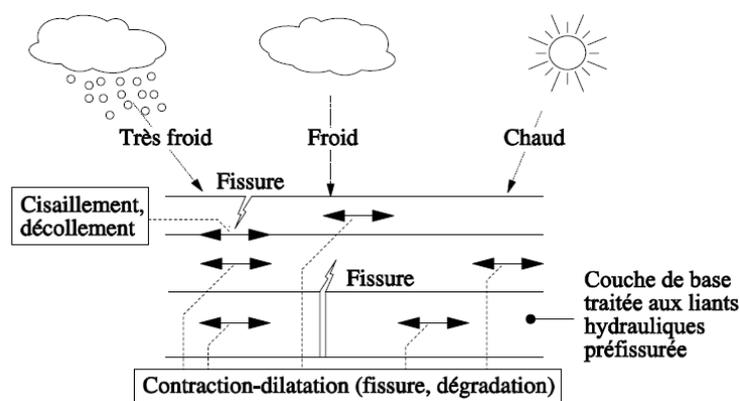


Figure 1-5 : Représentation des phénomènes induits par les conditions climatiques sur les couches de chaussée (Corté & Di Benedetto, 2004)

Le choix du type d'enrobé bitumineux, et surtout du bitume, est donc grandement conditionné par les conditions climatiques auxquelles sera soumis la chaussée. Pour des chaussées soumises à des températures plutôt basses, il sera judicieux de choisir un bitume qui pourra résister aux phénomènes de fissuration thermique. Un bitume moins rigide, avec une pénétrabilité haute, serait donc à privilégier. Pour des chaussées soumises à des températures élevées, le choix pourrait se porter sur un bitume plus résistant aux phénomènes d'orniérage, avec donc un module élevé. Dans des cas de conditions climatiques avec de grands écarts de température, la

modification des bitumes par des polymères élastomères ou plastomères pour leur permettre de résister face à des variations de température importantes semble être une solution avantageuse.

### 1.3 Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux

Les enrobés, sous l'action couplée des sollicitations précédemment présentées, vont adopter différents comportements rhéologiques. La suite de cette section présente les principaux domaines de comportement des enrobés et détaillent en particulier le comportement viscoélastique linéaire.

#### 1.3.1 Domaines de comportement des enrobés bitumineux

Le comportement thermomécanique des enrobés varie selon les amplitudes et le nombre de cycles de déformations imposées. Le diagramme suivant, proposé par Di Benedetto (1990), et représenté sur la Figure 1-6, détaille quatre domaines de comportement distincts :

- Pour des amplitudes de déformation faibles (ordre de grandeur :  $10^{-4}$  m/m), et un nombre faible de cycles de chargement (quelques centaines), le comportement de l'enrobé est en première approximation Viscoélastique Linéaire (VEL).
- Pour des déformations d'amplitude similaire mais avec un très grand nombre de cycle de chargement imposé (plusieurs milliers), le matériau s'endommage par fatigue.
- Pour de fortes amplitudes de déformation (ordre de grandeur :  $10^{-2}$  m/m) des phénomènes de non linéarité peuvent être observés.
- Enfin, l'accumulation de déformations de fortes amplitudes, proches de la limite de rupture et provoquées par des cycles de chargement de type déviatorique appliqué à partir de contrainte nulle, entraîne des dommages irréversibles. Il s'agit du phénomène d'orniérage.

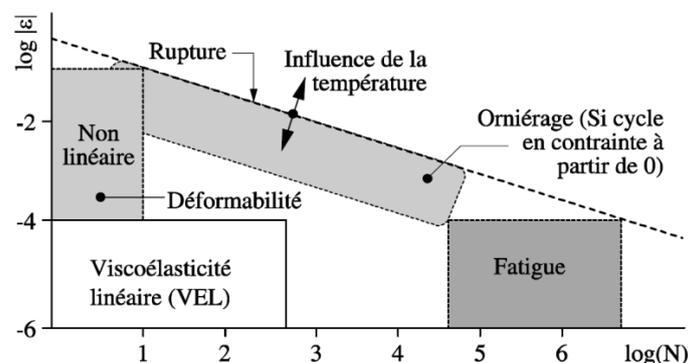


Figure 1-6 : Représentation des quatre domaines de comportement des enrobés bitumineux (Di Benedetto, 1990)

Les limites entre ces différents domaines de comportement ne sont pas toujours nettement identifiables et dépendent entre autre de la température, du matériau, du type de sollicitations et des conditions d'évaluations en laboratoire et in-situ.

Par la suite, le comportement viscoélastique linéaire des matériaux bitumineux est détaillé.

### 1.3.2 Définition et modélisation du comportement viscoélastique linéaire

#### 1.3.2.1 Définition d'un corps viscoélastique linéaire :

On parle de viscoélasticité pour un matériau dont le comportement rhéologique possède une composante élastique (réversible et instantanée) et une composante visqueuse (dont les réponses aux sollicitations dépendent des vitesses de sollicitations). Dans le cas des enrobés bitumineux, la composante élastique est principalement due à la présence des granulats (mais aussi à la composante élastique du bitume) et la composante visqueuse essentiellement due à la présence du liant bitumineux.

Le caractère viscoélastique peut être mis en évidence facilement en réalisant un essai d'effacement, représenté sur la Figure 1-7 (Salençon, 2009). Celui-ci consiste à imposer à un matériau non vieillissant (i.e. dont les propriétés n'évoluent pas avec le temps) un créneau en déformation, entre les temps  $t_0$  et  $t_1$ . La composante élastique du comportement engendrera un saut de contrainte quasi immédiat à  $t_0$ . Durant le temps de chargement en déformation constant, entre  $t_0$  et  $t_1$ , la contrainte va diminuer progressivement car le matériau va relaxer. Dans le cas de matériaux viscoélastiques, lorsque la déformation imposée est ramenée à une valeur nulle à  $t_1$ , la contrainte subit également un saut élastique et revient progressivement à une valeur nulle. On parle d'effacement des contraintes, caractéristique des propriétés viscoélastique du matériau.

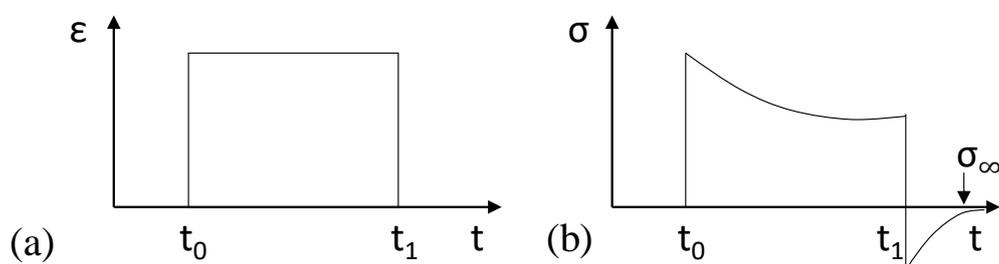


Figure 1-7 : Représentation de l'essai d'effacement. (a) Créneau de déformation et (b) Résultante en contrainte

La linéarité du comportement peut se définir selon le principe de Boltzmann. Soient  $\varepsilon_1$  (respectivement  $\varepsilon_2$ ) une sollicitation élémentaire en déformation et  $\sigma_1$  (respectivement  $\sigma_2$ ) sa réponse élémentaire en contrainte. Un matériau est dit avoir un comportement linéaire si une combinaison linéaire de ces sollicitations élémentaires  $\alpha\varepsilon_1 + \beta\varepsilon_2$  a pour réponse une combinaison linéaire des réponses aux sollicitations élémentaires  $\alpha\sigma_1 + \beta\sigma_2$ .

### 1.3.2.2 Fonction de fluage :

Un matériau viscoélastique linéaire soumis à une sollicitation en amplitude de contrainte constante  $\sigma_0$  à partir d'un temps  $t_0$  aura une déformation résultante qui croît dans le temps. Ce phénomène est appelé fluage. La contrainte imposée peut s'exprimer comme suivant (Equation 1-3), avec  $H(t)$  la fonction de Heaviside :

$$\sigma(t) = \sigma_0 H(t - t_0), \quad 1-3$$

$$\text{avec } H(t - t_0) = 0 \text{ pour } t < t_0 \text{ et } H(t - t_0) = 1 \text{ pour } t \geq t_0$$

La déformation peut donc s'écrire comme présenté dans l'Equation 1-4 :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 f(t, t_0) \quad 1-4$$

Avec  $f(t, t_0)$  la fonction de fluage du matériau, reliant la déformation et la contrainte imposée.

Si la contrainte imposée n'est pas constante, il est possible d'exprimer la déformation comme suivant (Equation 1-5), en utilisant la notion d'incrément.

$$d\varepsilon(t) = d\sigma(\tau) f(\tau, t) \quad 1-5$$

Si le matériau est viscoélastique linéaire et non vieillissant, la déformation peut s'écrire comme un produit de convolution (Equation 1-6) :

$$\varepsilon(t) = \int_0^t f(t - \tau) d\sigma(\tau) \quad 1-6$$

Ou encore dans l'Equation 1-7:

$$\varepsilon = f \otimes \sigma, \text{ où } \otimes \text{ est appelé produit de Stieltjes} \quad 1-7$$

Cette relation liant la déformation et la contrainte est très utile car elle permet d'obtenir la réponse d'un matériau sous contrainte seulement en connaissant sa fonction de fluage.

Pour une contrainte imposée non constante, il est toujours possible de l'écrire de la manière suivante (Equation 1-8):

$$\sigma(t) = \sigma_1(t) + \sigma_0(t)H(t) \quad 1-8$$

Cette expression permet d'écrire la déformation s'il est possible de dériver  $\sigma(t)$  (ce qui est le cas, sauf en 0) (Equation 1-9) :

$$\varepsilon(t) = \int_0^t f(t-\tau)\dot{\sigma}(\tau)d\tau + \sigma_0(t)f(t) \quad 1-9$$

### 1.3.2.3 Fonction de relaxation :

Un matériau viscoélastique linéaire soumis à une sollicitation en amplitude de déformation constante  $\varepsilon_0$  à partir d'un temps  $t_0$  aura une contrainte résultante qui diminue dans le temps. Ce phénomène est appelé relaxation. La déformation imposée peut s'exprimer comme suivant, avec  $H(t)$ , la fonction de Heaviside (Equation 1-10) :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 H(t - t_0) \quad 1-10$$

$$\text{avec } H(t - t_0) = 0 \text{ pour } t < t_0 \text{ et } H(t - t_0) = 1 \text{ pour } t > t_0$$

La contrainte peut donc s'écrire (Equation 1-11) :

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 r(t, t_0) \quad 1-11$$

Avec  $r(t, t_0)$  la fonction de relaxation du matériau, reliant la déformation et la contrainte imposée.

Si la déformation imposée n'est pas constante, il est possible d'exprimer la contrainte comme suivant, en utilisant la notion d'incrément (Equation 1-12).

$$d\sigma(t) = d\varepsilon(\tau)r(\tau, t) \quad 1-12$$

Si le matériau est viscoélastique linéaire et non vieillissant, la contrainte peut s'écrire comme un produit de convolution (Equation 1-13):

$$\sigma(t) = \int_0^t r(t-\tau)d\varepsilon(\tau) \quad 1-13$$

Ou encore dans l'équation 1-14:

$$\sigma = r \otimes \varepsilon, \text{ où } \otimes \text{ est appelé produit de Stieljis} \quad 1-14$$

Cette relation permet cette fois d'obtenir la réponse d'un matériau sous déformation seulement en connaissant sa fonction de relaxation.

Pour une déformation imposée non constante, il est toujours possible de l'écrire de la manière suivante (Equation 1-15) :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_1(t) + \varepsilon_0(t)H(t) \quad 1-15$$

Cette expression permet d'écrire la déformation s'il est possible de dériver  $\varepsilon(t)$  (ce qui est le cas, sauf en 0) (Equation 1-16):

$$\sigma(t) = \int_0^t r(t-\tau)\dot{\varepsilon}(\tau)d\tau + \varepsilon_0(t)r(t) \quad 1-16$$

#### 1.3.2.4 Relation entre fonction de fluage et fonction de relaxation :

A partir des Equations 1-9 et 1-16 il est possible d'obtenir une relation liant les fonction de fluage et de relaxation :

$$1 = f \otimes r = \frac{d}{dt} \left[ \int_0^t f(t-\tau)r(\tau)d\tau \right] \quad 1-17$$

#### 1.3.2.5 Transformé de Laplace-Carson :

La transformée de Laplace–Carson permet de passer du domaine temporel au domaine fréquentiel et donc simplifier les relations liant les déformations et les contraintes (Mandel, 1955) (Equation 1-18).

$$f^*(p) = p \int_0^{+\infty} f(t)e^{-pt} dt \quad 1-18$$

Avec  $t$  positif et  $p$  un nombre complexe.

Ainsi, l'équation 1-17 peut s'écrire :

$$f^* \cdot r^* = 1 \quad 1-19$$

#### 1.3.2.6 Détermination du module complexe :

Pour une contrainte sinusoïdale axiale  $\sigma(t)$  appliquée à un matériau viscoélastique linéaire non vieillissant, la réponse en déformation axiale  $\varepsilon_1(t)$  (représentée sur la Figure 1-8) obtenue sera sinusoïdale (Equations 1-20 et 1-21) :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t) \quad 1-20$$

$$\varepsilon_{ax}(t) = \varepsilon_{0ax} \sin(\omega t - \varphi_E) \quad 1-21$$

Avec  $\sigma_0$  l'amplitude de contrainte,  $\varepsilon_0$  l'amplitude de déformation,  $\omega$  la pulsation liée à la fréquence  $f$  par  $\omega = 2\pi f$ ,  $\varphi$  l'angle de phase lié au déphasage, c'est-à-dire le retard, entre la contrainte (signal d'entrée) et la déformation (signal de sortie).

En exprimant  $\sigma(t)$  et  $\varepsilon_1(t)$  sous forme complexe, les Equations 1-22 et 1-23 sont obtenues :

$$\sigma^*(t) = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad 1-22$$

$$\varepsilon_{ax}^*(t) = \varepsilon_{0ax} e^{i\omega t - \varphi_E} \quad 1-23$$

Le module complexe est défini par le rapport entre la contrainte complexe  $\sigma^*(t)$  et la déformation axiale complexe  $\varepsilon_1^*(t)$  (Equation 1-24) :

$$E^*(t) = \frac{\sigma^*(t)}{\varepsilon_{ax}^*(t)} = \frac{\sigma_0 e^{i\omega t}}{\varepsilon_{0ax} e^{i(\omega t - \varphi_E)}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_{0ax}} e^{i\varphi_E} = |E^*| e^{i\varphi_E} \quad 1-24$$

Avec  $|E^*|$  la norme du module complexe (le module de rigidité) et  $\varphi_E$  l'angle de phase du module complexe.

Le module complexe  $E^*$  peut s'exprimer en fonction de sa partie réelle  $E_1$  (appelée module d'élasticité dynamique) et sa partie imaginaire  $E_2$  (appelée module de perte) (Equation 1-25) :

$$|E^*| = E_1 + iE_2 \quad 1-25$$

### 1.3.2.7 Détermination du coefficient de Poisson complexe :

Le coefficient de Poisson complexe représenté sur la Figure 1-8, est défini par le rapport entre la déformation axiale complexe  $\varepsilon_1^*(t)$  et la déformation radiale complexe  $\varepsilon_2^*(t)$  (Equation 1-26):

$$\nu^* = -\frac{\varepsilon_2^*(t)}{\varepsilon_1^*(t)} = \frac{\varepsilon_{02} e^{i(\omega t - \varphi_E + \varphi_\nu)}}{\varepsilon_{01} e^{i(\omega t - \varphi_E)}} = |\nu^*| e^{i\varphi_\nu} \quad 1-26$$

Avec  $|\nu^*|$  la norme du coefficient de Poisson complexe et  $\varphi_\nu$  l'angle de phase du coefficient de Poisson complexe.

Le coefficient de Poisson complexe  $\nu^*$  peut s'exprimer en fonction de sa partie réelle  $\nu_1$  et sa partie imaginaire  $\nu_2$  (Equation 1-27) :

$$|\nu^*| = \nu_1 + i\nu_2 \quad 1-27$$

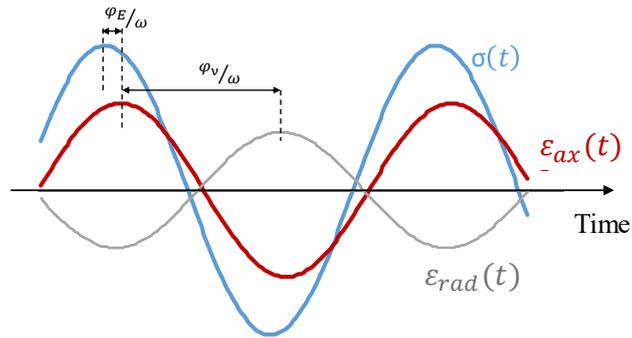


Figure 1-8 : Représentations des déformations et contraintes sinusoïdales appliquées sur un matériau viscoélastique linéaire lors d'un essai de module complexe en compression/traction

### 1.3.2.8 Le principe d'Équivalence Temps-Température (PETT) :

Le module complexe varie en fonction de la fréquence de sollicitation du matériau et de la température. En représentant le module complexe dans le plan de Cole-Cole (partie réelle de  $E^*$  en fonction de sa partie imaginaire) ou dans l'espace de Black ( $\varphi$  en fonction de  $|E^*|$ ) des courbes uniques sont obtenues, indépendamment de la température ou de la fréquence. De plus, le module complexe présente des valeurs identiques pour plusieurs couples de température et de fréquence (Equation 1-28).

$$E^*(\omega_1, T_1) = E^*(\omega_2, T_2), \text{ avec } (\omega_1, T_1) \neq (\omega_2, T_2) \quad 1-28$$

Les matériaux présentant ces caractéristiques sont dits thermorhéologiquement simple (Corté & Di Benedetto, 2004) et suivent le principe d'équivalence temps-température (Schwarzl & Staverman, 1952).

Des exemples de courbes uniques tracées dans le plan de Cole-Cole et l'espace de Black sont disponibles Figure 1-9.

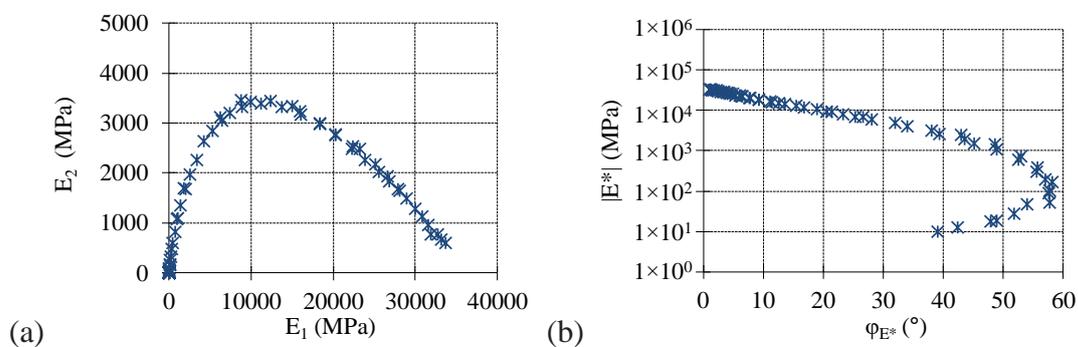


Figure 1-9 : Module complexe de deux enrobés bitumineux obtenus de l'essai réalisé sur l'enrobé GB5-0-3550-1-4 (a) dans le plan de Cole-Cole (b) dans l'espace de Black

Dès lors que le principe d'équivalence temps-température est montré valide, des courbes maitresses uniques, pour les normes et les angles de phase, peuvent être tracées à une température souhaitée. Pour cela, toutes les isothermes sont translatées par rapport à une isotherme de référence pour obtenir une seule et unique courbe à une température de référence  $T_{ref}$ . Les translations se font par application de facteurs de translation  $a_T$  à toutes les isothermes autre que l'isotherme de référence (Equation 1-29) :

$$a_T = \frac{f(T)}{f(T_{ref})} \text{ avec nécessairement } a_{T_{ref}} = 1 \quad 1-29$$

Tracer des courbes maitresses (Figure 1-10) permet notamment d'atteindre des valeurs expérimentales de module et d'angle de phase à des fréquences inaccessibles en laboratoire.

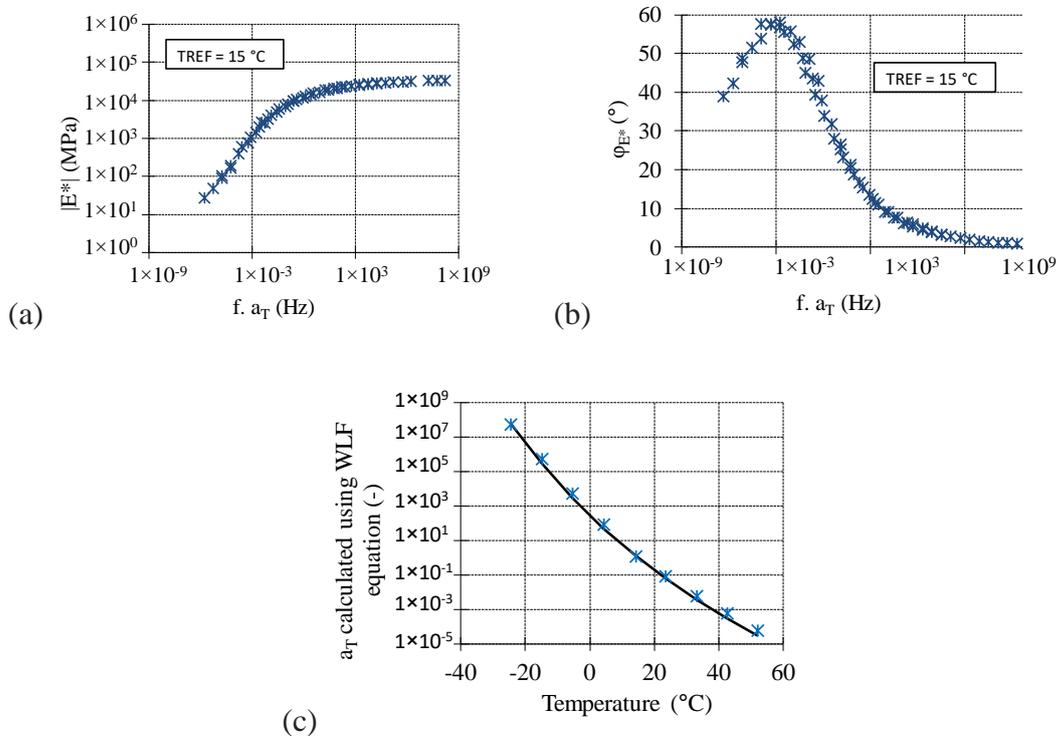


Figure 1-10 : (a) Courbes maitresses du  $|E^*|$  (a) et de  $\phi_E$  (b) tracées à  $T_{ref} = 15^\circ C$  en utilisant les facteurs de translation reportés en (c) pour l'enrobé GB5-0-3550-1-4

Afin de représenter l'évolution des facteurs de translation, William, Landel et Ferry proposent l'Equation 1-30 , appelée équation WLF (Williams et al., 1955):

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_{ref})}{-C_2 + T - T_{ref}} \quad 1-30$$

Où  $C_1$  et  $C_2$  sont des constantes qui varient selon  $T_{ref}$ .

Sur la Figure 11 (c), l'évolution des facteurs de translation est modélisée par l'équation WLF, montrant ainsi un parfait ajustement de la courbe WLF (Nguyen et al., 2013).

Des études ont montré que les mêmes facteurs de translation peuvent être utilisés pour créer les courbes maitresses du module complexe et du coefficient de Poisson complexe (Nguyen et al., 2013) (Equation 1-31) :

$$a_T(T) = \frac{\tau(T)}{\tau(T_{REF})} = \frac{\tau_v(T)}{\tau_v(T_{REF})} \quad 1-31$$

### 1.3.2.9 Energie dissipée

En raison de leur comportement viscoélastique linéaire, les matériaux bitumineux dissipent de l'énergie lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations cycliques (Equation 1-32). La Figure 1-11 présente la courbe obtenue dans les axes contrainte-déformation (appelée hystérésis) pendant un cycle de chargement sinusoïdal. L'aire à l'intérieur de l'ellipse correspond à l'énergie dissipée  $W_{cycle}$  pendant un cycle par unité de volume. La pente de l'axe principal de l'ellipse correspond à la norme du module complexe et le sinus de l'angle de phase du module complexe est proportionnelle à l'aire de l'ellipse.

$$W_{cycle} = \int_{cycle} \sigma d\varepsilon = \sin(\varphi_{E^*}) \pi \varepsilon_0 \sigma_0 \quad 1-32$$

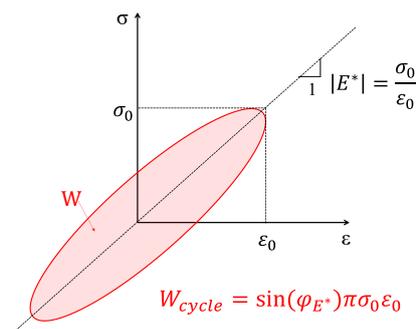


Figure 1-11 : Energie dissipée pour un cycle de chargement imposé à un matériau viscoélastique linéaire

### 1.3.2.10 Modélisation du comportement VEL :

Il est possible de modéliser analogiquement le comportement viscoélastique linéaire des matériaux bitumineux par des associations d'éléments simples, principalement des ressorts et des amortisseurs.

Le comportement élastique, décrivant le comportement d'un solide Hookéen, est modélisé par un ou plusieurs ressorts (Figure 1-12), régie par la loi de Hooke présentée dans l'Equation 1-33:

$$\sigma = E\varepsilon \quad 1-33$$

Avec  $E$  le module d'Young du matériau élastique.



Figure 1-12 : Représentation d'un ressort

Le comportement visqueux, décrivant le comportement des fluides Newtoniens parfaits, est modélisé par un ou plusieurs amortisseurs linéaires (Figure 1-13), selon la loi présentée dans l'Equation 1-34 :

$$\dot{\varepsilon} = \eta \times \sigma \quad 1-34$$

Avec  $\eta$  la viscosité du matériau visqueux.

Les fluides Newtoniens ont leur contrainte de cisaillement qui augmente linéairement avec la vitesse de déformation.

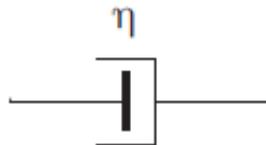


Figure 1-13 : Représentation d'un amortisseur linéaire

A partir de ces éléments analogiques élémentaires permettant de décrire le comportement élastique et le comportement visqueux, des combinaisons différentes sont possibles pour décrire le comportement viscoélastique linéaires des enrobés bitumineux, par des associations en parallèle ou en série d'un nombre fini ou infini d'amortisseurs et de ressorts.

*Modèles à spectre discret :*

- Le modèle de Kelvin-Voigt

Par un assemblage en parallèle d'un amortisseur (viscosité  $\eta$ ) et d'un ressort (rigidité  $E$ ), le modèle de Kelvin-Voigt est obtenu et représenté sur la Figure 1-14 :

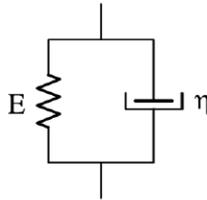


Figure 1-14 : Représentation du modèle de Kelvin-Voigt

La loi de comportement est obtenue comme suivant (Equation 1-35) :

$$\begin{cases} \sigma_r + \sigma_a = \sigma \\ \sigma_r = E\varepsilon \\ \sigma_a = \frac{\eta}{\tau} \varepsilon \end{cases} \rightarrow \sigma = E\varepsilon + \eta\dot{\varepsilon} \quad 1-35$$

La fonction de fluage s'écrit comme suivant (Equation 1-36) :

$$f(t) = \frac{1}{E} \left( 1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right) \quad 1-36$$

Avec le temps caractéristique  $\tau = \frac{\eta}{E}$ .

La fonction de relaxation s'écrit (Equation 1-37) :

$$r(t) = E + \eta\delta \quad 1-37$$

Avec  $\delta$  la fonction de Dirac.

- Le modèle de Maxwell :

Par un assemblage en série d'un amortisseur (viscosité  $\eta$ ) et d'un ressort (rigidité  $E$ ), le modèle de Maxwell est obtenu et représenté sur la Figure 1-15 ('IV. On the Dynamical Theory of Gases', 1867):

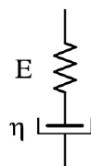


Figure 1-15 : Représentation du modèle de Maxwell

La loi de comportement est obtenue comme suivant dans l'Equation :

$$\begin{cases} \varepsilon_r + \varepsilon_a = \varepsilon \\ \varepsilon_r = \frac{\sigma}{E} \\ \dot{\varepsilon}_A = \frac{\sigma}{\eta} \end{cases} \rightarrow \dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} + \frac{\sigma}{\eta} \quad 1-38$$

La fonction de fluage s'écrit (Equation 1-39) :

$$f(t) = \frac{1}{E} \left( 1 + \frac{t}{\tau} \right) \quad 1-39$$

Avec le temps caractéristique  $\tau = \frac{\eta}{E}$ .

La fonction de relaxation s'écrit (Equation 1-40) :

$$r(t) = E e^{-\frac{t}{\tau}} \quad 1-40$$

D'autres associations plus complexes peuvent être construites par association d'un certains nombres finis de ces deux modèles simples.

Les plus connus sont les modèles de Maxwell généralisé et de Kelvin-Voigt généralisé. Ils sont dits à spectre discret car constitués d'un nombre fini d'éléments. Si ce nombre est suffisamment grand, le comportement viscoélastique linéaire des matériaux bitumineux peut être correctement décrit.

- Le modèle de Maxwell généralisé :

Par un assemblage en parallèle de n modèle de Maxwell, le modèle de Maxwell généralisé est obtenu et représenté dans la Figure 1-16.

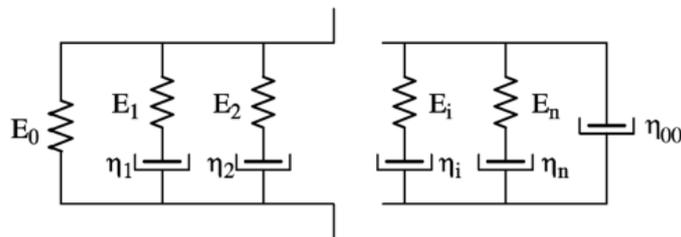


Figure 1-16 : Modèle de Maxwell généralisé avec n éléments finis

La fonction de relaxation s'écrit (Equation 1-41) :

$$r(t) = E_0 + \eta_{00}\delta(t) + \sum_{i=1}^n E_i \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) \quad 1-41$$

avec  $\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$ .

Pour ce modèle, il n'y a pas d'expression de la fonction de fluage.

Le module complexe est obtenu dans l'Equation 1-42 :

$$E^* = E_0 + j\omega\eta_{00} + \sum_{i=1}^n E_i \frac{j\omega\tau_i}{1 + j\omega\tau_i} \quad 1-42$$

- Modèle de Kelvin-Voigt généralisé

Par un assemblage en série de n modèle de Kelvin-Voigt, le modèle de Kelvin-Voigt généralisé est obtenu et représenté dans la Figure 1-17.

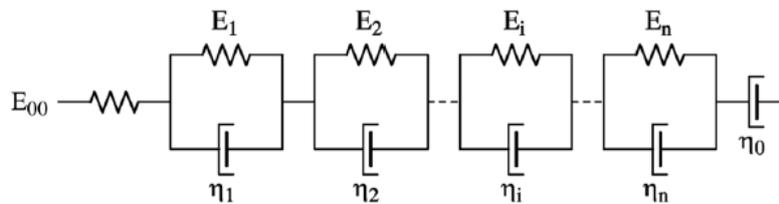


Figure 1-17 : Modèle de Kelvin-Voigt généralisé avec n éléments finis

La fonction de fluage s'écrit (Equation 1-43) :

$$f(t) = \frac{1}{E_{00}} + \sum_{i=1}^n \frac{1}{E_i} \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right)\right) \quad 1-43$$

Pour ce modèle, il n'y a pas d'expression de la fonction de relaxation.

Le module complexe est obtenu dans l'Equation 1-44 :

$$E^* = \left( \frac{1}{E_{00}} + \frac{1}{j\omega\eta_{00}} + \sum_{i=1}^n \frac{1}{E_i + j\omega\eta_i} \right)^{-1} \quad 1-44$$

*Modèles à spectre continu*

Pour des modèles ayant un nombre d'éléments infinis, on parle de spectre continu. L'augmentation de ce nombre tend à améliorer la modélisation, bien que cela engendre nécessairement une plus grande complexité dans les calculs.

Par la suite, trois modèles à spectre continu sont présentés. Ces modèles sont composés d'un assemblage de ressorts, d'amortisseurs et d'éléments paraboliques. La particularité de ces modèles réside dans le fait que bien qu'ils soient composés d'un nombre fini d'éléments, ils sont à spectre continu. Ils possèdent également tous un élément parabolique dont la fonction de fluage est de la forme (Equation 1-45) :

$$f(t) = a \left[ \frac{t}{\tau} \right]^b \quad 1-45$$

- Le modèle de Huet

Représenté sur la Figure 1-18, le modèle de Huet (1963) est constitué d'un ressort (rigidité  $E_0$ ) et de deux éléments paraboliques associés en série (Huet, 1963):

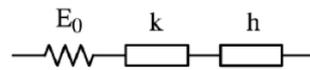


Figure 1-18 : Représentation du modèle de Huet

La fonction de fluage s'écrit (Equation 1-46) :

$$f(t) = \frac{1}{E_0} \left( 1 + \delta \frac{\left( \frac{t}{\tau} \right)^k}{\Gamma(1+k)} + \frac{\left( \frac{t}{\tau} \right)^h}{\Gamma(1+h)} \right) \quad 1-46$$

Avec  $\Gamma$  la fonction d'Euler définie par  $\Gamma(k) = \int_0^\infty t^{k-1} e^{-t} dt$ , pour  $k$  un entier naturel positif.

Le module complexe est obtenu dans l'Equation :

$$E^* = \frac{E_0}{1 + \delta (j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h}} \quad 1-47$$

Le modèle analogique de Huet n'est pas suffisant pour pouvoir correctement modéliser le comportement viscoélastique linéaire des enrobés bitumineux. En effet, pour des fréquences basses ou des températures élevées, le module complexe va tendre vers une valeur nulle, ce qui est incohérent par rapport aux valeurs expérimentales obtenues. En effet, le module tend plutôt vers un module résiduel dû à la présence des granulats et appelé module statique,

- Le modèle de Huet-Sayegh

Représenté sur la Figure 1-19, le modèle de Huet-Sayegh reprend le modèle de Huet en lui associant en parallèle un ressort de faible rigidité  $E_{00}$  (Sayegh, 1965).

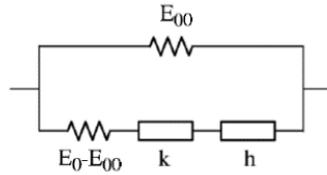


Figure 1-19 : Modèle analogique de Huet-Sayegh

Ce modèle n'a pas de fonction de fluage. Son module complexe s'écrit (Equation 1-48) :

$$E^* = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h}} \quad 1-48$$

Tout comme pour le modèle de Huet, le module tend vers  $E_0$  à fréquences élevées (températures basses). Par contre, à basses fréquences (températures hautes), le module tend vers  $E_{00}$  et non une valeur nulle, ce qui semble être plus représentatif du comportement des enrobés.

- Le modèle analogique 2 Springs 2 Parabolic elements 1 Dashpot (2S2P1D)

Le modèle de Huet-Sayegh est très utilisé pour décrire le comportement VEL des enrobés. Cependant, il reste inadapté à très basse fréquence, car ne permet pas de modéliser le caractère de fluide Newtonien du bitume sur ces gammes de fréquences.

Aussi, le modèle est corrigé par Olard et Di Benedetto (2003) par l'introduction d'un amortisseur linéaire, ajouté en série avec le ressort et les éléments paraboliques (Figure 1-20) (Di Benedetto et al., 2007, 2013; Olard & Di Benedetto, 2003).

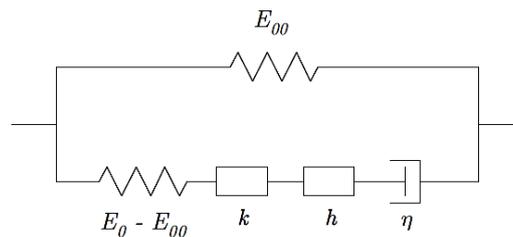


Figure 1-20 : Représentation du modèle analogique « 2S2P1D »

Ce modèle n'a pas non plus d'expression de la fonction de fluage. Le module complexe s'écrit (Equation 1-49) :

$$E^* = E_{00} + \frac{E_0 - E_{00}}{1 + \delta(i\omega\tau_E)^{-k} + (i\omega\tau_E)^{-h} + (i\beta\omega\tau_E)^{-1}} \quad 1-49$$

La partie réelle du module complexe  $E^*$  s'écrit (Equations 1-50 -1-53) :

$$Re(E^*) = E_{00} + \frac{E'_1}{DEN} \quad 1-50$$

Avec :

$$DEN = \left( \frac{E'_1}{E_0 - E_{00}} \right)^2 + \left( \frac{E'_2}{E_0 - E_{00}} \right)^2 \quad 1-51$$

$$E'_1 = (E_0 - E_{00}) \left[ 1 + \delta(2\pi f \tau_E)^{-k} \cos\left(\frac{k\pi}{2}\right) + (2\pi f \tau_E)^{-h} \cos\left(\frac{k\pi}{2}\right) \right] \quad 1-52$$

$$E'_2 = (E_0 - E_{00}) \left[ \delta(2\pi f \tau_E)^{-k} \sin\left(\frac{k\pi}{2}\right) + (2\pi f \tau_E)^{-h} \sin\left(\frac{k\pi}{2}\right) + (2\pi f \tau_E \beta)^{-1} \right] \quad 1-53$$

La partie imaginaire du module complexe  $E^*$  s'écrit (Equation 1-54) :

$$Im(E^*) = \frac{E'_2}{DEN} \quad 1-54$$

Pour une température donnée, sept constantes  $E_{00}$ ,  $E_0$ ,  $\delta$ ,  $k$ ,  $h$ ,  $\tau_E$  et  $\beta$  sont nécessaires pour décrire le comportement viscoélastique linéaire unidimensionnel des enrobés, avec  $\beta$ , une constante sans dimension donné par (Equation 1-55) :

$$\eta = (E_0 - E_{00})\beta\tau_E \quad 1-55$$

Il est possible d'étendre ce modèle dans le cas tridimensionnel, en y ajoutant trois constantes :  $\tau_\nu$  (temps caractéristique associé au coefficient de Poisson,  $\nu_{00}$  (coefficient de Poisson statique) et  $\nu_0$  (coefficient de Poisson vitreux) (Di Benedetto et al., 2007). Le coefficient de Poisson complexe s'écrit alors (Equation 1-56):

$$\nu^* = \nu_{00} + (\nu_0 - \nu_{00}) \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} \quad 1-56$$

Ainsi, toujours pour une température donnée, dix paramètres sont nécessaires pour décrire le comportement viscoélastique linéaire tridimensionnel des enrobés. La partie réelle du coefficient de Poisson complexe  $\nu^*$  s'écrit (Equation 1-57-1-60) :

$$\nu_1 = \nu_{00} + \frac{\nu'_1}{DEN} \quad 1-57$$

Avec :

$$DEN = \left( \frac{\nu'_1}{\nu_0 - \nu_{00}} \right)^2 + \left( \frac{\nu'_2}{\nu_0 - \nu_{00}} \right)^2 \quad 1-58$$

$$\nu'_1 = (\nu_0 - \nu_{00}) \left[ 1 + \delta \left( 2\pi f \frac{\tau_E}{\gamma_{E\nu}} \right)^{-k} \cos\left(\frac{k\pi}{2}\right) + \left( 2\pi f \frac{\tau_E}{\gamma_{E\nu}} \right)^{-h} \cos\left(\frac{k\pi}{2}\right) \right] \quad 1-59$$

$$\nu'_2 = (\nu_0 - \nu_{00}) \left[ \delta \left( 2\pi f \frac{\tau_E}{\gamma_{E\nu}} \right)^{-k} \sin\left(\frac{k\pi}{2}\right) + \left( 2\pi f \frac{\tau_E}{\gamma_{E\nu}} \right)^{-h} \sin\left(\frac{k\pi}{2}\right) + \left( 2\pi f \frac{\tau_E}{\gamma_{E\nu}} \beta \right)^{-1} \right] \quad 1-60$$

La partie imaginaire du coefficient de Poisson complexe  $\nu^*$  s'écrit (Equation 1-61) :

$$\nu_2 = \frac{\nu'_2}{DEN} \quad 1-61$$

Les seuls paramètres dépendant de la température sont  $\tau_E$  et  $\tau_\nu$ . En introduisant donc les constantes  $C_1$  et  $C_2$  de l'équation WLF, il est possible de traduire la sensibilité à la température (Equation 1-62) :

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_{ref})}{-C_2 + T - T_{ref}} \text{ avec } a_T = \frac{\tau_E}{\tau_{ref}} \quad 1-62$$

Où  $\tau_{ref}$  le temps caractéristique associé à la température de référence  $T_{ref}$ .

Finalement, douze paramètres sont nécessaires pour décrire le comportement viscoélastique linéaire tridimensionnel des enrobés bitumineux pour toutes températures  $T$ .

La Figure 1-21 montre l'influence des paramètres  $E_{00}$ ,  $E_0$ ,  $\delta$ ,  $k$ ,  $h$  et  $\tau_E$  sur l'allure de la courbe du module complexe modélisée dans le plan de Cole-Cole :

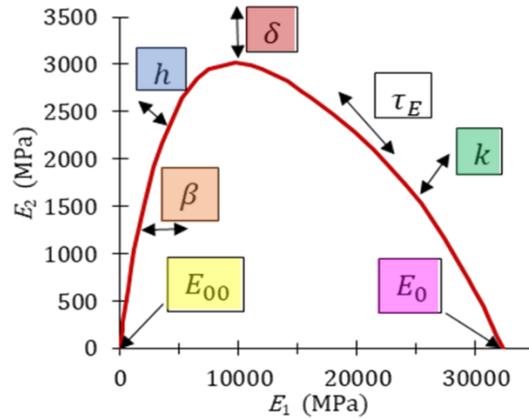


Figure 1-21: Influence des paramètres 2S2P1D sur l'allure de la courbe du module complexe modélisé dans le plan de Cole-Cole

Des études précédentes ont montré que certains paramètres ( $\delta$ ,  $k$ ,  $h$ ,  $\tau_v$  et  $\tau_E$ ) ne dépendant que du liant (Di Benedetto et al., 2004a; Mangiafico, 2014; Mangiafico et al., 2016, 2017; Olard & Di Benedetto, 2003).

Il a également été montré qu'en traçant les valeurs normalisées du module complexe (ou du coefficient de Poisson complexe) reportées dans les Equations 1-63 et 1-64, les courbes obtenues se superposent parfaitement avec les courbes normalisées du module complexe (ou du coefficient de Poisson complexe) du bitume utilisé (Mangiafico et al., 2016).

$$E_{norm}^* (\omega, T) = \frac{E^* - E_{00}}{E_0 - E_{00}} = |E_{norm}^*| \cdot e^{i\varphi_{E_{norm}^*}} \quad 1-63$$

$$v_{norm}^* (\omega, T) = \frac{v^* - v_{00}}{v_0 - v_{00}} = |v_{norm}^*| \cdot e^{i\varphi_{v_{norm}^*}} \quad 1-64$$

#### 1.4 Utilisation des granulats de caoutchouc issus de Pneumatiques Usagés Non Réutilisables (PUNR) dans les enrobés bitumineux

Maintenant que les principales caractéristiques des enrobés bitumineux, utiles à cette étude, ont été présentées, la suite de ce chapitre porte essentiellement sur les enrobés contenant des granulats de caoutchouc issus des PUNR. Il faut savoir que les pneumatiques sont constitués de quatre principaux matériaux : 45 à 47% de caoutchouc, 22% de noir de carbone, 12 à 25% d'acier et 5,5 à 10% de fibres textiles. Le caoutchouc constitutif des pneumatiques est toujours un mélange de caoutchouc naturel et de caoutchouc synthétique, en proportions variant

selon le type de pneumatiques, les pneus de types Poids Lourds (PL) contenant généralement plus de caoutchouc naturel (environ 47%) que les pneus de Véhicules Légers (VL) (environ 29%).

Dans les sections suivantes, les principales caractéristiques du caoutchouc issus de PUNR sont présentées, suivis par une étude des méthodes d'incorporation du caoutchouc dans les enrobés bitumineux et de leurs propriétés.

### **1.4.1 Recyclage des PUNR**

#### *1.4.1.1 Définition des PUNR*

Le terme de Pneumatiques Usagés Non réutilisables (PUNR) est utilisé pour désigner un pneumatique ne pouvant plus assurer la mobilité d'un véhicule motorisé en respectant les normes de sécurité imposées. La dégradation de ces pneumatiques est généralement telle qu'il est impossible de les rechaper en vue d'un réemploi.

#### *1.4.1.2 Cadre réglementaire en France et à l'internationale sur la gestion des PUNR*

Depuis 1975, la loi Française a mis en place le principe de Responsabilité Elargie des Producteur (REP), codifié par l'article L. 541-10 du code de l'environnement. Ce principe établit que le financement et la gestion des déchets générés par des produits mis sur le marché doivent être pris en charge par les fabricants de ces produits, les importateurs et les distributeurs de leurs propres marques. En 2003, ce principe est élargi aux producteurs de pneumatiques par le décret n°2002-1563 du 24 décembre 2002. Depuis, dans le cadre d'un renforcement de la réglementation, le décret a été abrogé et remplacé par le décret n°2015-1003 du 18 août 2015. La réglementation de la filière des Pneumatiques Usagés (PU) est également régie par les articles L. 541-10-8 et R.543-137 et suivants du code de l'environnement et par trois arrêtés du 15 décembre 2015 relatifs respectivement à la collecte des déchets de pneumatiques, aux objectifs assignés aux éco-organismes et à ceux assignés aux systèmes individuels prévus à l'article L. 541-10-8 du code de l'environnement.

Le renforcement du cadre règlementaire est lié à l'échéance de l'année 2020 pour laquelle les organismes collectifs chargés de la collecte des déchets pneumatiques devront recevoir un agrément officiel et les organismes individuels une approbation. En effet, sur le principe, la REP est basée sur la responsabilité individuelle des producteurs. En pratique, cette responsabilité peut être assurée de manière individuelle ou collective, notamment par l'intermédiaire d'organismes. Actuellement, les pneumatiques usagés sont pris en charge par

des organismes collectifs en grande partie, tous agréés par le préfet de leur département. Les principaux organismes collectifs sont ALIAPUR et GIE France Recyclage Pneumatiques, qui collectent 80% des déchets pneumatiques en France. Un observatoire dédié à la filière Pneumatiques Usagés a été créé en 2004 par l'ADEME. Cet observatoire a pour objectif le suivi de la filière (et notamment la réalisation des objectifs de valorisation des déchets) via la mise à disposition en données libre et l'analyse des flux de pneumatiques neufs et usagés (*R.543-137 et Suivants Du Code de l'environnement, 2015; Décret N° 2015-1003 Relatif à La Gestion Des Déchets de Pneumatiques, 2015*).

Au niveau international la situation réglementaire diffère grandement selon les pays. En Europe, il n'existe pas encore de textes spécifiques communs. Deux directives européennes influent cependant sur la filière PU française : il s'agit de la directive n° 99/31/CE du 26 avril 1999 relative à la mise en décharge des déchets (qui précise qu'aucun pneumatique usagé n'est admis en décharge depuis le 16 juillet 2006, hormis les pneus de bicyclette et ceux de diamètre extérieur supérieur à 1 400 mm) et la directive 2008/98/CE du 19 novembre 2008 relative aux déchets (directive-cadre déchets).

En Union Européenne, des dispositifs nationaux ont été mis en place par les différences États membres. Comme représenté sur la Figure 1-22, trois différents modèles de gestions des déchets pneumatiques sont présents en Europe (ETRMA, 2016):

- A l'image de la France, la plupart des états membres ont mis en place un système équivalent de REP.
- D'autres états ont un système de marché libre, avec des objectifs définis selon la législation en vigueur dans chaque pays.
- Enfin, deux états ont en place un système où le gouvernement a en charge la gestion des PUNR, financée par des taxes.

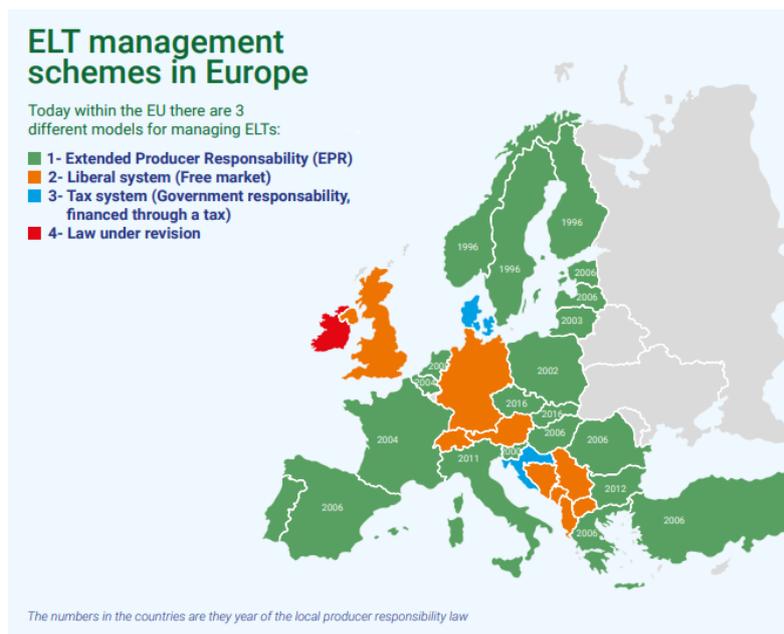


Figure 1-22 : Les différents dispositifs nationaux de gestion des pneumatiques usagés mis en place en Europe (ETRMA, 2016)

La Figure 1-23 ci-dessous présente les taux de valorisation (défini comme le pourcentage de pneumatiques usagés réutilisés, recyclés ou valorisés énergétiquement). Ainsi, en 2015, la gestion des pneumatiques usagés en Europe a maintenu un taux de valorisation supérieur à 90%. Cela signifie que plus de 9 PUNR sur 10 provenant de l'UE, de Norvège, de Suisse et de Turquie ont été réutilisés, recyclés ou valorisés énergétiquement.

À l'échelle mondiale, les taux de valorisation des PUNR ont considérablement augmenté mais l'Europe reste l'une des régions les plus avancées au monde en termes de traitement des PUNR.

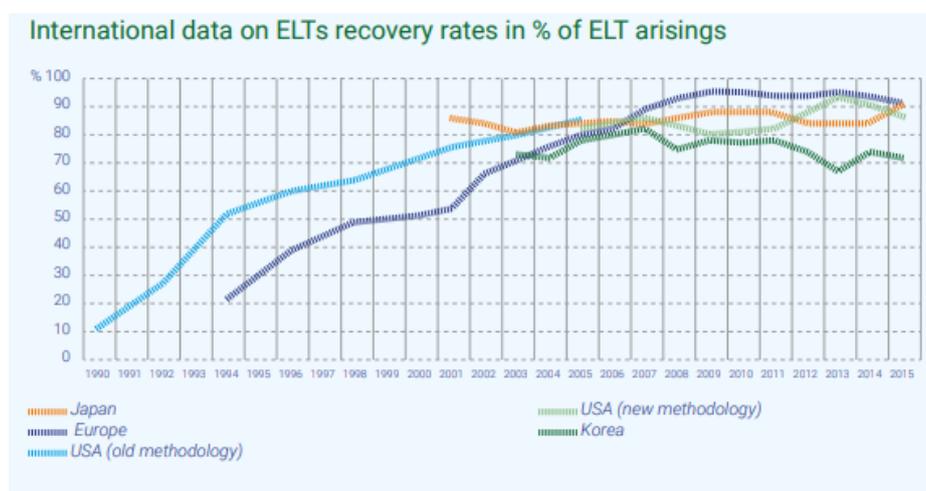


Figure 1-23 : Taux de valorisation des déchets pneumatiques selon différents pays – Données de 2015 (ETRMA, 2016)

### *1.4.1.3 Voies de valorisation des PUNR*

Les voies de valorisation des déchets pneumatiques sont nombreuses et variées : rechapage des pneumatiques pour réemploi, utilisation des pneumatiques pour des travaux publics, utilisation comme combustible, valorisation énergétique par incinération ...

La suite s'intéresse au caoutchouc en tant que matériau constitutif en grande partie des pneumatiques : origine, propriétés physicochimiques et thermomécaniques ont été étudiés et un état de l'art a été réalisé.

### **1.4.2 Origine, production et caractéristiques physicochimiques du caoutchouc naturel et synthétique présent dans les pneumatiques**

Le caoutchouc naturel, provenant du latex végétal s'écoulant naturellement des hévéas et autres arbres à gomme, est découvert par les colons Européens en Amérique du Sud et en Amérique centrale à partir du 16<sup>ème</sup> siècle. Utilisé depuis trois millénaires par les natifs Américains pour l'imperméabilisation de tissus, ce n'est qu'au 18<sup>ème</sup> siècle qu'il est importé en France et nommé comme tel à partir du terme quechua signifiant « bois qui pleure ». Au milieu du 19<sup>ème</sup> siècle, d'importantes percées scientifiques, notamment les travaux du britannique Thomas Hancock et de l'américain Charles Goodyear, aboutissent à l'invention du procédé de vulcanisation. Tirant son nom du dieu Romain Vulcain, patron des forgerons, ce procédé consiste à réticuler les différentes chaînes de polymères formant le caoutchouc, à l'aide d'agent vulcanisant à températures élevées. Cela permet de rendre le caoutchouc naturel plus élastique et stable pour de grands écarts de température, multipliant ainsi les usages pouvant être faits de ce matériau. C'est le début d'une période connue par le nom de fièvre du caoutchouc. Le contexte de révolution industrielle couplé à l'invention du pneu et de la chambre à air furent les éléments déclencheurs de cette fièvre du caoutchouc. Le caoutchouc devint alors un produit très convoité et son exploitation, une activité lucrative qui marqua l'histoire économique et sociale des territoires d'Amérique centrale et d'Amérique du Sud (Coïc, 2006).

Le latex dont est issu le caoutchouc naturel contient pour 70 % de l'eau et pour 20 à 30 %, des substances organiques. Il possède une couleur blanche et une texture laiteuse. Il est laissé à coaguler pour être ensuite lavé et filtré, puis pressé en balle de crêpe et séché. Le caoutchouc naturel ainsi produit est principalement composé de chaînes de cis-1,4-polyisoprène, de grandes masses moléculaires (Figure 1-24). Il contient aussi naturellement des protéines, des acides gras, et des phospholipides (Janin, 2017).

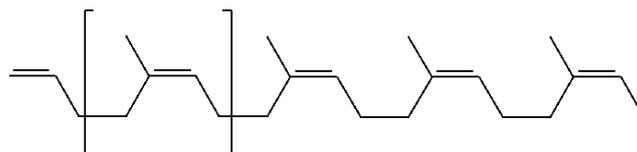


Figure 1-24 : Formule chimique topographique du polyisoprène

Comme présentées dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, les propriétés mécaniques du caoutchouc naturel tel quel sont médiocres : Poisseux et collant, il est visqueux à températures élevées et cassant à températures basses.

Tableau 1-3 : Influence de la température sur le comportement rhéologique du caoutchouc (Lo Presti, 2013)

Température	Comportement
-10°C	Cassant et opaque
20°C	Mou, résilient et translucide
50°C	Plastique et visqueux
120°C – 160°C	Vulcanisé si ajout d'agent vulcanisant comme le soufre
180°C	Se dégrade comme dans un masticateur
200°C	Décomposé

Le caoutchouc naturel à l'état brut n'est donc pas utilisable dans toutes les gammes de température. Ses propriétés de résistance mécanique, de résistance aux UV, aux variations de températures et aux solvants lui sont conférées par l'ajout de charges renforçantes, le plus souvent du noir de carbone. Des particules ultrafines de silice ou bien des fines de carbonate de calcium broyées sont ajoutées pour la résistance à l'abrasion. D'autres additifs peuvent également être ajoutés afin d'apporter diverses propriétés comme la tenue au feu, la souplesse ...

Enfin, le caoutchouc est vulcanisé, dans le but d'améliorer ses propriétés élastiques. En effet, le caoutchouc est constitué de longues chaînes de polymères. Ces chaînes de polymères peuvent bouger indépendamment les unes par rapport aux autres, provoquant des déformations irréversibles. Le processus de vulcanisation consiste à créer des ponts entre les chaînes de polymères. Ainsi, lorsqu'une contrainte est appliquée, le caoutchouc va se déformer de manière

réversible car les chaînes de polymères sont liées les unes aux autres à la manière d'un réseau tridimensionnel. Cette vulcanisation est possible par ajout d'agents vulcanisant, soufre ou peroxyde, dans des proportions à déterminer selon les valeurs de module désirées et selon les propriétés souhaitées. Pour accélérer la réaction, des catalyseurs de vulcanisation comme l'oxyde de zinc (cf. Zinc), l'acide stéarique ou le mercaptobenzothiazole peuvent être ajoutés (De Zélicourt, 2015).

La Figure 1-25 résume les différents types d'additifs et leurs actions sur les propriétés du caoutchouc.

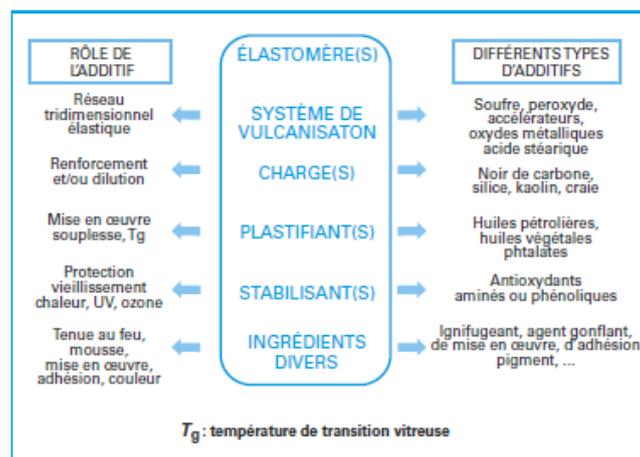


Figure 1-25 : Modification du caoutchouc par ajout additifs (De Zélicourt, 2015)

Constituant un des principaux composants des pneumatiques, le caoutchouc naturel n'est jamais utilisé seul mais toujours couplé à une certaine teneur en caoutchouc artificiel ou synthétique.

Le caoutchouc artificiel ou synthétique est directement issu de l'industrie pétrochimique. Il est inventé dans la première moitié du 20<sup>ème</sup> siècle par un chercheur Allemand, Fritz Hofmann, principalement connu pour ses travaux sur les caoutchoucs synthétiques. Quatre principaux types de caoutchouc synthétique existent :

- L'Isoprene Rubber (IR) produit synthétiquement par polymérisation de l'isoprène (2-méthylbuta-1.3-diène)
- Le Styrene-Butadiene Rubber (SBR), produit par polymérisation de Butadiène et de Styrene
- Le Polybutadiene Rubber (BR) produit par polymérisation du butadiène

- Et l'isoprène Isobutylène Rubber (IIR) produit par polymérisation de l'isobutylène avec l'isoprène

Le caoutchouc synthétique apporte des propriétés spécifiques qui entraîne une augmentation de la durée de vie des pneus et une meilleure résistance au roulement. Il est utilisé en plus grande quantité sur les parties les plus sollicitées des pneus, à savoir les bandes de roulement et permet également l'obtention de bonnes propriétés d'adhérence.

Tout comme le caoutchouc naturel, le caoutchouc synthétique subit également des modifications par ajout d'additifs.

### **1.4.3 Méthodes de production des granulats de caoutchouc issus des PUNR**

Les pneus usagés sont récoltés par des réseaux nationaux et acheminés vers les collecteurs. Une fois sur place, ils sont pesés et triés à la main. Environ un pneu sur six est réutilisable. Le reste, qui constitue les PUNR, est broyé dans des sites de transformation.

Il existe plusieurs procédés permettent l'obtention de granulats de caoutchouc de différentes tailles et formes. Les deux principaux sont détaillés :

- Le broyage successif est effectué à température ambiante. Il est effectué mécaniquement par un système de lames rotatives successives. Ce type de broyage permet d'obtenir différentes tailles de granulats et constitue la technique de broyage la plus utilisée en France. Une fois à la taille souhaitée, le broyat de caoutchouc est dissocié des filaments métalliques par l'utilisation d'aimants. Pour retirer les fibres textiles, des techniques par aspirations sont utilisées.
- La technique de broyage par cryogénie consiste à utiliser du nitrogène liquide afin de refroidir le caoutchouc jusqu'à des températures comprises en  $-87^{\circ}\text{C}$  et  $-198^{\circ}\text{C}$ . Les pneus, ainsi rendu cassant, peuvent être brisés à coup de marteau.

Il a été trouvé dans la littérature que les granulats de caoutchouc produit par broyage successif ont une surface spécifique très grande et ont un aspect de surface rugueux. Au contraire, les granulats obtenus par broyage cryogénique ont une surface spécifique peu élevée et un aspect de surface plutôt lisse (Figure 1-26) (Lo Presti, 2013).

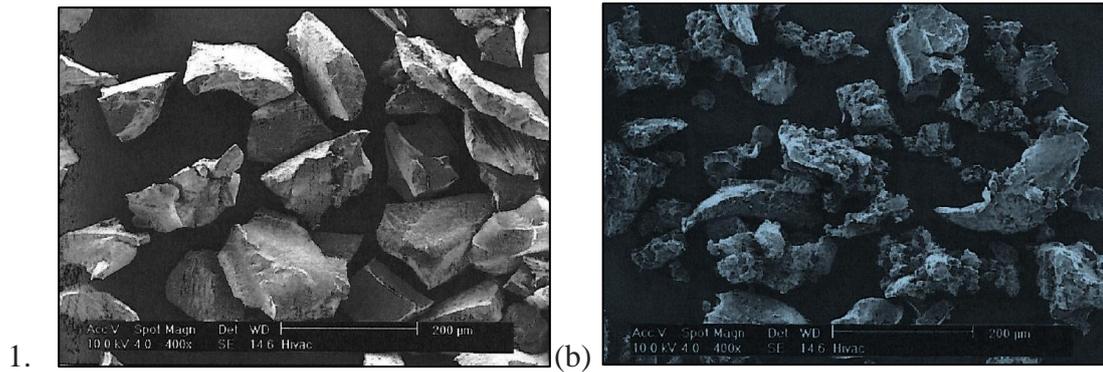


Figure 1-26 : Résultat du broyage mécanique (a) cryogénique et (b) à température ambiante du caoutchouc (Lo Presti, 2013)

Une étude commandée par Aliapur (Figure 1-27) a permis de mettre en évidence cinq types de forme (allongé, polyédrique, plat, quelconque, arrondi) et a montré que le type de broyage choisi n'avait pas d'influence sur la forme du granulat de caoutchouc et que quel que soit le type de broyage utilisé, la forme quelconque est toujours largement prépondérantes sur les autres formes.



Figure 1-27 : Différentes formes de granulats de caoutchouc obtenus par broyage (Etude sur la morphologie des granulats commandée par ALIAPUR et réalisée par Le Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM - Orléans), le Centre de Transfert de Technologie du Mans (CTTM -Le Mans) et le Laboratoire de Recherche et de Contrôle du Caoutchouc et des Plastiques (LRCCP - Vitry.)

#### 1.4.4 Méthodes d'incorporation de granulats de caoutchouc dans les enrobés bitumineux

Les premières expériences d'incorporation de caoutchouc naturel dans les enrobés bitumineux ont commencé dans les années 1960. Deux grandes voies d'incorporation des granulats de caoutchouc dans les enrobés existent : la voie sèche et la voie humide. Elles sont présentées par la suite.

D'autres voies dérivées de ces deux méthodes existent, comme par exemple le « terminal blend » qui n'est autre qu'une voie humide poussée à l'extrême. Celles-ci sont nombreuses tant le champs d'utilisation des granulats de caoutchouc dans les enrobés est vaste.

#### *1.4.4.1 Voie humide*

*Définition et histoire de la voie humide :*

L'incorporation de granulats de caoutchouc dans les enrobés bitumineux par voie humide consiste en une modification du bitume par ajout de granulats de caoutchouc à hautes températures. Charles H. McDonald, ingénieur de la ville de Phoenix, en est considéré comme le pionnier aux États-Unis, ayant commencé ses travaux sur le « wet process » (terme anglais signifiant « voie humide ») au milieu des années 60. Dans les années 70 et 80, les recherches concernant ce procédé de modification du bitume se multiplient. Les chercheurs et industriels de l'époque font varier différents paramètres (teneur en caoutchouc, tailles de granulats de caoutchouc, type d'additifs, température, durée de malaxage) afin d'en connaître les influences sur le comportement du bitume. L'importance de la température, de la taille des granulats et de la durée de « digestion » est déjà mis en évidence à ce moment, influençant grandement des propriétés comme la viscosité du bitume et son point de ramollissement (Epps, 1994; Hanson et al., 1996; Lo Presti, 2013). Dans la littérature, les granulats de caoutchouc utilisés pour incorporation dans les enrobés bitumineux seront usuellement nommés « Crumb Rubber » (CR) c'est-à-dire « caoutchouc broyé » en anglais.

Les techniques d'incorporation pas voie humide se distinguent en trois grands méthodes (Epps, 1994) :

- Le « Batch wet process » (ou encore « McDonald process »). Comme son nom l'indique, il consiste en un certain nombre d'étapes séquencées avec en premier lieu un mélange du bitume et du caoutchouc dans un malaxeur puis dans un second temps, le transfert du mélange dans une cuve chauffée où les réactions se déroulent pendant 46 à 60 min.
- « Continuous wet process », qui est simplement une modification de la technique précédente. Au lieu de séquencer les étapes, celles-ci sont réalisées en même temps dans une seule cuve.
- « Terminal Blend » est un « continuous wet process » poussée jusqu'à une digestion totale du caoutchouc dans le bitume

Parmi ces procédés, il existe également des variantes selon que le mélange bitume-caoutchouc soit constamment agité pendant le temps de réaction ou que les réactions se fassent sans plus d'agitation après le premier malaxage. Vis-à-vis de ces informations, un des inconvénients majeurs de la voie humide (par rapport à la voie sèche par exemple) réside dans le fait que selon la méthode choisie, il peut y avoir apparition de phénomènes de sédimentation des granulats de caoutchouc si le mélange n'est pas constamment agité. Ces phénomènes sont principalement dus aux différentes phases que constituent le mélange bitume-caoutchouc avec notamment la présence de granulats de caoutchouc gonflés (Lo Presti, 2013). Pour les éviter, il peut être nécessaire d'agiter en permanence le mélange, ce qui implique des équipements spécifiques et adaptés et peut donc engendrer un surcoût non négligeable.

La température de malaxage peut varier entre 170°C et 220°C. Cependant, comme les granulats de caoutchouc sont le plus souvent ajoutés sans être préchauffés, il faut tenir compte de la baisse de température qu'ils vont engendrer dans le mélange et donc augmenter au préalable la température du bitume. Concernant la production des granulats de caoutchouc à incorporer, il semblerait qu'un broyage mécanique (à température ambiante) est préférable par rapport au broyage cryogénique, car les granulats de caoutchouc obtenus ont une surface spécifique plus grande et sont donc plus réactifs.

Le plus souvent, des granulats de caoutchouc de petites tailles, appelées fines, sont utilisés pour la voie humide, bien que le terme attribué ne soit pas rigoureusement correct par rapport aux dénominations officielles des granulats. D'après ASTM D6114 - 97(2002), les granulats de caoutchouc ne devraient pas dépasser 2,16 mm, cela afin d'obtenir une très grande surface spécifique. L'augmentation de la surface spécifique des granulats de caoutchouc favorise les zones de contact avec le bitume et permet donc une forte réactivité entre les deux (Caltrans, 2006), (Lo Presti, 2013). La plage de dimension idéale, celle qui favoriserait au mieux les réactions, pourrait être comprise entre 0.075 et 1.2 mm (Farouk et al., 2017).

Comme les granulats de caoutchouc sont directement mélangés au bitume, aucune recommandation spécifique ne concerne la granulométrie minérale. Ainsi, une granulométrie continue ou discontinue peut être utilisée et la voie humide peut donc être adaptée à tous types d'enrobés bitumineux, à condition que l'enrobé soit correctement formulé (Hanson et al., 1996).

Vis-à-vis de la teneur en caoutchouc à incorporer, les recommandations varient selon les auteurs, et quelques exemples provenant de la littérature montre cette grande disparité dans les choix de teneur en granulats de caoutchouc à incorporer : 12% en masse de bitume (Kocak &

Kutay, 2017), 10% en masse de bitume ((Shen et al., 2017; Xie & Shen, 2016)). Une moyenne grossière se situant entre 10 et 25% en masse de bitume peut cependant être retenue (Hanson et al., 1996) ;

#### *1.4.4.2 Voie sèche*

*Définition et histoire de la voie sèche :*

Contrairement à la voie humide, la voie sèche consiste à substituer une partie des granulats minéraux par des granulats de caoutchouc, en limitant les interactions bitume/caoutchouc (Abdul Hassan et al., 2014a; Caltrans, 2006; Cheriet et al., 2020; Epps, 1994; Lo Presti, 2013; López-Moro et al., 2013). Le but est que les granulats de caoutchouc jouent le rôle de granulats à part entière dans le squelette granulaire et que ses propriétés particulières améliorent les performances des enrobés. Les granulats de caoutchouc sont donc préalablement mélangés aux granulats minéraux, avant l'ajout de bitume. Un des grands avantages que possède la voie sèche par rapport à la voie humide réside dans le fait qu'elle ne nécessite pas d'équipements particuliers et à tendance à consommer plus de caoutchouc (Farouk et al., 2017; Moreno et al., 2012).

Les premiers travaux sur la voie sèche ont été menés dans les années 60 en Suède : L'idée était d'améliorer la résistance au dérapage des pneus en condition de route gelée et la pérennité et flexibilité des infrastructures routières. 3 à 4 % de granulats de caoutchouc (de la masse totale de l'enrobé) ont été incorporés dans le squelette granulaire dont la courbe granulométrique est choisie discontinue. Les premiers essais ont été réalisés en utilisant des granulats de caoutchouc de grandes tailles, de 1.60 mm à 6.35 mm. Baptisé « Rubbit », ce procédé a montré une meilleure tenue à la route lorsque celle-ci est gelée ainsi qu'une augmentation de la résistance à la fissuration et une diminution des nuisances sonores. Comprenant l'intérêt de ce type d'enrobé, ce procédé a été exporté dans les années 70 aux Etats-Unis, et breveté sous le nom de « PlusRide Method » par le « Alaska Department of Transportation and Public Facilities ». L'intérêt réel réside dans l'incorporation de granulat dans la discontinuité. En effet, si le squelette granulaire minéral ne possède pas suffisamment de vides, les granulats de caoutchouc vont résister à la compaction durant le compactage, et une teneur en vides finale plus importante que prévue sera obtenue. Entre les années 1979 et 1981, ce procédé est légèrement modifié : 20% des granulats de caoutchouc sont remplacés par des fines de dimension 0.425 mm – 2 mm (David C. Esh, 1982; Takallou, 1988).

Un des principaux objectifs de l'époque est également de développer un procédé plus générique qui conviendrait à des formules d'enrobés bitumineux conventionnelles, dont la granulométrie est continue. Barry Takallou est à l'origine de ces recherches, ayant travaillé sur le procédé PlusRide durant sa carrière. Trois formules ont été mises au point, avec des teneurs en caoutchouc variant de 1 à 3% (en masse totale de l'enrobé), des courbes granulométriques continues et une taille maximale de 2 mm pour les granulats de caoutchouc. Ce procédé a été commercialisé sous le nom « Generic dry process ». Le but étant d'utiliser des enrobés dont la granulométrie est classique, il a fallu tenir compte de la difficulté de produire des granulats de caoutchouc de tailles variables qui pourrait parfaitement s'inclure dans la granulométrie des granulats minéraux. Bien que les performances soient au rendez-vous, le surcoût induit par la production de granulats de caoutchouc de taille spécifique a pu être rédhibitoire (Abdul Hassan et al., 2014a; Epps, 1994).

De nos jours, de nombreux auteurs ont travaillé sur la voie sèche. La suite de cette partie capitalise les données concernant les caractéristiques de formulation (teneur en caoutchouc, granulométrie et taille des granulats de caoutchouc, température de fabrication) les plus utilisées.

#### *Teneurs en caoutchouc usuellement utilisées :*

Concernant la teneur en caoutchouc à incorporer, elle est en général plus importante que pour la voie humide et une teneur comprise entre 1 et 3% (en masse de granulats minéraux et de caoutchouc) semble être un consensus scientifique (Abdul Hassan et al., 2014a, 2015; Farouk et al., 2017). En effet, cette plage semble idéale pour obtenir de bonnes performances sans risquer des effets délétères dus à un excès de caoutchouc dans l'enrobé. Aux Etats-Unis, il était d'usage de choisir une teneur entre 1 et 6% si le procédé utilisé est le PlusRide et inférieure à 2% si le procédé utilisé est le « Generic dry process » (Abdul Hassan et al., 2014a), (Epps, 1994).

#### *Taille des granulats de caoutchouc préconisée :*

Différentes recommandations sont présentes dans la littérature concernant la taille des particules de caoutchouc à utiliser et des plages de dimensions très variables sont préconisées. En effet, comme énoncé précédemment, les premiers essais sur enrobés produits par voie sèche utilisaient des granulats de caoutchouc de grandes tailles (1.60 mm à 6.35 mm). Par la suite, certains chercheurs ont choisi d'incorporer un mélange entre particules de caoutchouc fines et particules de caoutchouc plus grandes, arguant une amélioration des propriétés des enrobés.

Certains préconisent donc d'utiliser des granulats de caoutchouc de grande taille ( entre 2,0 et 6,3 mm selon Hassan et al (2015) (Abdul Hassan et al., 2015)), d'autres préconisent des plages très larges de dimension (entre 0,4 mm et 10 mm selon Farouk et al. (2017) (Farouk et al., 2017)). Une attention est à porter sur l'utilisation de particules fine pour la voie sèche : Pinheiro et al. (2003) ont montré que des enrobés possédant des granulats de caoutchouc de très petites tailles (comprises entre 0,075 mm et 0,42 mm) atteignaient des valeurs de teneurs en vide plus basses comparé à des enrobés sans granulats de caoutchouc (J.H.M Pinheiro & Soares, 2003).

De manière générale, la taille des particules de caoutchouc utilisées pour la voie sèche semble plus importante que pour la voie humide. Cela peut s'expliquer par le fait que généralement, les interactions entre le bitume et le caoutchouc sont souhaitées être minimales et qu'une manière de s'en assurer est de choisir des particules plus grandes afin d'en diminuer la surface spécifique et donc la possibilité de contact entre le bitume et le caoutchouc.

#### *Incorporation massique ou volumétrique :*

Les granulats de caoutchouc ont une densité bien plus faible que les granulats minéraux, (environ 1,15 pour les granulats de caoutchouc contre 2.7 pour les granulats minéraux). Si la substitution est réalisée en masse, le volume de caoutchouc incorporé sera plus important que le volume de granulats minéraux substitué. En conséquence, une substitution en volume est préférable de manière à conserver un volume d'enrobé constant (Abdul Hassan et al., 2015; Farouk et al., 2017), (Pettinari & Simone, 2015). Par une substitution en volume, une des considérations à avoir est donc que l'enrobé sera légèrement plus léger qu'un enrobé sans caoutchouc.

#### *Température de mélange et compactage :*

Concernant la température de malaxage, elle est toujours sensiblement identique pour les enrobés à chaud, à savoir une température proche de 180°C (350°F) (David C. Esh, 1982).

Le compactage est une étape très importante et une attention particulière doit lui être portée : En effet, une des particularités des granulats de caoutchouc est leur grande déformabilité. Comme représenté sur la Figure 1-28, durant le compactage, les granulats de caoutchouc vont se déformer puis reprendre le volume initial une fois le compactage fini du fait de leur propriété élastique.

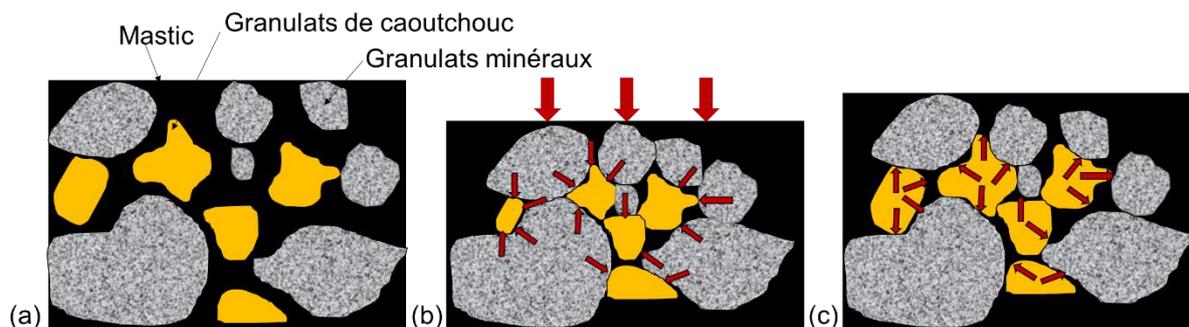


Figure 1-28 : influence du compactage sur un enrobé à courbe continue contenant du caoutchouc incorporé par voie sèche (a) avant compactage (b) pendant le compactage (c) après le compactage

Ceci est d'autant plus visible lors de compactages effectués appliquant une charge axiale comme avec un compacteur à giration. Il était par ailleurs initialement préconisé, dans les premiers rapports de mise en œuvre de ces types d'enrobés, de continuer le compactage jusqu'à ce que la température des enrobés descende en dessous de 60 °C, cela afin d'éviter ces phénomènes de reprise de volume des granulats de caoutchouc (David C. Esh, 1982). Ce phénomène peut toutefois être minimisé par le choix d'une granulométrie discontinue et par un compactage réalisé par un compacteur à pneus, où les granulats de caoutchouc seraient déplacés dans l'enrobé sans être comprimés (Figure 1-29).

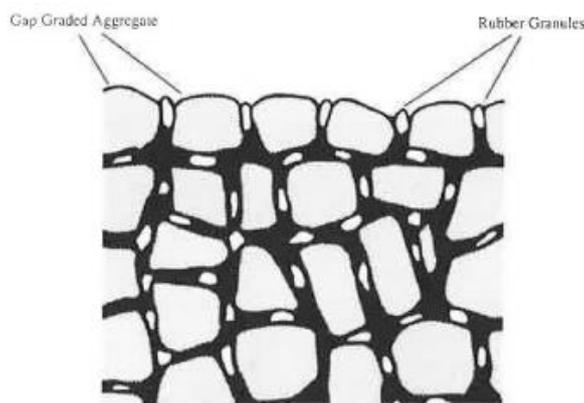


Figure 1-29 : Représentation schématique d'un enrobé bitumineux avec granulats de caoutchouc ajouté par voie sèche au sein d'un squelette minérale dont la granulométrie est discontinue (Takallou, 1988)

#### Conséquences sur le bitume :

Concernant la teneur en bitume, bien que certains préconisent des teneurs en bitume particulière à utiliser, il est compréhensible que celles-ci varient en fonction du type d'enrobé. Cependant, un certain point est à souligner : il semble que de manière général, l'incorporation de granulats

de caoutchouc engendre une augmentation de la teneur en bitume à ajouter, jusqu'à 1,5% à 2% (Takallou, 1988). Les interactions bitume-caoutchouc modifient également la composition du bitume et ne peuvent pas être négligées, même pour la voie sèche. Les modifications chimiques induites dans le bitume sont présentées dans la section suivante.

### 1.4.5 Interactions physico-chimiques entre granulats de caoutchouc et liant bitumineux

#### 1.4.5.1 Caractérisation des interactions bitume-caoutchouc :

Lorsqu'il est question d'enrobés bitumineux modifiés par incorporation de granulats de caoutchouc, il est vital d'appréhender les interactions bitume-caoutchouc se produisant, que ce soit pour la voie humide ou bien la voie sèche. Ces interactions sont physiques dans un premier temps puis physico-chimiques dans un second temps. Elles consistent principalement en une absorption des fractions légères de petits poids moléculaires du bitume (maltènes) par les granulats de caoutchouc entraînant un gonflement simultané de ceux-ci (Figure 1-30). Ce qui est communément appelé « absorption » est en réalité une diffusion des particules de bitume de faibles poids moléculaires dans le réseau tridimensionnel que forme les longues chaînes de polymère du caoutchouc (Farouk et al., 2017; Peralta et al., 2010; Shen et al., 2017). Ces phénomènes, purement physiques, sont indispensables pour réaliser la voie humide, étant le cœur des modifications du bitume par le caoutchouc, et sont absolument non négligeables lors de la voie sèche (Shen et al., 2017). Comme dans tout phénomène de diffusion, le gonflement des granulats de caoutchouc augmente rapidement et atteint un plateau une fois l'équilibre des concentrations obtenu. Le gonflement maximum atteint à l'équilibre dépend étroitement de la température (Dong et al., 2012).

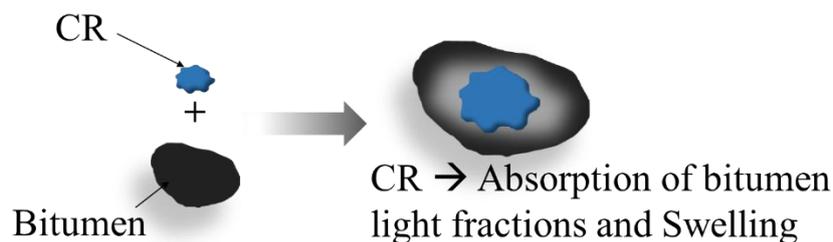


Figure 1-30 : Représentation schématique des interactions bitume-caoutchouc

Lorsque les interactions sont maintenues à hautes températures pendant un certain temps, un couplage physico-chimique apparaît, se traduisant par une « digestion du caoutchouc » due à une dépolymérisation. Les ponts S-S ou C-S créés lors de la vulcanisation et reliant les

différentes chaînes de polymères sont brisés et les granulats de caoutchouc commencent doucement à se déliter et à être dilués dans le bitume (Dong et al., 2012). Cette dévulcanisation ou dépolymérisation totale peut être souhaitée dans le cas d'une voie humide poussée à l'extrême, nommée « terminal blend ».

#### *1.4.5.2 Conséquences sur le bitume :*

Les interactions bitume-caoutchouc modifient les propriétés du bitume : lorsque les réactions restent purement physiques (absorption des maltènes et gonflement du caoutchouc), la diminution de la teneur en maltènes entraîne une augmentation relative de la concentration en asphaltène, rendant ainsi le bitume plus rigide et augmentant sa viscosité et sa réponse élastique par la même occasion (Airey et al., 2003). Lorsque la réaction est poussée jusqu'au stade de la dévulcanisation, la composition du bitume est profondément impactée par la présence de résidus de caoutchouc dépolymérisés.

#### *1.4.5.3 Facteurs dont dépendent les interactions bitume-caoutchouc :*

Ces phénomènes dépendent du temps et de la température, de la composition du liant et du degré de vulcanisation des granulats de caoutchouc : Aussi, ce sont des facteurs à contrôler lors de la production des enrobés. Pour la voie sèche, s'il est souhaité minimiser ces interactions, certaines précautions sont à prendre :

- Diminuer le temps de réaction : Des études montrent qu'un temps de réaction à hautes températures est nécessaire pour permettre aux interactions d'avoir lieu (45 à 60 minutes selon Shen et al. (2017) (Shen et al., 2017)). En d'autres termes, diminuer la durée de mélange et de contact bitume-caoutchouc à hautes températures permettrait de limiter les interactions. En pratique, cela est difficilement réalisable si l'enrobé n'est pas produit directement sur le chantier. Même après la pose de l'enrobé, les réactions peuvent perdurer tant que le mélange reste chaud.
- Utiliser des granulats de caoutchouc de grande taille, afin de diminuer la surface spécifique et donc les zones réactives de contact entre le bitume et les granulats de caoutchouc. Farouk et al. (2017) montrent que des granulats de caoutchouc de 1 mm gonflent de manière significativement plus importante que des particules plus grandes si la quantité de bitume est suffisante (Farouk et al., 2017).
- Choisir un bitume avec une teneur en asphaltènes importante.

Il semblerait que les caoutchoucs issus de PL ont tendance à plus gonfler que les caoutchoucs issus des VL.

#### *1.4.5.4 Estimation du gonflement et de l'absorption :*

Certains chercheurs ont tenté de réaliser des essais permettant d'évaluer de manière quantitative le gonflement des granulats de caoutchouc, ainsi que la quantité de fractions légères du bitume absorbées.

Airey et al (2013) ont mis un point un essai « Basket Draining Method », repris par Farouk et al. (2017), dans leur étude (Airey et al., 2003; Farouk et al., 2017). Le principe, très simple, consiste à placer des échantillons de granulats de caoutchouc de masses connues dans des paniers percés à la base et de les plonger dans une certaine quantité de bitume, le tout à température contrôlée. Les paniers sont relevés à certains intervalles de temps pour permettre au bitume de s'écouler et la masse de granulats de caoutchouc est relevée. Ces essais ont été réalisés pour différents types de bitume et différents rapports de masse bitume-caoutchouc. Les auteurs rapportent que les phénomènes de gonflement et d'absorption ont effectivement lieu. Ils montrent également une indépendance du gonflement vis-à-vis du rapport bitume-caoutchouc tant que la quantité de bitume est suffisante après 48h à 160°C et un taux d'absorption de bitume par les granulats de caoutchouc plus importante dans le cas d'un bitume de haute pénétrabilité par rapport à un bitume de très basse pénétrabilité.

Cependant, cet essai a l'inconvénient de ne pas tenir compte de la masse de bitume enrobant chaque granulat de caoutchouc qui, même si déterminée initialement par une immersion immédiate dans le bitume, augmente nécessairement avec le gonflement des granulats de caoutchouc.

Ces phénomènes peuvent être modélisés numériquement : les phénomènes de diffusion peuvent être modélisés en utilisant des lois de diffusion classiques, comme la loi de Fick, et le gonflement en résultant peut être modélisé grâce à des logiciels utilisant les éléments finis. Ainsi, des prédictions du gonflement des granulats de caoutchouc peuvent être réalisées, ce qui permettrait d'appréhender ces phénomènes (Haopeng Wang et al., 2019; Wang et al., 2018, 2019).

#### **1.4.6 Effets de l'incorporation de granulats de caoutchouc par voie sèche sur les propriétés thermomécaniques des enrobés bitumineux**

Des résultats plutôt contrastés sont présentés dans la littérature concernant les performances thermomécaniques des enrobés bitumineux produits par voie sèche. Un état de l'art a été réalisé concernant quelques propriétés importantes des enrobés bitumineux : Résistance à l'orniérage, module de rigidité, résistance à la fissuration thermique, résistance à la fatigue et propriétés vibratoires et acoustiques ont été étudiés.

##### *1.4.6.1 Orniérage :*

Concernant la résistance à l'orniérage, il semblerait que l'incorporation de granulats de caoutchouc par voie sèche tendrait à améliorer celle-ci.

Cao et al. (2006) ont testé la résistance à l'orniérage d'enrobés bitumineux contenant 0%, 1%, 2% et 3% de caoutchouc. Pour pouvoir quantifier la résistance à l'orniérage, des essais d'orniérage ont été menés à 60°C grâce à un dispositif muni d'une roue. Afin de caractériser la résistance à l'orniérage, des essais d'orniérage ont été menés à 60°C avec un orniéreur muni d'un pneu. Chaque passage du pneu engendre une contrainte de 0,7 MPa et se fait à une vitesse de 42 passages par minute. Ils montrent que l'incorporation de caoutchouc est favorable à la résistance à l'orniérage et que plus la teneur en caoutchouc augmente, meilleures sont les performances des enrobés (Cao, 2007).

Moreno et al (2012) ont également menés des essais d'orniérage sur des enrobés contenant des teneurs en caoutchouc croissantes (0%, 0,5%, 1% et 1,5% sur la masse totale) avec des temps de « digestions » (i.e temps de réactions) croissants (45, 90 et 120 min). Ils montrent que le temps de digestion n'influence pas les résultats, que l'ajout de caoutchouc réduit les déformations plastique et que l'enrobé avec 1,5% de caoutchouc est le plus résistant à l'orniérage. Il n'y a pas de différence de résultats entre les enrobés avec 0,5% et 1% de caoutchouc, bien que leurs résultats soient légèrement meilleurs que pour l'enrobé sans caoutchouc (Moreno et al., 2012).

Cependant, bien que les résultats à l'orniérage des enrobés produits par voie sèche sont meilleurs que pour des enrobés identiques sans caoutchouc, il semblerait que d'autres alternatives soient plus performantes. Ainsi, Xie et Shen (2016) montrent qu'un enrobé avec granulats de caoutchouc par voie sèche à une meilleure résistance à l'orniérage qu'un enrobé

sans caoutchouc mais cependant inférieure à un enrobé avec granulats de caoutchouc incorporé par voie humide et par terminal blend et qu'un enrobé modifié avec du SBS (Xie & Shen, 2016).

#### *1.4.6.2 Fatigue :*

Concernant les propriétés de résistance à la fatigue, des résultats contradictoires ont été obtenus : De manière générale, tous s'accordent pour dire que l'incorporation de granulats de caoutchouc par voie sèche améliore la résistance à la fatigue par rapport à un enrobé sans caoutchouc mais certains chercheurs ont trouvé que ces performances restaient inférieures à celles d'enrobés modifiés aux SBS ou par d'autres voies d'incorporation de caoutchouc tandis que d'autres ont trouvé des performances similaires.

Pour exemple, Moreno et al. (2015) ont étudié la résistance à la fatigue de quatre enrobés bitumineux : Un enrobé modifié avec polymères, un enrobé de référence sans aucune modification, un enrobé contenant 1,5% de caoutchouc (sur la masse totale) incorporé par voie sèche et un enrobé contenant du caoutchouc incorporé par voie humide. Les quatre enrobés possèdent le même squelette granulaire minéral. Des essais de fatigue ont été réalisés à différentes fréquences et amplitudes de chargements et les analyses se sont basées sur les résultats de dissipations d'énergie évaluées. Les auteurs montrent que les enrobés avec granulats de caoutchouc incorporés par voie humide ou par voie sèche et l'enrobé modifié avec des polymères présentent les mêmes résistances à la fatigue, ce qui semble signifier que l'ajout de caoutchouc dans les enrobés pourrait être une alternative à l'utilisation de polymères dans l'amélioration des performances à la fatigue. Par ailleurs, ces trois enrobés montrent de bien meilleurs résultats en fatigue que l'enrobé de référence, sans polymères ni caoutchouc. Ils montrent également que l'enrobé avec caoutchouc incorporé par voie sèche présente un retard significatif dans l'apparition des premières microfissures. Cependant, ce retard est rattrapé lors de l'apparition des macro-fissures, qui se propage plus rapidement que pour les autres enrobés. Les macro-fissures sont cependant plus fines et plus nettes (Moreno-Navarro et al., 2015).

Au contraire, Xie et Shen (2016) montrent quant à eux, qu'un enrobé avec granulats de caoutchouc par voie sèche et qu'un enrobé avec granulats de caoutchouc incorporé par voie humide ont des résistances à la fatigue (testées à 10°C et 17 Hz) similaires et supérieures à un enrobé de référence sans caoutchouc mais inférieure à un enrobé avec granulats de caoutchouc incorporé par terminal blend et qu'un enrobé modifié avec du SBS (Xie & Shen, 2016).

#### *1.4.6.3 Propriétés acoustiques :*

Concernant les propriétés acoustiques, Paje et al. ont évalué en 2011 l'influence de l'ajout de caoutchouc par voie humide et sèche dans un enrobé bitumineux. Trois enrobés avec granulats de caoutchouc ont été produits : deux par voie sèche avec 1% et 2% de granulats de caoutchouc en masse totale de l'enrobé et un par voie humide avec 9% de granulats de caoutchouc en masse de bitume. Les résultats de ces enrobés ont été comparés avec ceux d'un enrobé classique modifié avec des polymères. Une planche d'essai de 800 m de long a été produite, 200 m pour chaque enrobé, sur laquelle a circulé un véhicule à roue muni d'un dispositif comprenant une chambre semi-anéchoïque et des microphones. Ce dispositif appelé TiresonicMk4-LA2IC est utilisé pour isoler et enregistrer le bruit produit par le roulement du pneumatique sur la portion de route. Il circule avec une vitesse de 50 km/h. Les auteurs montrent une très nette réduction du bruit (environ 2 dB(A)) lorsque le véhicule circule sur les portions en enrobé produit par voie sèche. Cette diminution de bruit semble être liée à l'aspect de surface de la route : En effet, il semblerait que l'ajout de caoutchouc par voie sèche a pour conséquence une diminution de la rugosité en surface de la route, tandis que l'ajout de caoutchouc par voie humide n'aurait pas d'effet. Cette rugosité de surface diminuée aurait alors pour conséquence une diminution du bruit de roulement des pneus (Paje et al., 2010).

#### *1.4.6.1 Résistance à la traction et à la fissuration à basses températures :*

Alors que des performances intéressantes sont présentées dans la littérature pour les enrobés contenant du caoutchouc ajouté par voie humide (Bressi et al., 2019; Kök et al., 2013; Pszczoła et al., 2017; Sebaaly et al., 2003), des résultats contrastés sont obtenus concernant les résistance à la traction et à la fissuration à basses températures (Pszczoła et al., 2017; Riekstins et al., 2021). Des performances moindres ont parfois été observées pour des enrobés contenant du caoutchouc incorporé par voie sèche et testés par des essais de « Stress Restrained Specimen Tests » (TSRST) [45]. D'autres auteurs montrent une diminution de la résistance à la traction avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc ajouté par voie sèche, à plusieurs températures et surtout à basse température (Abdul Hassan et al., 2014b).

Au contraire, de bonnes performances ont été trouvées par (Picado-Santos et al., 2019), avec une diminution positive de la rigidité à basse température par rapport à l'enrobé de référence sans CR, et des résultats similaires à moyenne et haute température. Cao et al (2007) ont également caractérisé la résistance à la fissuration à basse température par des essais de traction indirecte réalisés à -10°C sur des enrobés contenant 0 %, 1 %, 2 % et 3 % de caoutchouc. Ils

ont conclu que la résistance à la fissuration à basse température augmentait avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc (Cao, 2007).

#### *1.4.6.2 Module de rigidité :*

Pour les essais de module, les résultats sont plutôt contrastés, tant la diversité des méthodes est importante. Cependant, il semblerait que l'ajout de caoutchouc par voie sèche entraînerait une diminution du module de rigidité.

Takallou and Hicks (1988) montrent que des enrobés avec granulats de caoutchouc de petites tailles ont un module plus élevé que des enrobés ayant des granulats de caoutchouc de tailles plus importantes (Takallou, 1988).

Farouk et al. (2016) ont évalué le module résilient pour des enrobe contenant 2% de granulats de caoutchouc de tailles différentes (1,18mm, 3,35 mm et 5,00mm). Pour cela, une charge cyclique de 1kN est appliquée sur les matériaux à une fréquence de 1 Hz pendant une durée de 0,25 s, associée à des périodes de repos de 0,75 s. L'incorporation des granulats de caoutchouc s'est fait par une substitution d'un même volume de granulats minéraux. Ils montrent une diminution du module résilient, sûrement liée à la grande déformabilité des particules de caoutchouc, rendant l'enrobé moins rigide. Ils montrent également que plus les particules de caoutchouc sont de grandes tailles, plus le module diminue [30].

Xie et Shen en 2016 ont évalué le module complexe de cinq différentes formules d'enrobés bitumineux, produits par voie sèche, voie humide, terminal blend et polymères SBS, polymères SBS seulement et un dernier enrobé de référence sans caoutchouc ni SBS. Le module complexe a été déterminé par des essais de compressions cycliques réalisés en contrôle de charge et pour différentes fréquences de chargement (0.01 Hz, 0.1 Hz, 1 Hz, 10 Hz) et températures (4 °C, 20 °C et 45 °C). L'amplitude de déformation ne dépassent pas 115  $\mu\text{m}/\text{m}$  au cours des essais. Ils montrent qu'à 4 °C et 20 °C, il n'y a aucune différence de modules entre les enrobés mais qu'à 45 °C, les enrobés avec caoutchouc et l'enrobé contenant du SBS comme seul agent modifiant ont un module légèrement plus élevé que l'enrobé de référence. Parmi les enrobés avec caoutchouc, l'enrobé produit par voie sèche est celui qui présente le module le plus faible (Xie & Shen, 2016).

La capacité de réduire les vibrations a été évaluée par certaines études et en particulier la rigidité et l'angle de phase des enrobés bitumineux contenant du CR ont été déterminés, montrant une

éventuelle augmentation des propriétés d'amortissement des mélanges avec du CR (Huang & Sun, 2020).



## **2. Etude des interactions caoutchouc/bitume**

Les interactions caoutchouc/bitume regroupent l'ensemble des phénomènes physico-chimiques se produisant lorsque les granulats de caoutchouc sont en contact avec un liant bitumineux, que ce soit pour la voie humide ou bien la voie sèche. Ces phénomènes sont reconnus et identifiés dans la littérature. Ils sont cependant souvent négligés dans le cas d'une incorporation par voie sèche.

Comme déjà mentionné dans le chapitre 1, les interactions en question consistent principalement en une absorption des fractions légères du bitume par les granulats de caoutchouc et un gonflement simultané de ceux-ci (Figure 2-1). Il manque encore dans la littérature d'une compréhension et d'une description exhaustive des mécanismes entrant en jeu dans ces phénomènes et des liens entre l'absorption et le gonflement.

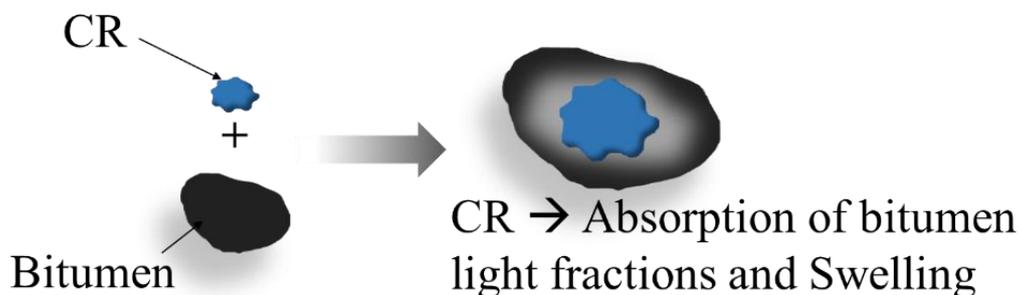


Figure 2-1 : Représentation schématique des interactions bitume-caoutchouc

Dans ce chapitre sont décrits les travaux de caractérisation et quantification de ces phénomènes menés dans le cadre de la thèse, avec l'objectif d'étudier l'importance de leur influence sur la formulation des enrobés de la thèse.

Pour cela, différents essais ont été menés. Dans un premier temps, des essais d'immersion des granulats de caoutchouc dans des huiles ont été réalisés au laboratoire de l'ENTPE, afin de déterminer le potentiel d'absorption d'huile et de gonflement des granulats. Le gonflement des granulats de caoutchouc en contact avec du bitume a également été étudié au laboratoire central d'Eiffage à Corbas par la réalisation de courbes granulométriques avant et après avoir été mélangés à du bitume. Enfin, le gonflement d'une plaque d'enrobé contenant des granulats de caoutchouc ajoutés par voie sèche a été suivi également au laboratoire central d'Eiffage à Corbas, juste après la fabrication et durant plusieurs jours après.

## 2.1 Evaluation du potentiel maximal de gonflement et d'absorption du caoutchouc dans de l'huile

### 2.1.1 Matériaux testés et procédure expérimentale

Les essais de gonflement ont été réalisés sur des granulats de caoutchouc 4/8 mm issus de pneumatiques usagés fournis par la société Aliapur. Il s'agit des granulats de caoutchouc utilisés dans la fabrication des matériaux de la thèse, et présentés dans le chapitre 3. La courbe granulométrique de ces granulats est présentée dans la Figure 2-2.

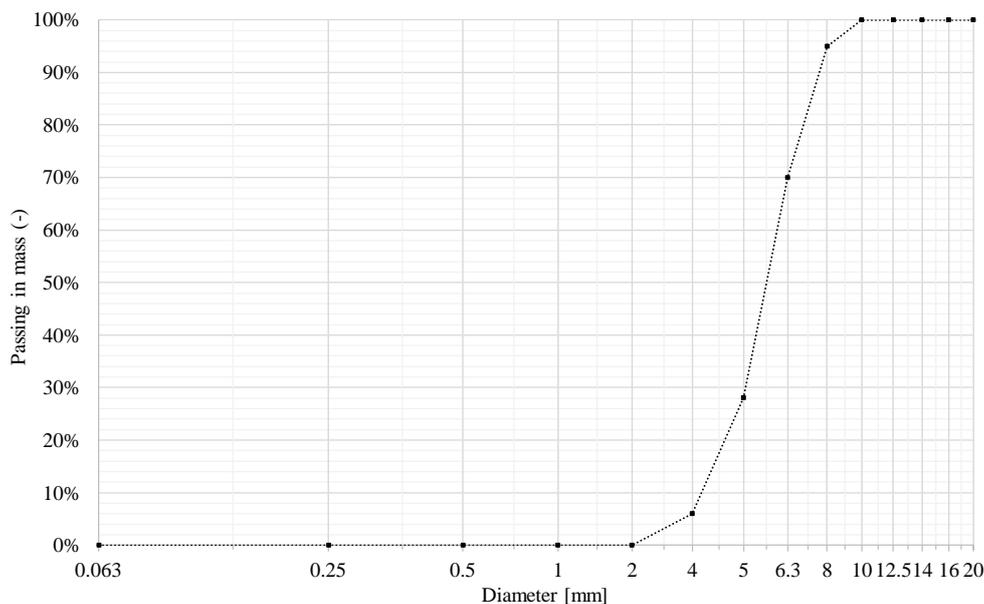


Figure 2-2 : Courbe granulométrique des granulats de caoutchouc 4/8 mm utilisés

Les granulats ont été répartis en différents lots de masses différentes (correspondant aux proportions des différentes fractions). A l'aide de tamis, chaque lot a été séparé en fonction de la taille en 4 fractions : 2-5 mm, 5-6,3 mm, 6,3-8 mm et 8-10 mm. La procédure expérimentale conçue pour ces essais, schématisée dans la Figure 2-3, a été utilisée pour chaque fraction séparément.

Dans un premier temps, chaque fraction est pesée et placée dans une enceinte thermique à la température de l'essai pendant 5 h. Tout le matériel utilisé est également placé dans l'enceinte thermique afin de maintenir au mieux la température souhaitée durant la réalisation de l'essai. Les essais ont été réalisés à plusieurs températures.

Une fois l'équilibre de température atteint, chaque fraction est insérée dans un pycnomètre dont le volume exact a été préalablement déterminé. L'huile est par la suite ajoutée jusqu'au trait de

jauge, suffisamment doucement pour éviter la formation de bulles d'air. La masse d'huile  $m_o$  ajoutée est pesée.

Le volume du pycnomètre  $V_{pycnomètre}$  étant connu, ainsi que la densité d'huile  $d_o$  et la masse de caoutchouc  $m_{CR_i}$  insérés, le volume initial  $v_{CR_i}$  et la densité initiale  $\rho_{CR_i}$  (à la température d'essai) des granulats de caoutchouc utilisés sont déterminés (Equation 2-1) :

$$V_{pycnomètre} = v_o + v_{CR_i} = \frac{m_o}{d_o} + v_{CR_i} \quad 2-1$$

Avec  $v_o$  le volume d'huile incorporé dans le pycnometer jusqu'au trait de jauge.

Le pycnomètre est par la suite remis dans l'enceinte thermique à la température de l'essai souhaitée.

Plusieurs temps d'immersion ont été utilisés pour les essais. Durant l'immersion, les granulats de caoutchouc vont absorber de l'huile. La masse d'huile absorbée est notée  $m_{Ab}(t)$  et le volume d'huile absorbée  $v_{Ab}(t)$ . À chaque temps d'immersion  $t$ , les granulats de caoutchouc et l'huile utilisée sont séparés à l'aide d'un tamis de 1 mm placé au-dessus d'un bécher (permettant de récupérer l'huile). Les granulats de caoutchouc sont ensuite déposés sur du papier absorbant et délicatement essuyés (sans les comprimer) afin de réduire l'excès d'huile présente à la surface de chaque grain. Toutefois, il subsiste toujours à leur surface une certaine quantité d'huile. Cette huile est appelée huile adsorbée. Voici les notations utilisées concernant l'huile adsorbée à la surface des granulats de caoutchouc après un temps  $t$  d'immersion :

- la masse d'huile adsorbée :  $m_{Ad}(t)$
- le volume d'huile adsorbée :  $v_{Ad}(t)$

Les granulats sont ensuite pesés (masse notée  $m_{tot}(t)$ ) et tamisés à nouveau (afin d'évaluer un éventuel changement dans la courbe granulométrique). Leur volume  $v_{tot}(t)$  est déterminé en utilisant un pycnomètre et de l'eau distillée à la température de 20 °C. Le temps nécessaire pour séparer les granulats de l'huile, les essuyer et les tamiser ne permettant pas d'assurer un équilibre thermique, la température de l'eau distillée n'a pas été choisie égale à la température de l'essai.

La masse totale de chaque fraction de granulats de caoutchouc après un temps  $t$  d'immersion  $m_{tot}(t)$ , comprend  $m_{CR}(t)$  la masse de caoutchouc après un temps  $t$  d'immersion ainsi que de l'huile absorbée et de l'huile adsorbée (Equation 2-2) :

$$m_{tot}(t) = m_{CR}(t) + m_{Ad}(t) + m_{Ab}(t) \quad 2-2$$

Le volume total de chaque fraction de granulats de caoutchouc après un temps  $t$  d'immersion  $v_{tot}(t)$ , comprend  $v_{CR}(t)$  le volume de caoutchouc après un temps  $t$  d'immersion ainsi que de l'huile adsorbée (Equation 2-3) :

$$v_{tot}(t) = v_{CR}(t) + v_{Ad}(t) \quad 2-3$$

En plus des essais à plusieurs durée d'immersion, un essai dit « préliminaire » a été réalisé sur un lot de granulat. La même procédure a été appliquée (si ce n'est que le lot entier a été testé en même temps, et non fraction par fraction), mais le temps d'immersion a été très court, moins de 30 secondes ( $t = 0$  s). L'objectif de cet essai est de déterminer le volume d'huile adsorbé à la surface des granulats de caoutchouc.

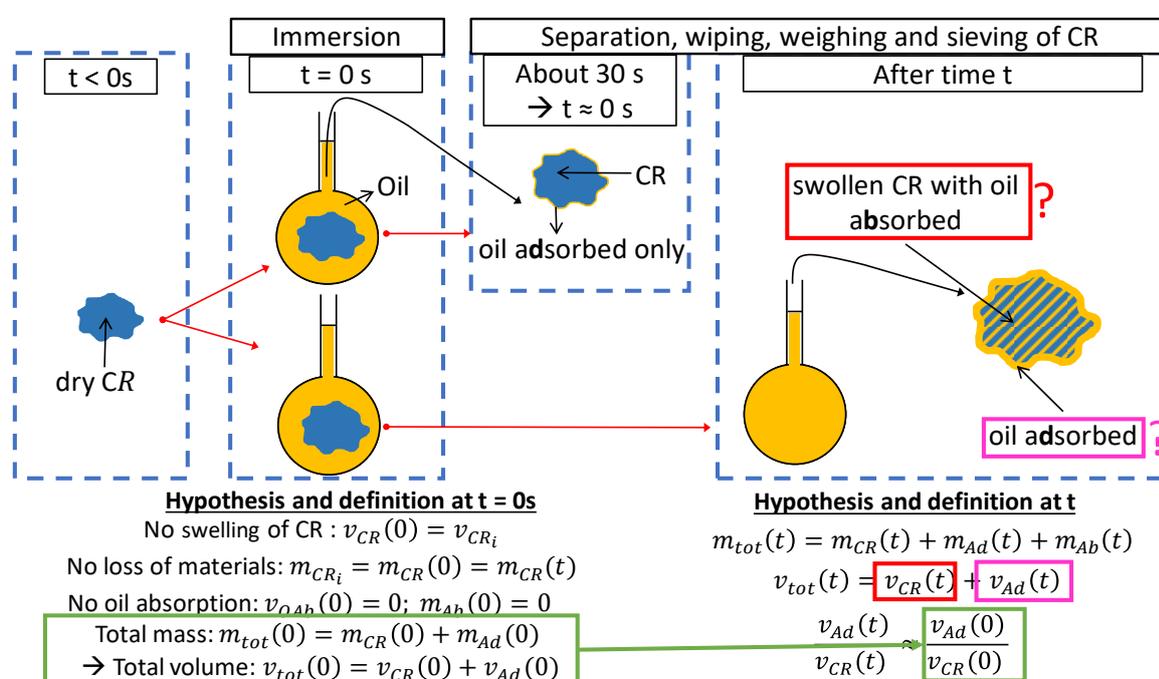


Figure 2-3 : Schématisation des essais de gonflement et d'absorption des huiles par les granulats de caoutchouc

Deux huiles différentes ont été utilisées : une huile aromatique dont la composition est proche des fractions légères présentes dans les bitumes et de l'Oleoflux® (une huile produite à partir de composants biosourcés au laboratoire central d'Eiffage Infrastructure). Les durées d'immersion utilisées pour les essais sont les suivantes : 5 min, 30 min, 3 h, 2 jours et 7 jours. Enfin, deux températures d'essai ont été choisies : 20 °C et 80 °C.

Dans un premier temps, 3 « lots entiers » ont été testés. Par « lot entier », il faut comprendre toutes les fractions (2-5 mm, 5-6,3 mm, 6,3-8 mm et 8-10 mm) d'un même lot de granulats de

caoutchouc, testées séparément. Ces lots ont été testés avec les combinaisons de température, d'huile et de temps suivantes :

- 2 jours d'immersion dans de l'huile aromatique à 20 °C
- 7 jours d'immersion dans de l'huile aromatique à 20 °C
- 7 jours d'immersion dans de l'Oléoflux® à 80 °C

Par la suite, pour des raisons logistiques, il n'a pas été possible de tester toutes les fractions par toutes les combinaisons possibles. Seulement la fraction intermédiaire 5-6,3 mm a pu l'être (excepté durant 7 jours dans l'huile aromatique à 80 °C). Les Tableau 2-1 et Tableau 2-2 résument les combinaisons d'essai et le détail des fractions testées.

*Tableau 2-1 : Détails des essais de gonflement et d'absorption réalisés à 20 °C*

<b>20 °C</b>	<b>Durées d'immersion</b>				
	<b>5 min</b>	<b>30 min</b>	<b>3 h</b>	<b>2 jours</b>	<b>7 jours</b>
<b>Huile aromatique</b>	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	Lot entier	Lot entier
<b>Oleoflux®</b>	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm

*Tableau 2-2 : Détails des essais de gonflement et d'absorption réalisés à 80 °C*

<b>80 °C</b>	<b>Durées d'immersion</b>				
	<b>5 min</b>	<b>30 min</b>	<b>3 h</b>	<b>2 jours</b>	<b>7 jours</b>
<b>Huile aromatique</b>	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	-
<b>Oleoflux®</b>	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	5-6,3 mm	Lot entier

Au total, 28 essais ont été réalisés. Chaque essai d'immersion sur une fraction (avec les combinaisons de temps, température et huile présentées dans le Tableau 2-1 et le Tableau 2-2) n'ayant été réalisé qu'une seule fois, il n'est pas possible de se prononcer sur la répétabilité des essais. Pour faciliter la lisibilité des résultats dans les figures, la nomenclature des échantillons testés est construite avec :

- En premier, un code pour le nom de l'huile utilisée lors de l'essai (HA pour Huile Aromatique ou O pour Oleoflux®),
- En second la température de l'essai en °C (20 ou 80).

Par exemple, l'échantillon testé à 80°C avec de l'Oléoflux® sera appelé O80.

## 2.1.2 Hypothèses et définitions des taux d'absorption et de gonflement

Dans cette section, les hypothèses nécessaires aux calculs des taux d'absorption et des taux de gonflement sont présentées.

Une première hypothèse a été de supposer qu'il n'y a pas de perte de matière durant l'essai. Cette hypothèse, bien que nécessaire aux calculs, est simplificatrice car le changement de couleur de l'huile après le temps d'immersion (l'huile aromatique passe du jaune au brun et l'oleoflux<sup>®</sup> passe du brun au noir) illustre la perte de particule très fines (principalement du noir de carbone) et donc la perte de matière. Cette perte a donc été négligée.

Ainsi, il est possible de considérer que la masse  $m_{CR_i}$  de granulats de caoutchouc incorporée dans le pycnomètre reste constante dans le temps et est donc identique à la masse  $m_{CR}(0)$  de granulats de caoutchouc à  $t = 0$  s (juste après l'immersion), ainsi qu'à la masse  $m_{CR}(t)$  de granulat de caoutchouc après un temps  $t$  d'immersion, comme résumé par l'Equation 2-4 :

$$m_{CR}(t) = m_{CR}(0) = m_{CR_i} \quad 2-4$$

Il est également supposé que le gonflement du caoutchouc est un phénomène qui prend un certain temps à apparaître. Par conséquent, à  $t = 0$  le volume  $v_{CR}(0)$  de granulats de caoutchouc est le même que le volume  $v_{CR_i}$  de granulats de caoutchouc incorporé dans le pycnomètre au début de l'essai (Equation 2-5) :

$$v_{CR}(0) = v_{CR_i} \quad 2-5$$

Le volume total  $v_{tot}(t)$  mesuré après un temps  $t$  d'immersion est présenté dans l'Equation 2-6 :

$$v_{tot}(t) = v_{CR}(t) + v_{Ad}(t) \quad 2-6$$

Avec  $v_{Ad}(t)$  le volume d'huile adsorbée à la surface des granulats après un temps  $t$  d'immersion.

L'hypothèse est prise que l'absorption de l'huile n'est pas immédiate, c'est-à-dire qu'à  $t = 0$  s, l'Equation 2-7 donne :

$$m_{Ab}(0) = 0 \quad 2-7$$

La masse totale et le volume total des granulats de caoutchouc à  $t = 0$  s sont donc définis dans l'Equation 2-8 et l'Equation 2-9, respectivement :

$$m_{tot}(0) = m_{CR}(0) + m_{Ad}(0) = m_{CR_i} + m_{Ad}(0) \quad 2-8$$

$$v_{tot}(0) = v_{CR}(0) + v_{Ad}(0) = v_{CR_i} + v_{Ad}(0) \quad 2-9$$

Avec  $m_{Ad}(0)$  (resp.  $v_{Ad}(0)$ ) la masse (resp. le volume) d'huile adsorbée à la surface des granulats.

Le rapport  $\tau$  entre le volume d'huile adsorbée et le volume de granulat de caoutchouc est défini dans l'Equation 2-10. Par simplicité, ce rapport est supposé approximativement constant dans le temps.

$$\tau = \frac{v_{Ad}(0)}{v_{CR}(0)} \approx \frac{v_{Ad}(t)}{v_{CR}(t)} \quad 2-10$$

En utilisant les équations 2-6 et 2-10, le volume d'huile adsorbé  $v_{Ad}(t)$  après un temps  $t$  d'immersion peut être déterminé par l'Equation 2-11:

$$v_{Ad}(t) = \frac{\tau}{1 + \tau} v_{tot}(t) \quad 2-11$$

Enfin, les volumes d'huile absorbée  $v_{Ab}(t)$  et de granulats de caoutchouc « gonflés »  $v_{CR}(t)$  après un temps d'immersion  $t$  sont définis dans l'Equation 2-12 et l'Equation 2-13:

$$v_{CR}(t) = \frac{v_{Ad}(t)}{\tau} \quad 2-12$$

$$v_{Ab}(t) = \frac{m_{Ab}(t)}{\rho_a} = \frac{m_{tot}(t) - m_{CR}(t) - m_{Ad}(t)}{\rho_a} \quad 2-13$$

Le taux de gonflement  $\xi$  est défini comme l'augmentation relative de volume des granulats par rapport à leur volume initial (Equation 2-14). Le taux d'absorption  $\alpha$  est défini comme le rapport entre le volume d'huile absorbée et le volume initial des granulats de caoutchouc (Equation 2-15).

$$\xi = \frac{v_{CR}(t) - v_{CR_i}}{v_{CR_i}} = \frac{\Delta v(t)}{v_{CR_i}} \quad 2-14$$

$$\alpha = \frac{v_{Ab}(t)}{v_{CR_i}} \quad 2-15$$

En approximant les granulats de caoutchouc par des sphères, le rapport entre le volume initial des granulats de caoutchouc  $v_{CRi}$  et la surface initiale des granulats de caoutchouc  $s_{CRi}$  s'écrit comme dans l'Equation 2-16 :

$$\frac{v_{CRi}}{s_{CRi}} = \frac{D}{6} \quad 2-16$$

Avec  $D$  le diamètre des granulats.

Ainsi, il est possible d'écrire l'Equation 2-17:

$$\frac{\Delta v}{s_{CRi}} = \frac{\xi D}{6} \quad 2-17$$

De même, le rapport entre le volume d'huile absorbée par les granulats de caoutchouc  $v_{Ab}(t)$  et la surface initiale des granulats de caoutchouc  $s_{CRi}$  avant immersion peut s'écrire comme dans l'Equation 2-18 :

$$\frac{v_{Ab}(t)}{s_{CRi}} = \frac{\alpha D}{6} \quad 2-18$$

$\frac{\Delta v(t)}{s_{CRi}}$  et  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CRi}}$  ont été déterminés en fonction du diamètre minimal  $D_{min}$ , du diamètre maximal  $D_{max}$ , et du diamètre moyen  $D_{moy}$  des granulats pour chaque fraction. Le diamètre moyen  $D_{moy}$  est défini comme la moyenne arithmétique entre le diamètre minimal  $D_{min}$  et le diamètre maximal  $D_{max}$ .

### 2.1.3 Résultats

Les résultats des essais sont présentés dans les figures 1-4 à 1-10.

Les courbes granulométriques volumiques des granulats de caoutchouc avant immersion et après 2 et 7 jours d'immersion dans l'huile aromatique à 20 °C sont présentées dans la Figure 2-4.

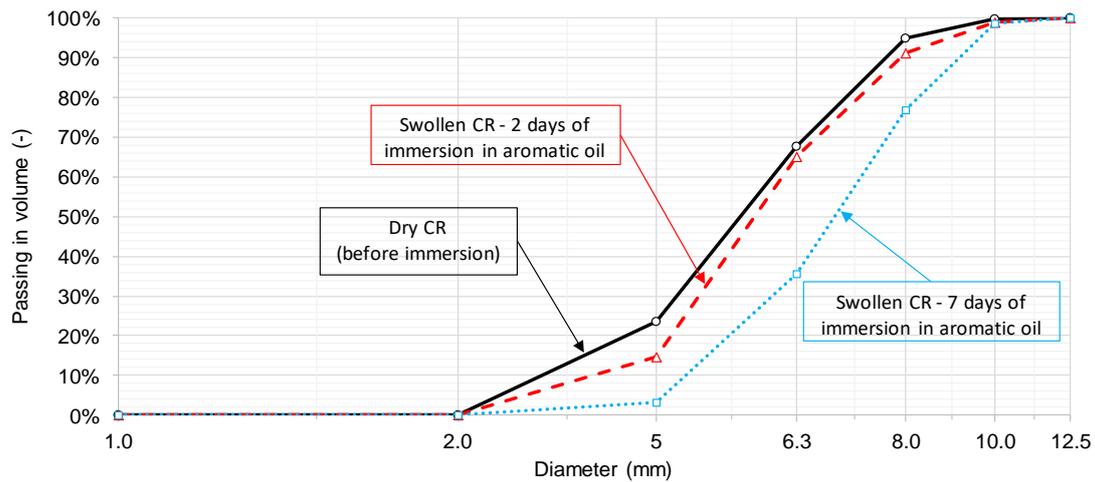


Figure 2-4: Courbes granulométriques volumiques des granules de caoutchouc 4-8 mm avant immersion et après 2 et 7 jours d'immersion dans l'huile aromatique à 20 °C

Il est observé qu'après 2 jours d'immersion des granules de caoutchouc dans de l'huile, un changement dans leur granulométrie apparaît, avec un décalage des courbes granulométriques vers des diamètres plus élevés. Ce phénomène est d'autant plus important que le temps d'immersion augmente. Cette observation peut être directement reliée à une augmentation significative du diamètre des granules de caoutchouc due à des phénomènes de gonflement. Il n'a pas été observé d'amas de granules de caoutchouc agglutinés entre eux, ce qui aurait pu fausser les résultats du tamisage.

En plus des courbes granulométriques, les taux d'absorption  $\alpha$  et de gonflement  $\xi$  ont été déterminés. La Figure 2-5 présente leurs valeurs fraction par fraction et moyennés (moyennes pondérée des fractions selon leurs proportions) après 2 et 7 jours d'immersion dans l'huile aromatique à 20 °C et après 7 jours d'immersion dans de l'Oleoflux® à 80 °C.

Les barres d'erreur présentes sont calculées par propagation des incertitudes de mesures. Les essais n'ont été réalisés qu'une seule fois, mais les déterminations du volume des pycnomètres et de la densité des huiles utilisées ont été réalisés trois fois. L'incertitude de mesure a été calculée pour chaque essai par combinaison de l'erreur due à la composante systématique de l'erreur (qui prend en compte la précision et la résolution des instruments de mesures) et de l'erreur due à la composante aléatoire (qui prend en compte les erreurs de répétabilité des mesures et est déterminée par une approche statistique).

Pour les fractions ayant été immergées dans l'huile aromatique à 20 °C, une augmentation moyenne de 20,2% du volume initial des granules de caoutchouc est visible (avec un maximum

de près de 27,0 % pour la fraction 2-5 mm) après 2 jours d'immersion et de 36,0 % du volume initial après 7 jours (avec un maximum de près de 45,0 %, toujours pour la fraction 2-5 mm). Il est également à noter que de manière générale le taux de gonflement diminue avec l'augmentation de la taille de la fraction considérée (les fractions les plus petites sont généralement celles qui montrent les taux gonflement plus importants). Une explication plausible pour cette observation est que la surface spécifique des granulats augmente lorsque le diamètre des particules de caoutchouc diminue, induisant donc plus de surfaces d'échange entre les granulats de caoutchouc et l'huile et donc un taux de gonflement plus important.

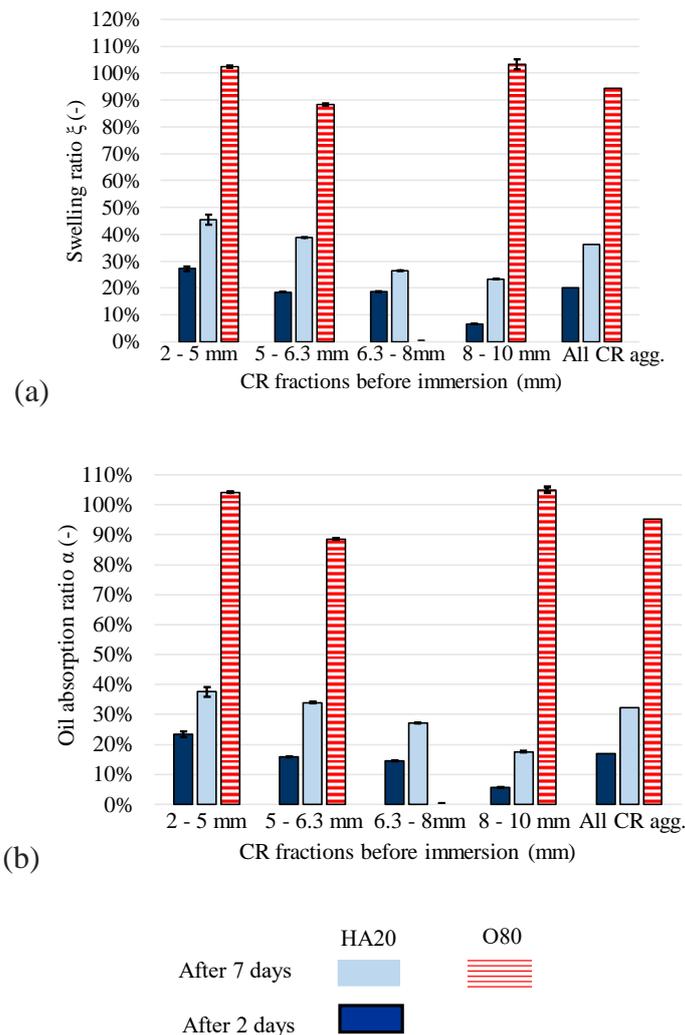


Figure 2-5 : Taux d'absorption  $\alpha$  et de gonflement  $\xi$  des fractions de granulats de caoutchouc après 2 et 7 jours d'immersion dans une huile aromatique à 20 °C et après 7 jours d'immersion dans de l'oleoflux® à 80 °C (les barres d'erreurs sont obtenues par le calcul des incertitudes)

Les mêmes observations peuvent être faites pour le taux d'absorption des granulats de caoutchouc, avec une absorption d'huile de 16,9% de leur volume après 2 jours et de 32,2%

après 7 jours. Les résultats ne permettent pas de conclure sur une éventuelle stabilisation du gonflement et de l'absorption après 7 jours. Des tests supplémentaires seraient nécessaires, avec des temps d'immersion plus élevés. De plus, l'essai réalisé sur la fraction 6,3 mm - 8 mm n'a pas pu être exploité, le pycnomètre ayant explosé durant l'essai, sous l'effet de la pression exercée par les granulats de caoutchouc qui gonflaient.

Pour les fractions ayant été immergées dans l'Oléoflux<sup>®</sup> à 80°C pendant 7 jours, les valeurs des taux d'absorption  $\alpha$  et de gonflement  $\xi$  sont nettement supérieures à celles obtenues après 7 jours de gonflement à 20 °C dans l'huile aromatique. Toutefois, il n'est pas possible de juger quel paramètre entre le changement d'huile et l'augmentation de température est en cause. Une augmentation moyenne de 95,3% du volume initial des granulats de caoutchouc est observée, avec une absorption moyenne d'huile de 94,5% de leur volume. De plus, il y a peu de différences entre les taux déterminés pour les différentes fractions et, pour chaque fraction, un écart assez petit entre la valeur du taux d'absorption et la valeur du taux de gonflement.

Ainsi, ces premiers résultats montrent que le temps et le type d'huile ont une influence sur les propriétés d'absorption et le gonflement des granulats de caoutchouc :

- Plus le contact entre les granulats de caoutchouc et l'huile est prolongé, plus les phénomènes de gonflement et d'absorption sont exacerbés.
- L'utilisation d'Oléoflux<sup>®</sup> permettrait également une augmentation de ces phénomènes, mais cela reste à vérifier car seul l'essai à 80 °C ayant été réalisé, il n'est pas possible de conclure sur le seul effet de l'huile.

Comme déjà expliqué dans la section 1.1.2, en approximant les granulats de caoutchouc par des sphères, il a été possible de déterminer l'augmentation en volume des granulats de caoutchouc par rapport à la surface de granulat initiale,  $\frac{\Delta v(t)}{S_{CR_i}}$ , et le volume d'huile absorbée par rapport à la surface de granulat initiale,  $\frac{v_{OAb}(t)}{S_{CR_i}}$ .

Les diamètres minimal  $D_{min}$ , maximal  $D_{max}$  et moyen  $D_{moy}$  de chaque fraction sont présentés dans le Tableau 2-4.

Tableau 2-3 : Détails des diamètres minimaux  $D_{min}$ , des diamètres maximaux  $D_{max}$  et des diamètres moyens  $D_{moy}$  des fractions granulaires

	<b>D<sub>min</sub></b>	<b>D<sub>max</sub></b>	<b>D<sub>moy</sub></b>
	<b>(mm)</b>	<b>(mm)</b>	<b>(mm)</b>
<b>Fraction 2 – 5 mm</b>	2	-	3,5
	-	5	3,5
<b>Fraction 5 – 8 mm</b>	5	-	6,5
	-	8	6,5
<b>Fraction 8 – 10 mm</b>	8	-	9,0
	-	10	9,0
<b>Fraction 10 – 12,5 mm</b>	10	-	11,25
	-	12.5	11,25

Ainsi, pour une même fraction granulaire, deux valeurs, minimale et maximale, de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  peuvent être calculées et tracées selon le même diamètre moyen  $D_{moy}$ , en fonction du diamètre ( $D_{max}$  ou  $D_{min}$ , respectivement) utilisé pour le calcul de la surface spécifique  $s_{CR_i}$ .  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  sont tracés en fonction du diamètre moyen  $D_{moy}$  des granulats pour chaque fraction après 2 et 7 jours d'immersion dans l'huile aromatique à 20 °C dans la Figure 2-6 et après 7 jours d'immersion dans l'oleoflux® à 80 °C dans la Figure 2-8.

Les moyennes (pondérées par rapport aux proportions données par la courbe granulométrique du caoutchouc) et écarts types ont également été calculés. Les barres d'erreur correspondent aux mesures de propagation d'incertitudes réalisés. Après 2 jours d'immersion, une valeur de  $14,9 \pm 3,8$  (%.mm) est obtenue pour  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et de  $17,9 \pm 5,0$  %.mm pour  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$ . Après 7 jours d'immersion, une valeur de  $29,3 \pm 5,0$  (%.mm) est obtenue pour  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et de  $32,6 \pm 4,5$  %.mm pour  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$ . Globalement, on n'observe pas d'évolution significative de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  avec le diamètre. Cela montre que le volume d'huile absorbée et l'augmentation en volume des granulats de caoutchouc sont proportionnels à la surface initiale des granulats de caoutchouc,

indépendamment du diamètre de ceux-ci. Comme précédemment, il est montré une augmentation de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  avec le temps d'immersion.

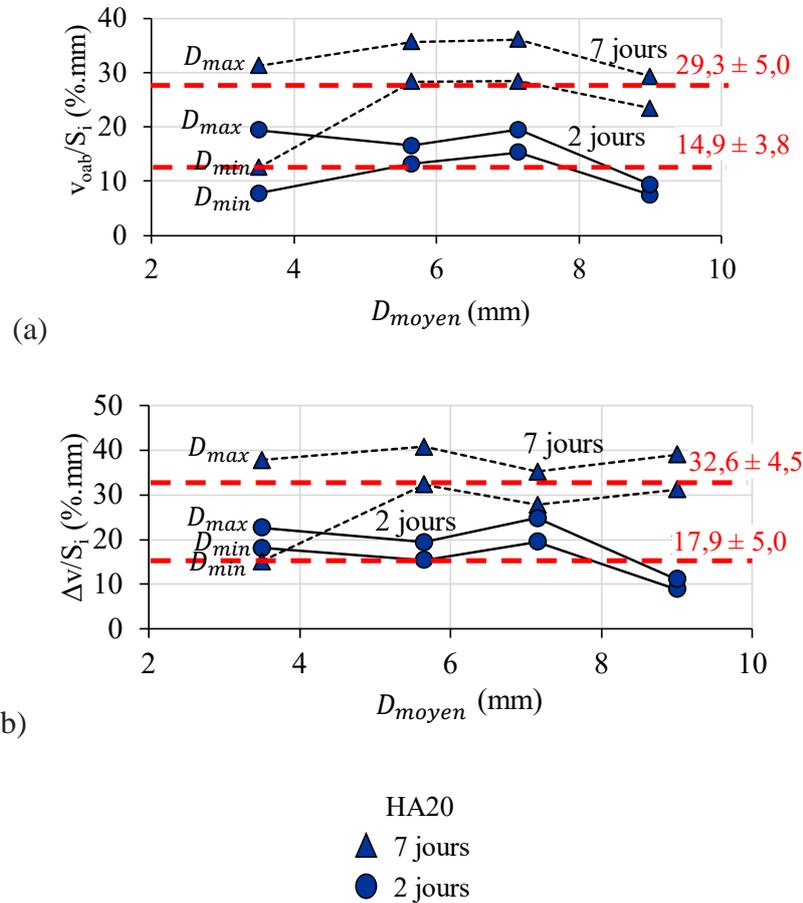


Figure 2-6 :  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  en (a) et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  en (b) tracés en fonction du diamètre moyen  $D_{moy}$  des granulats pour chaque fraction après 2 et 7 jours d'immersion dans une huile aromatique à 20 °C

Les moyennes de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  précédemment calculées ont par la suite été tracées en fonction du temps d'immersion (2 jours et 7 jours) dans la Figure 2-7, dans le but d'étudier la cinétique d'évolution de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  et éventuellement pouvoir identifier le plateau d'équilibre.

D'un point de vue empirique, dans la littérature il est préconisé de représenter la cinétique du gonflement par des lois hyperboliques, logarithmiques ou puissances (Serratrice & Soyez, 199 C.E.). Dans le cas présent, du fait du faible nombre de points expérimentaux disponibles, une régression polynomiale a été ajustée sur les données expérimentales (en ajoutant l'origine). Plus d'essais seraient nécessaires pour pouvoir approximer les données expérimentales par une loi de cinétique empirique.

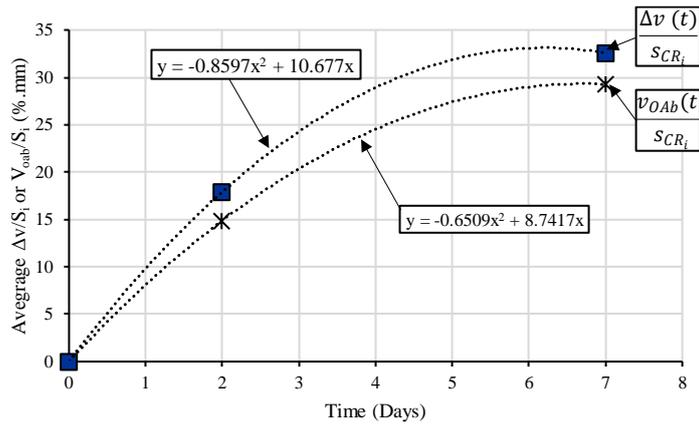


Figure 2-7 :  $\frac{v_{OAb}(t)}{SCR_i}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{SCR_i}$  moyens tracés en fonction du temps après 2 et 7 jours d'immersion dans une huile aromatique à 20 °C

Les données présentées sous cette forme montrent que la valeur de  $\frac{\Delta v(t)}{SCR_i}$  moyen est égale à 90% de la valeur de  $\frac{v_{OAb}(t)}{SCR_i}$  moyen. Ainsi, l'absorption d'huile pourrait induire 90% de l'augmentation de volume des grains.

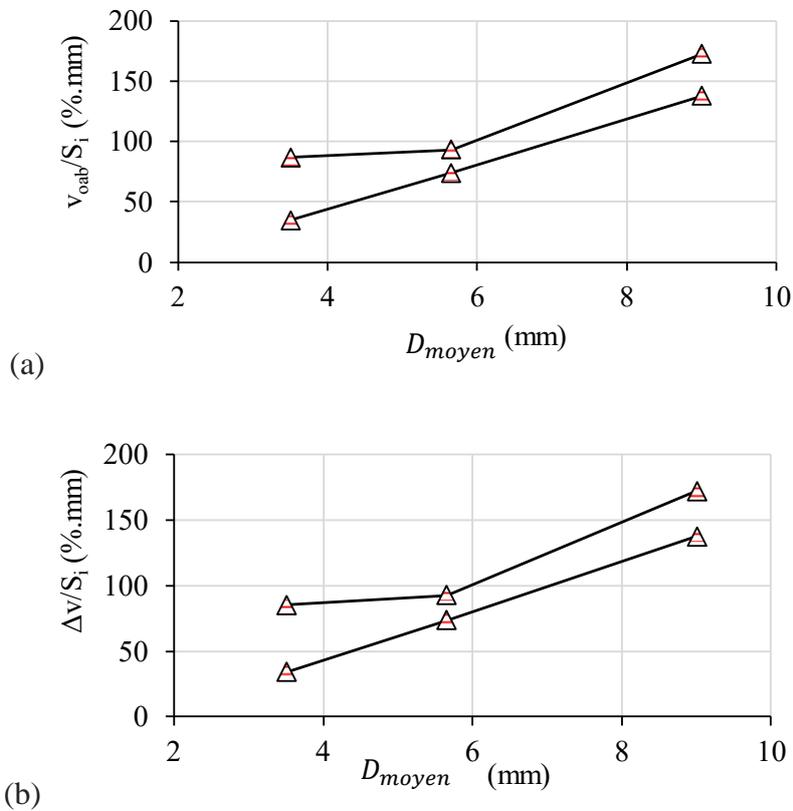


Figure 2-8 :  $\frac{v_{OAb}(t)}{SCR_i}$  en (a) et  $\frac{\Delta v(t)}{SCR_i}$  en (b) tracés en fonction du diamètre moyen  $D_{moy}$  des granules pour chaque fraction après 7 jours d'immersion dans de l'Oleoflux® à 80 °C

La même analyse a été menée pour les données obtenus des essais de gonflement et d'absorption réalisés dans l'Oléoflux® à 80°C durant 7 jours. Ainsi, la Figure 2-8 présente les valeurs de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  en fonction du diamètre moyen  $D_{moy}$  des granulats pour chaque fraction après 7 jours d'immersion dans l'Oléoflux® à 80 °C. Les moyennes pour chaque fraction ont également été calculées et contrairement aux essais réalisés dans l'huile aromatique, il est observé que  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  augmentent avec le diamètre moyen des fractions granulaires.

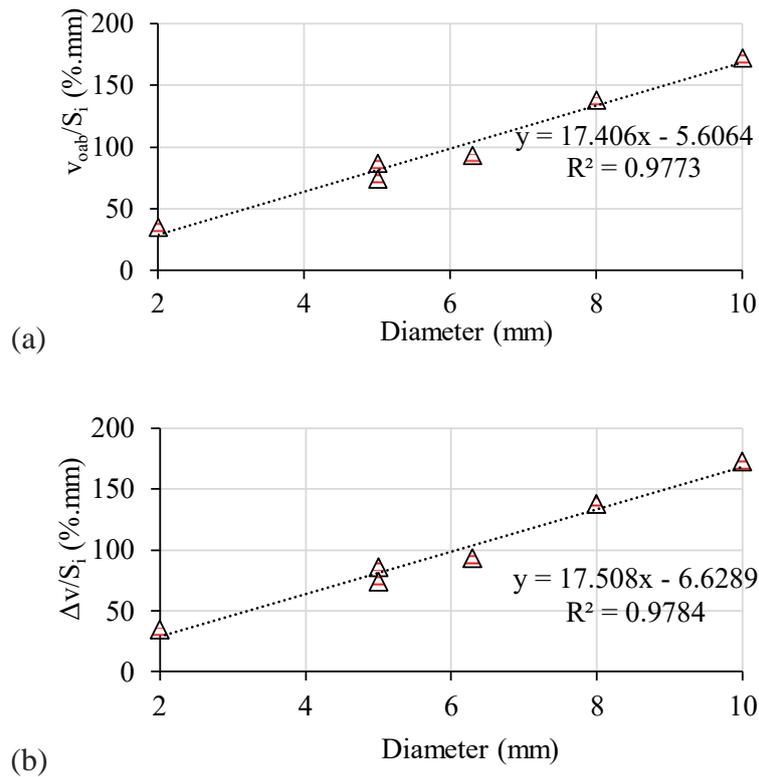


Figure 2-9 :  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  en (a) et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  en (b) tracés en fonction du diamètre minimal  $D_{min}$  et du diamètre maximal  $D_{max}$  des granulats pour chaque fraction après 7 jours d'immersion dans de l'Oleoflux® à 80 °C

En traçant  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$  en fonction du diamètre minimal  $D_{min}$  et du diamètre maximal  $D_{max}$  des granulats pour chaque fraction (Figure 2-9), une augmentation linéaire de ces valeurs en fonction du diamètre est observée, avec des coefficients de corrélation très proche de 1. Ainsi, plus la fraction est grande en taille, plus le rapport du volume d'huile absorbée (et de l'augmentation en volume des granulats de caoutchouc) sur la surface initiale des granulats de caoutchouc sera important. Il est intéressant de constater que l'évolution de  $\frac{v_{OAb}(t)}{s_{CR_i}}$  et  $\frac{\Delta v(t)}{s_{CR_i}}$

suivent exactement la même tendance et que les pentes de leur régression linéaire sont très similaires.

Les rapports des taux de gonflement sur les taux d'absorptions  $\frac{\xi}{\alpha}$  ont été tracés en fonction du diamètre moyen dans la Figure 2-10. Calculer ce rapport permettrait éventuellement d'étudier le lien entre l'augmentation du volume des granulats de caoutchouc et le volume d'huile absorbée et éventuellement de confirmer l'hypothèse que l'absorption d'huile pourrait induire 90% de l'augmentation de volume des grains. En effet, un des questionnements sur ces phénomènes concerne les mécanismes de gonflement. Comme dit dans l'introduction de ce chapitre, ces mécanismes ne sont pas encore parfaitement élucidés. Notamment, il n'est pas encore clair si l'augmentation en volume est directement liée à l'incorporation de l'huile au sein des particules de caoutchouc (à l'image d'une éponge qui gonflerait). Ainsi, si le rapport entre l'augmentation de volume des grains de caoutchouc et le volume d'huile absorbée était supérieur à 1, cela signifierait que l'augmentation en volume des granulats de caoutchouc est supérieure au volume d'huile absorbée et donc qu'il y aurait éventuellement d'autres phénomènes en jeu. Si le rapport était égal à 1, cela signifierait que l'augmentation en volume des granulats de caoutchouc est égale au volume d'huile absorbée et il serait donc légitime de se demander si l'augmentation en volume ne serait tout simplement pas directement due à l'absorption des huiles. Enfin, si le rapport était inférieur à 1, cela signifierait que l'augmentation en volume des granulats de caoutchouc est inférieure au volume d'huile absorbée. Dans ce dernier cas, cela signifierait que d'autres phénomènes entrent en jeu et pourraient entraîner une réduction du volume final des grains de caoutchouc (déperdition de matière, réactions chimiques, etc...). Les résultats montrent que pour les essais réalisés dans l'huile aromatique à 20°C après 2 et 7 jours, le rapport  $\frac{\xi}{\alpha}$  moyen est constant et égal à 1,2, soit supérieur à 1. Pour les essais réalisés dans l'Oléoflux® à 80°C après 7 jours, le rapport  $\frac{\xi}{\alpha}$  moyen est également constant et égale à 0,99, soit très proche de 1.

Ainsi, dans le cas des essais réalisés avec l'oléflux®, il est probable que le gonflement des granulats soit directement induit par le phénomène d'absorption des huiles. La même conclusion peut être faite dans le cas des essais de gonflement dans l'huile aromatique avec en plus la présence éventuelle d'autres phénomènes en jeu qui entraîneraient un gonflement plus important. Ces phénomènes ne sont pas identifiables à partir des résultats des essais réalisés.

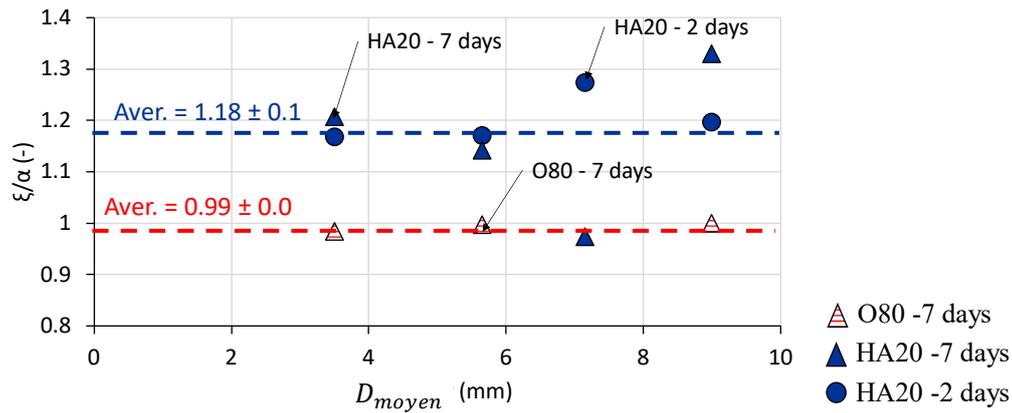


Figure 2-10 : Rapports  $\frac{\xi}{\alpha}$  tracés en fonction du diamètre moyen  $D_{moy}$  des granulats pour chaque fraction après 2 et 7 jours d'immersion dans une huile aromatique à 20°C et après 7 jours d'immersion l'Oleoflux® à 80°C

Afin de pouvoir étudier plus finement les effets du temps et de l'huile utilisée, la suite des résultats s'intéresse uniquement à la fraction 5-6,3 mm car il s'agit de la seule fraction ayant été testés sur une large gamme de temps. Ainsi, la Figure 2-11 présente sous forme d'histogramme les taux d'absorption  $\alpha$  en (a) et de gonflement  $\xi$  en (b) de la fraction 5-6,3 mm de granulats de caoutchouc après 5 minutes, 30 minutes, 3 heures et 2 jours dans l'huile aromatique et dans de l'Oleoflux à 20°C et à 80°C.

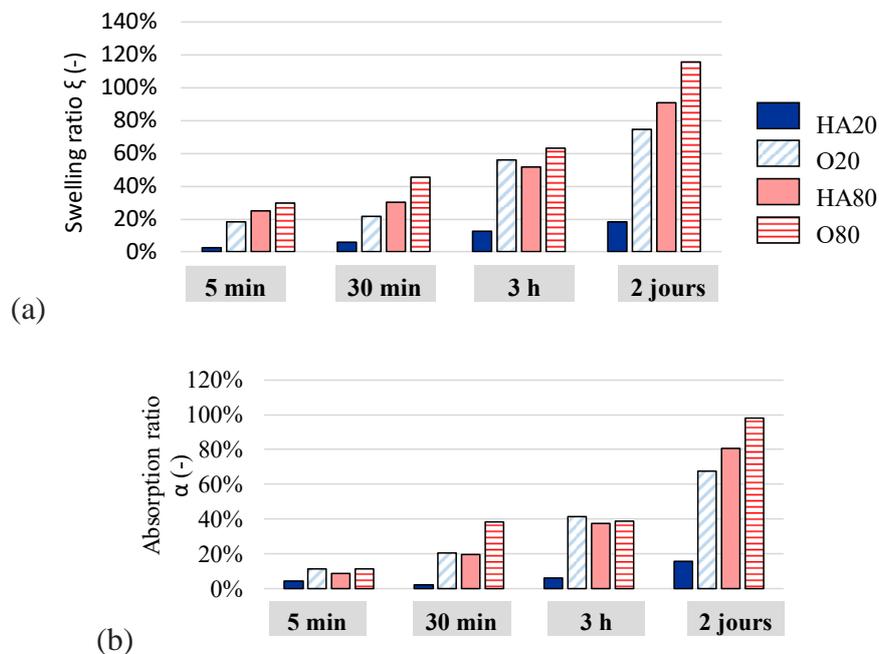


Figure 2-11 : Taux d'absorption  $\alpha$  en (a) et de gonflement  $\xi$  en (b) de la fraction 5-6,3 mm de granulats de caoutchouc après 5 min, 30 min, 3 h et 2 jours dans l'huile aromatique et dans de l'Oleoflux à 20°C et à 80°C

La Figure 2-12 présente les mêmes résultats mais tracés en fonction du temps.

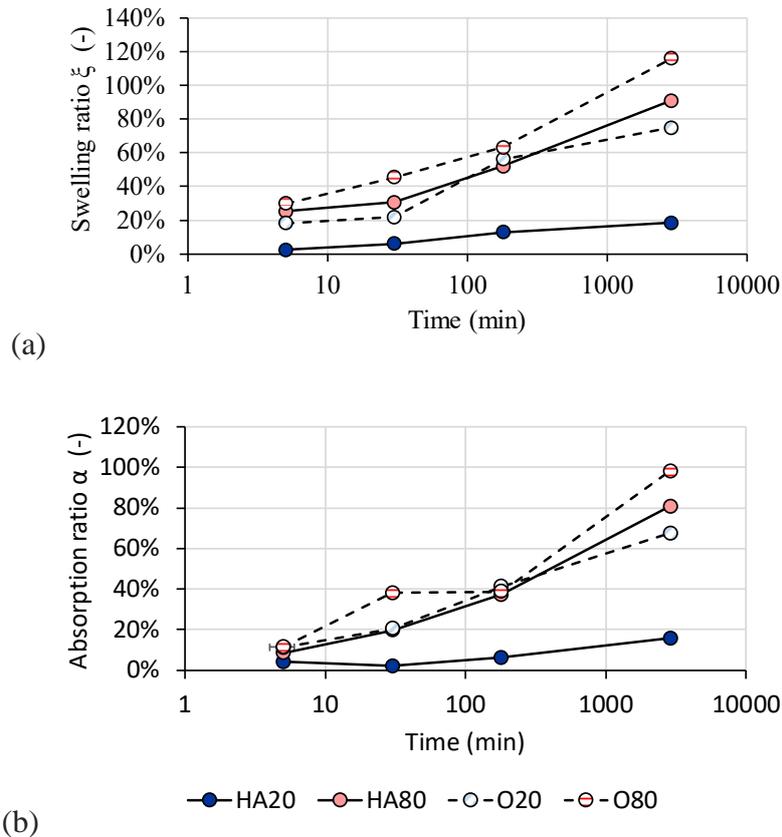


Figure 2-12 : Taux d'absorption  $\alpha$  en (a) et de gonflement  $\xi$  en (b) de la fraction 5-6,3 mm de granulats de caoutchouc en fonction du temps d'immersion dans une huile aromatique et dans de l'Oleoflux à 20°C et à 80°C

Concernant les effets du temps, quelle que soit l'huile utilisée ou la température, il est observé une augmentation des taux d'absorption et des taux de gonflement avec l'augmentation de la durée d'immersion. Il est intéressant de constater que ces phénomènes ne sont pas instantanés et qu'il faut généralement quelques heures pour atteindre des niveaux importants de gonflement et d'absorption, surtout pour l'essai réalisé avec l'huile aromatique à 20 °C.

Concernant les effets de la température, quelle que soit l'huile utilisée ou la durée d'immersion il est visible une augmentation des taux d'absorption et des taux de gonflement avec la température (sauf pour les essais réalisés avec l'huile aromatique durant 3h, où les résultats similaires à 20°C et à 80°C mais surtout la « cassure » dans l'allure de la courbe à 80°C suggèrent peut-être une erreur expérimentale).

A la vue des données expérimentales obtenues, et dans le cas où il y aurait une volonté d'optimiser le procédé de gonflement et d'absorption (en favorisant soit le temps, soit la température, soit le type d'huile), il est possible d'obtenir des résultats similaires par différents

procédés. Afin de réduire le temps d'essai, utiliser le procédé O80 durant 30 min est aussi efficace que d'utiliser le procédé O20 ou le procédé HA80 durant 3 h. Si l'impact énergétique est un problème et qu'il faille réduire la température d'essai, utiliser le procédé O20 est aussi efficace que d'utiliser le procédé HA80, quelle que soit la durée de l'essai.

Enfin, il semblerait qu'à même durée d'essai et à même température, utiliser de l'Oléoflux<sup>®</sup> permettrait d'obtenir des taux de gonflement et d'absorption plus élevés qu'utiliser l'huile aromatique. Cela pourrait s'expliquer par les différences de viscosité des deux huiles : en effet, à 20 °C et 80 °C, l'Oléoflux<sup>®</sup> est moins visqueux que l'huile aromatique. Si l'on considère les phénomènes d'absorption dus uniquement à un déplacement de l'huile à l'intérieur des pores présents dans les grains de caoutchouc, la viscosité plus élevée de l'huile aromatique par rapport à l'Oléoflux<sup>®</sup> serait en accord avec sa plus grande vitesse d'écoulement (Poiseuille, 1840) .

Cependant, le système étudié est plus complexe qu'un simple milieu poreux inerte, étant donné que les granulats de caoutchouc gonflent en même temps que les phénomènes d'absorption ont lieu. Ainsi, il est imaginable que la taille des pores aurait tendance à augmenter avec le gonflement des grains, ce qui a une incidence directe sur la cinétique de déplacement des particules d'huile.

De plus, par analogie avec les réactions entre le caoutchouc et le bitume après une mise en contact prolongée, il est possible qu'au bout d'un certain temps des interactions chimiques ont lieu entre le caoutchouc et l'huile, entraînant une rupture des liaisons entre les chaînes de polymères du caoutchouc (phénomène de dévulcanisation) et donc sa « digestion » dans l'huile.

## **2.2 Evaluation du gonflement des granulats de caoutchouc en contact avec du bitume**

Les essais précédents ne suffisent pas pour évaluer les phénomènes de gonflement qui se produisent dans un enrobé bitumineux durant les étapes de fabrication et au-delà. Par conséquent, d'autres essais ont été réalisés, en utilisant cette fois du bitume à la place des huiles, avec pour objectifs :

- d'évaluer le gonflement des granulats de caoutchouc mis en contact avec du bitume
- d'étudier l'influence de la température sur le gonflement du caoutchouc.

Les matériaux testés et la procédure expérimentale suivie sont présentés dans la suite de cette section.

## 2.2.1 Matériaux testés et procédure expérimentale

### 2.2.1.1 Etude de l'influence de la température sur le gonflement du caoutchouc.

Les granulats de caoutchouc sont identiques à ceux utilisés lors des précédents essais (2.1.1).

La première étape a consisté à déterminer les courbes granulométriques de ces granulats de caoutchouc à température ambiante et à température élevée (130°C) afin d'étudier l'influence de la température sur leur gonflement.

Pour cela, un lot de 5 kg de granulats de caoutchouc (4-8 mm) a été mélangé manuellement afin de s'assurer de son homogénéité. Un échantillon de 1,4 kg a été prélevé sur les 5 kg disponibles et tamisé pour déterminer sa courbe granulométrique à température ambiante.

L'ensemble du lot de 5 kg de granulats de caoutchouc a été par la suite rassemblé à nouveau et pesé pour vérifier l'absence de pertes pendant le tamisage. Une deuxième homogénéisation manuelle a été pratiquée et les granulats placés dans une étuve à 130°C pendant 1h. Une fois encore, un échantillon de 1,4 kg a été prélevé sur les 5 kg disponibles et tamisé pour déterminer la courbe granulométrique à 130°C.

### 2.2.1.2 Evaluation du gonflement des granulats de caoutchouc mis en contact avec du bitume

L'étape suivante a consisté à préparer les échantillons de mélange « bitume/granulats de caoutchouc ». Pour cela, les 5 kg de granulats de caoutchouc à 130 °C ont été mélangés pendant 15 secondes. 574.2 g de bitume 35/50 chauffé à 165 °C ont été ajoutés aux granulats de caoutchouc (soit une teneur de 11,4% de bitume) et mélangés pendant 1 minute à la température de 173°C. La teneur en bitume du mélange a été choisie de manière à recréer le plus finement possible les conditions de contact entre le liant et les granulats de caoutchouc lors d'une fabrication classique. Il a été estimée, dans le cas d'une fabrication classique d'un enrobé GB5<sup>®</sup> contenant 4% de caoutchouc (voir Chapitre 3), la teneur volumique  $C_{CR_i}$  en granulats de caoutchouc. Cette teneur volumique est définie comme la volume de granulats de caoutchouc sur le volume total des granulats (granulats de caoutchouc et granulats minéraux).

Ainsi, le volume de liant pour l'essai a pu être calculé, en multipliant la teneur volumique en granulats de caoutchouc estimée et le volume de liant présent dans l'enrobé. Le volume est ensuite converti en masse et rapporté à 1 kg de caoutchouc.

Le mélange a été homogénéisé, pesé et finalement séparé en quatre échantillons identiques. Chaque échantillon a été conditionné à une température et une durée différente avant d'être tamisé (Tableau 2-4).

Afin d'éviter que les granulats de caoutchouc enrobés de bitume forment des amas agglomérés entre eux, il a été nécessaire de refroidir chaque échantillon à 5 °C pendant 1 h après la période de conditionnement, afin que les granulats puissent être facilement séparés manuellement et tamisés. En outre, la même procédure a été suivie avec un échantillon témoin de granulats minéraux de dimension 4-6 mm (avec la même teneur en bitume) dans le but de voir l'influence de l'enrobage sur le tamisage d'un matériau ne gonflant pas au contact du bitume. C'est pour cette raison que l'échantillon témoin à base de granulats minéraux n'a pas été soumis à aucun conditionnement après la production.

Tableau 2-4 : Détail des conditionnements (en température et durée) des différents lots

<b>Echantillon 1</b>	Pas de conditionnement	
<b>Echantillon 2</b>	80 °C pendant 2 h	
<b>Echantillon 3</b>	Température ambiante pendant 3 h	→5°C pendant 1h et tamisage
<b>Echantillon 4</b>	80 °C pendant 10 jours	
<b>Granulats minéraux 4-6 mm</b>	Pas de conditionnement	

### 2.2.2 Résultats

Les courbes granulométriques des granulats de caoutchouc à température ambiante et à 130 °C, présentées sur la Figure 2-13, étant parfaitement identiques, il est montré que la température n'a pas d'influence sur leur granulométrie. Ainsi, si un gonflement est observé, celui-ci ne sera pas dû à l'expansion thermique des granulats mais bien aux interactions avec le bitume.

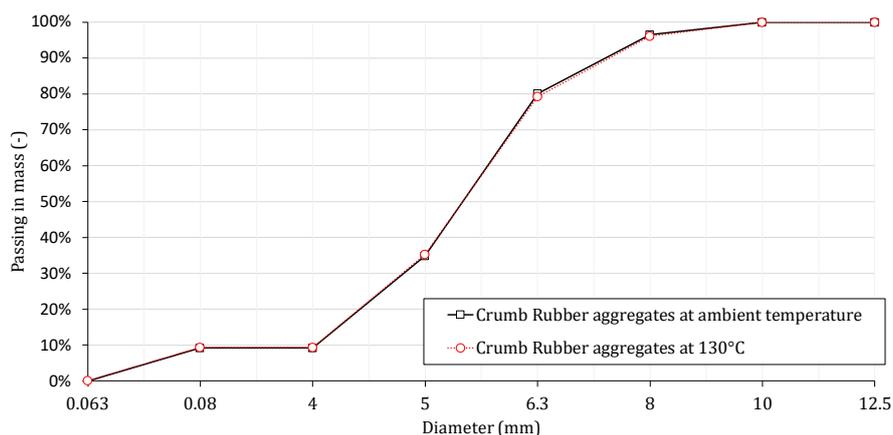


Figure 2-13 : Courbe granulométrique en masse des granulats de caoutchouc à température ambiante et à 130 °C

La Figure 2-14 présente en (a) la courbe granulométrique massique des granulats de caoutchouc avant et après enrobage avec le bitume, conditionnés selon les différentes modalités présentées dans le Tableau 2-4 et en (b) la courbe granulométrique massique des granulats minéraux avant et après enrobage avec le bitume. L'influence de l'enrobage sur la granulométrie des grains est visible en comparant les courbes obtenues pour l'échantillon témoin de granulats minéraux, avant et après enrobage par le bitume. Un décalage de la courbe granulométrique des granulats minéraux vers la droite est également observé, montrant donc une augmentation du diamètre de la fraction granulométrique à cause de la présence d'une couche de bitume à la surface des granulats. De plus, il est observé que le faisceau de différences entre la courbe des granulats de caoutchouc enrobés de bitume et la courbe des granulats de caoutchouc non enrobés est similaire au faisceau des différences entre les courbes des échantillons de granulats minéraux enrobés et non enrobés de bitume (pour les particules de taille supérieure à 2 mm). Ces résultats semblent donc indiquer qu'il n'y a pas de gonflement visible des granulats de caoutchouc (non conditionnés) au contact du bitume. Ce constat semble néanmoins à nuancer. En effet, la distribution granulométrique des granulats minéraux et des granulats de caoutchouc n'est pas la même. Il serait nécessaire de réaliser le même essai avec des granulats minéraux dont la granulométrie est identique à celle des granulats de caoutchouc.

Une nette différence est observée entre la courbe granulométrique des granulats de caoutchouc non conditionnés et les courbes granulométriques des trois autres échantillons de granulats de caoutchouc. En effet, les courbes des échantillons conditionnés sont décalées vers la droite, ce qui indique une augmentation en diamètre.

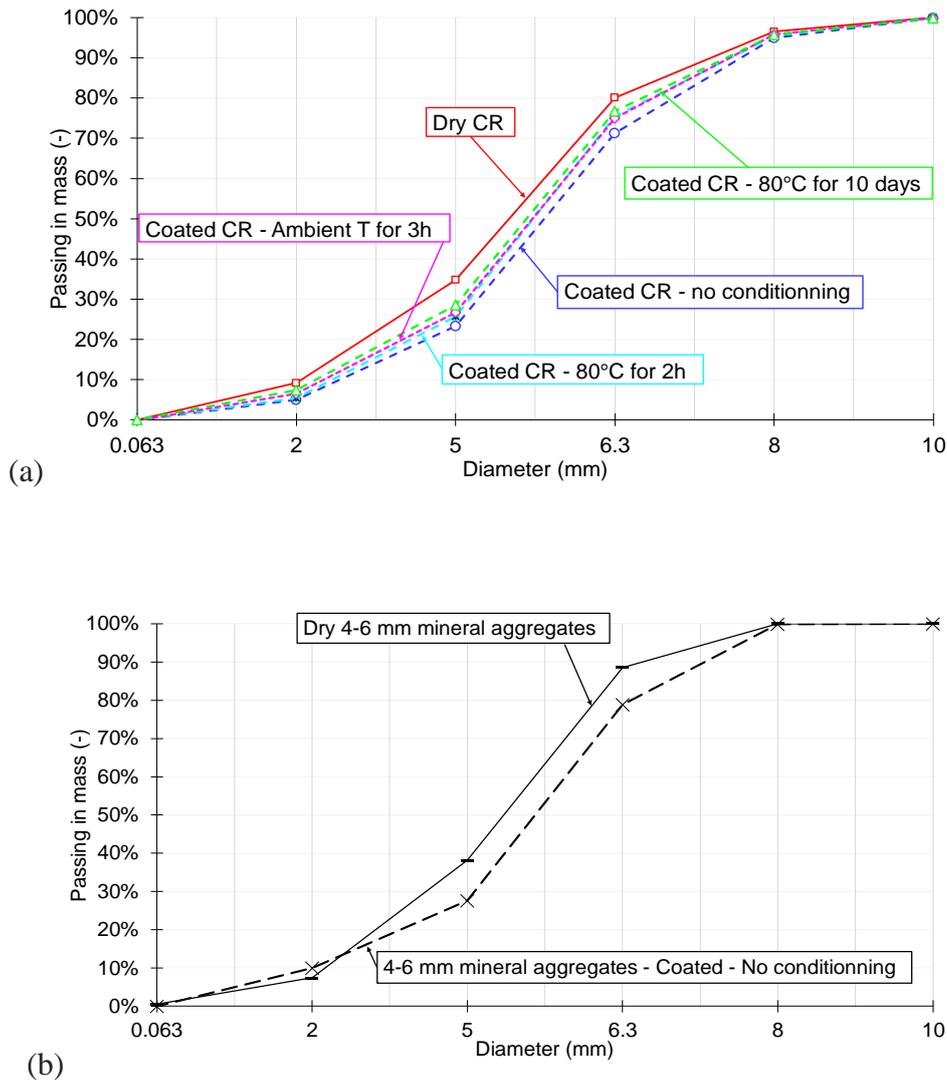


Figure 2-14 : Courbe granulométrique massique des granulats de caoutchouc en (a) et des granulats minéraux 4 – 6 mm en (b), tous enrobés de bitume et conditionnés comme présentés dans le Tableau 2-4

Bien qu'il y ait peu de différence entre les courbes granulométriques des différents échantillons de granulats de caoutchouc enrobés de bitume, il semblerait qu'une durée et une température de conditionnement plus élevées provoquent une diminution de la taille des granulats de caoutchouc par rapport à la courbe granulométrique de l'échantillon non conditionné. Cette observation suggérerait que si gonflement il y a eu, celui-ci s'est produit rapidement après enrobage. Les échantillons 2 et 3 (conditionnés à 80 °C pendant 2 h et à température ambiante pendant 3 h, respectivement) présentent des résultats similaires, indiquant que la température et la durée du conditionnement ont la même influence sur la réduction du volume. Cependant, il est à noter que l'essai n'a été réalisé qu'une seule fois, sans répétitions, pour des raisons pratiques de temps disponible pour la campagne expérimentale. Il n'est donc pas possible de juger si les différences observées entre les différentes courbes sont significatives ou non.

Ainsi, des conclusions très différentes de celles établies pour les essais d'immersion dans les huiles sont faites ici. Concernant les essais d'immersion dans les huiles, les phénomènes de gonflement ont pu être observés et quantifiés. Dans le cas des essais réalisés avec du bitume, ces phénomènes de gonflement n'ont pas pu être mis en évidence avec certitude. De plus, de par la configuration des essais de gonflement, ceux-ci semblent plus à même de reproduire les phénomènes pouvant avoir lieu au cours d'une fabrication d'enrobé avec granulats de caoutchouc que pour les essais d'immersion.

### **2.3 Estimation des phénomènes de gonflement au cours de la fabrication des enrobés bitumineux**

Un des verrous techniques concernant l'incorporation de granulats de caoutchouc par voie sèche dans les enrobés réside dans le compactage de ces matériaux. Une des particularités des granulats de caoutchouc est leur grande déformabilité. Ainsi, lors du compactage, les granulats de caoutchouc se déforment et reprennent leur volume initial une fois leur compactage fini, en raison de leurs propriétés élastiques. Ce phénomène est particulièrement marqué lors d'un compactage par chargement axial, comme dans le cas d'un compacteur à cisaillement giratoire (ou Presse à Cisaillement Giratoire, PCG).

Afin d'éviter des problèmes de compacité des enrobés produits en laboratoire avec une PCG en raison de l'élasticité du caoutchouc, il est recommandé dans la littérature de maintenir la charge après le compactage jusqu'à ce que la température des mélanges descende en dessous de 60 °C (David C. Esh, 1982). Les problèmes dus à la reprise en volume des granulats de caoutchouc peuvent cependant être minimisés en choisissant de les incorporer dans un enrobé possédant un squelette granulaire minéral avec une granulométrie discontinue et en effectuant le compactage à l'aide d'un compacteur permettant de déplacer les granulats au lieu de les comprimer (comme un compacteur à pneu de type LPC (AFNOR, 2019)).

Cette section présente l'essai mené afin d'évaluer le gonflement d'une plaque d'enrobé bitumineux contenant des granulats de caoutchouc incorporés par voie sèche, pendant 7 jours.

#### **2.3.1 Matériaux testés et procédure expérimentale**

L'enrobé bitumineux produit est une GB5<sup>®</sup> contenant 2% de caoutchouc en masse incorporé par voie sèche. Il s'agit de l'un des matériaux inclus dans la campagne expérimentale de laboratoire la thèse dédiée aux essais thermomécaniques. La courbe granulométrique et la composition de cet enrobé sont disponibles dans le chapitre suivant.

Une plaque de dimensions 500 mm x 180 mm x 100 mm a été fabriquée puis compactée à l'aide d'un compacteur à pneu de type LPC selon la norme NF EN 12697-33+A1 (AFNOR, 2019). Après compactage, le plaque a été laissée dans le moule.

Les mesures d'épaisseur ont été réalisées en 35 points de la surface supérieure de la plaque, à l'aide d'un système de comparateurs installés sur un support spécifiquement dimensionné pour s'appuyer sur les bords du moule (Figure 2-15). Le support présente cinq trous permettant le passage de l'aiguille du comparateur. Celui-ci mesure précisément la distance entre la surface de la plaque et le support. A l'aide de repères de position sur le moule, le support peut être déplacé le long de la plaque afin d'effectuer des mesures sur la totalité de la surface de la plaque



*Figure 2-15 : Photographie d'une plaque de GB5 avec bitume modifié et 2% de CR incorporé par voie sèche et du système de mesure de l'épaisseur*

### **2.3.2 Résultats**

La Figure 2-16 présente les variations de l'épaisseur de la plaque de GB5<sup>®</sup> (avec Biprène43<sup>®</sup> et 2% de CR incorporé par voie sèche) évaluées pendant 7 jours après compactage.

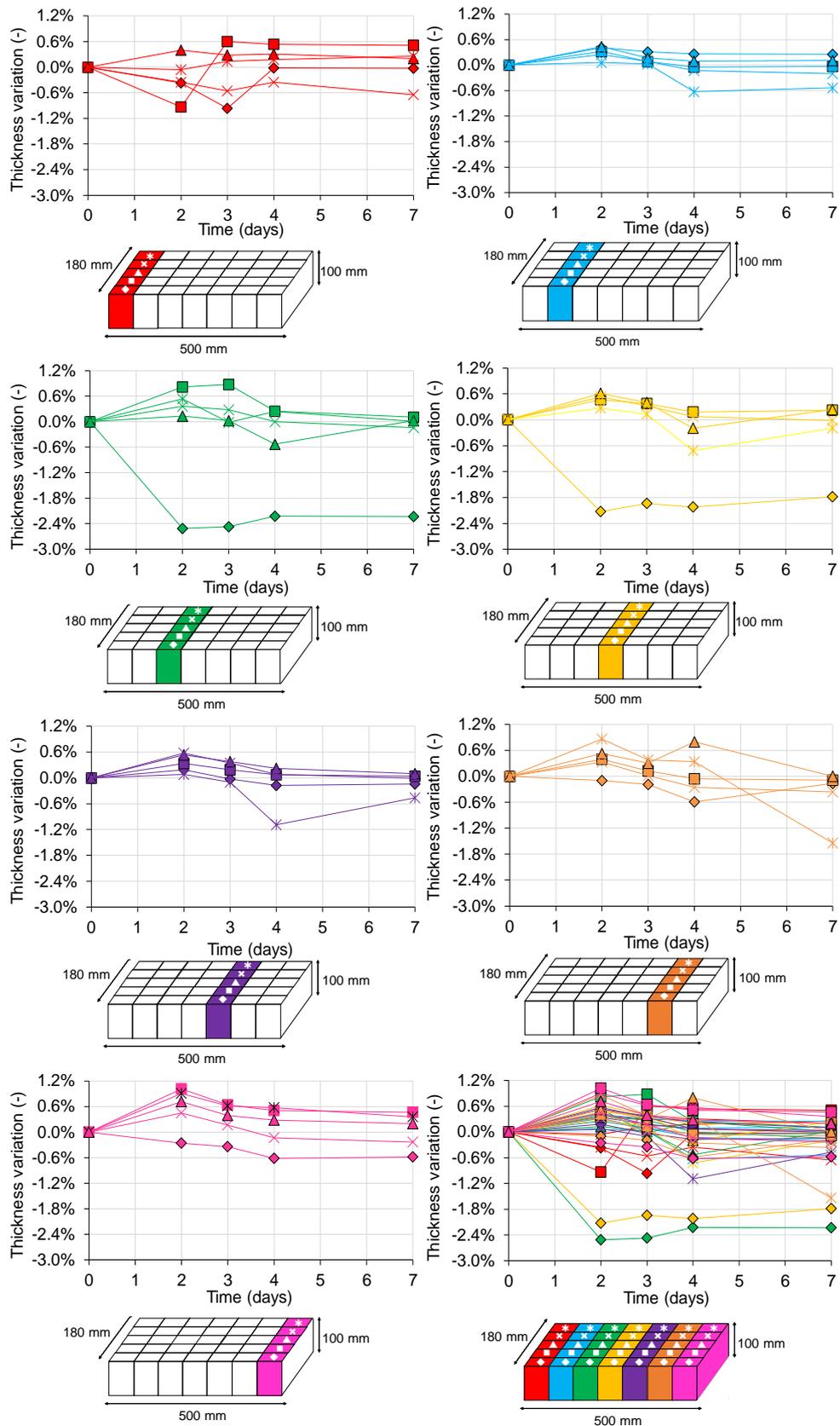


Figure 2-16 : Variations de l'épaisseur d'une plaque de GB5® avec bitume modifié (Biprène43®) et 2% de CR incorporé par voie sèche évaluées pendant 7 jours après compactage sur différentes positions (représentées par 5 symboles positionnés sur sept tranches)

Les 35 points de mesure sont représentés par 5 symboles positionnés dans 7 différentes positions selon l'axe longitudinal de la plaque, visualisées par sept tranches de couleurs différentes. Pour chaque point, cinq mesures ont été effectuées à l'aide du comparateur, après 0 (jour de fabrication de la plaque), 2, 3, 4 et 7 jours. Les mesures à 0 jours ont été prises comme valeurs de référence pour évaluer les variations d'épaisseur dans le temps. Les résultats montrent que les variations d'épaisseur sont négligeables (avec moins de 1,2% d'augmentation de l'épaisseur et moins de 2,4% de diminution de l'épaisseur par rapport à la valeur initial juste après le compactage). Les variations les plus importantes relevées sont donc négatives et ne sont probablement pas liées à un éventuel phénomène de gonflement des granulats de caoutchouc. De plus, elles sont situées en bordure de la plaque où les effets de bord sont les plus importants. Ces résultats permettent de valider l'utilisation d'un compacteur à pneu de type LPC pour produire les plaques d'enrobés avec caoutchouc en vue de l'obtention d'éprouvettes pour des essais mécaniques. Ces résultats sont également en accord avec les conclusions des essais de gonflement réalisés avec du bitume, à savoir que les phénomènes de gonflement n'ont pas été mise en évidence au cours de ces essais.

## **2.4 Conclusions du chapitre**

L'objectif de ce chapitre est de décrire les essais et les analyses menées pour évaluer les propriétés de gonflement et d'absorption des granulats de caoutchouc, afin d'anticiper les phénomènes pouvant se produire lors de la production d'enrobés bitumineux avec granulats de caoutchouc ajoutés par voie sèche.

Trois essais différents ont été menés :

- Les taux de gonflement et d'absorption ont été déterminés en immergeant des granulats de caoutchouc de dimensions 4/8 mm dans deux types d'huile (une huile aromatique et de l'Oléoflux<sup>®</sup>), à différentes températures et pour des durées d'immersion jusqu'à 7 jours ;
- Des granulats de caoutchouc similaires ont été mélangés à du bitume à 173°C et séparés en différents échantillons, avec différents conditionnements en temps et en température, afin de déterminer les différences entre leurs courbes granulométriques avant et après enrobage et conditionnement ;
- Enfin, le gonflement d'une plaque d'enrobé bitumineux contenant 2% de CR ajouté par voie sèche a été mesuré pendant 7 jours.

Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Une augmentation des taux de gonflement et d'absorption des granulats de caoutchouc avec le temps d'immersion dans l'huile aromatique et l'Oléflux<sup>®</sup> et la température a été observée. Les essais menés avec de l'Oleoflux<sup>®</sup> ont notamment montré des taux plus importants que pour les essais menés avec l'huile aromatique ;
- La courbe granulométrique des granulats de caoutchouc ne montre pas de variations significatives avec la température (entre température ambiante et 130°C), ce qui laisse exclure des variations de volume de ces matériaux dues uniquement à leur dilatation thermique lors de la production des enrobés bitumineux. Plus d'essais sont nécessaires pour juger les variations de diamètre des granulats de caoutchouc enrobés par du bitume lors d'un conditionnement prolongé et à différentes températures.
- Aucune variation significative d'épaisseur n'a été observé pour la plaque d'enrobé bitumineux pendant 7 jours.

Le compacteur à pneu de type LPC permet un bon compactage des plaques d'enrobé bitumineux contenant des granulats de caoutchouc incorporés par voie sèche. Sur la base d'essais préliminaires réalisés en amont de ce travail de thèse, il n'est pas recommandé d'utiliser un compacteur à chargement axial comme le compacteur à cisaillement giratoire.

Les résultats de ces essais ont été utilisés par la suite pour la formulation des matériaux de la thèse, présentée dans le chapitre 3.



### **3. Matériaux testés : formulation et fabrication**

Dans le but de fabriquer les différents enrobés destinés à être testés dans le cadre de ce travail de thèse, il a été nécessaire de se pencher finement sur la formulation des enrobés contenant du caoutchouc. En effet, l'incorporation des granulats de caoutchouc se faisant par substitution d'une part des granulats minéraux, certains verrous présentés dans ce chapitre ont empêché de procéder à une approche « classique » de formulation

De plus, la reconnaissance des phénomènes d'interactions entre le bitume et le caoutchouc, mis en évidence et quantifiés dans le chapitre 2 précédent, entraîne également des questionnements vis-à-vis de la formulation. En effet, si l'ajout de caoutchouc a pour conséquence une absorption non négligeable des fractions légères du bitume, il est raisonnable de songer à compenser cette perte par un ajout de bitume d'apport ou d'un autre additif. Mais dans ce cas où il y aurait éventuellement un surdosage initial en bitume d'apport, la composition du liant total serait changée par rapport aux enrobés de référence. De plus, si le gonflement du caoutchouc est non négligeable, il peut-être important de le considérer dans la formulation.

Ce chapitre s'intéresse donc aux différentes étapes de formulation ayant permis la fabrication des enrobés de la thèse, ainsi qu'à la fabrication des autres matériaux testés.

### **3.1 Résumé des matériaux testés**

La campagne expérimentale est définie autour de six enrobés bitumineux différents, produits au laboratoire d'Eiffage Infrastructures (Corbas). La Figure 3-1 ci-dessous présente les principaux paramètres de formulation définis par l'étude de formulation réalisée et présentée dans les sections suivantes.

L'enrobé de référence est une GB5<sup>®</sup>, sans caoutchouc et déclinée en deux formules selon la nature du bitume : un bitume pur 35/50 et un bitume modifié par ajout de polymère SBS, le Biprène 43<sup>®</sup>.

La formulation des enrobés contenant du caoutchouc et des agrégats d'enrobés est réalisée à partir des enrobés GB5<sup>®</sup> de référence. Le caoutchouc étant à incorporer par voie sèche, il va remplacer une partie des granulats minéraux. Deux teneurs en caoutchouc sont choisies : 2,0% et 4,0% en masse (sur la masse totale d'enrobé), soit respectivement 4,2% et 8,1% en volume. Tous les matériaux contiennent le même volume d'Agrégats d'Enrobés (AE), soit 26%. Ils contiennent également le même volume et les mêmes propriétés du liant total (sous réserve d'un mélange parfait entre le bitume d'apport et le bitume issu des AE). Les courbes

granulométriques volumétriques entre les enrobés de référence et les enrobés avec caoutchouc sont enfin très similaires.

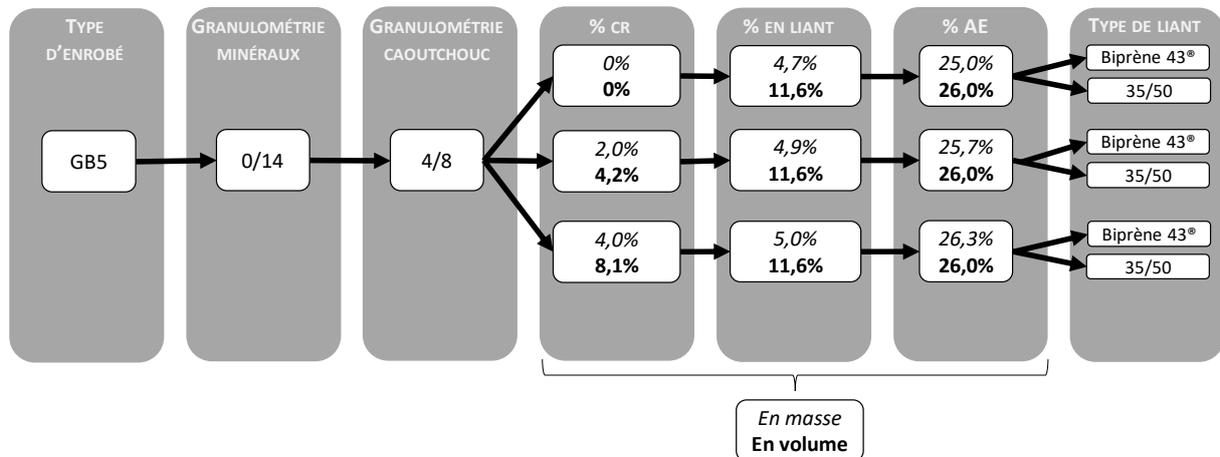


Figure 3-1 : Formules des différents enrobés fabriquées au cours de ce travail de thèse

En plus des enrobés, 9 éprouvettes en caoutchouc (Butadiène Rubber) ont été fabriquées en vue d'étudier le comportement thermomécanique du caoutchouc.

## 3.2 Caractéristiques des constituants

### 3.2.1 Caractéristiques des bitumes

Deux liants sont utilisés dans le cadre de cette thèse pour la confection des enrobés bitumineux :

- Un bitume pur 35/50
- Un bitume 35/50 modifié avec polymère SBS, le Biprène 43®

En plus de ces bitumes incorporés, du bitume issu des AE est naturellement présent dans les formulations, du fait de la présence d'AE dans le squelette minéral de tous les enrobés. La teneur en liant des AE est de 4,94% (sur la masse totale d'AE). Ces bitumes ont été caractérisés en amont par des essais de pénétrabilité à l'aiguille (NF EN 1426, 2007) et des essais de température de ramollissement bille et anneau (NF EN 1427, 2007) (AFNOR, 2018, 2018a). Les résultats sont présentés dans le Tableau 3-1 :

Tableau 3-1 : Caractéristiques des liants utilisés dans la fabrication des enrobés de la thèse

Type de liant	Pénétrabilité (dmm)	Température de ramollissement B&A (°C)
Bitume Pur 35/50	39	53,4
Biprène 43 <sup>®</sup>	-	-
Bitume issu des RAP	12	70,9

### 3.2.2 Caractéristiques des granulats

En plus du filler et des AE, trois fractions granulométriques ont été utilisées. Leur nature et leur provenance sont indiquées dans le Tableau 3-2 :

Tableau 3-2 : Nature et provenance des granulats minéraux utilisés

Produit	Producteur	Nature minéralogique
Gravillon 10/14		
Gravillon 6/10	Carrière de Voutré	Rhyolite
Sable 0/2		
Filler PK2A	Carrière PIKETTY	Calcaire
Agrégat d'enrobé	Poste Monthyon Enrobés	-

Les caractéristiques des granulats ont été déterminées au laboratoire d'Eiffage (Corbas) et les résultats sont présentés en annexe.

### 3.2.3 Caractéristiques des granulats de caoutchouc

Les granulats de caoutchouc (CR pour « Crumb Rubber » en anglais), fournis par Aliapur, sont issus de pneumatiques usagés. Ils contiennent 50 à 55% de caoutchouc, dont 30 à 35% de caoutchouc naturel. Ils sont obtenus par broyage de morceaux grossiers de pneumatiques. Leur dimension se situe généralement entre 0,8 et 20 mm. Le broyat de caoutchouc est ensuite dissocié des filaments métalliques par l'utilisation d'aimants. Pour retirer les fibres textiles, des techniques par aspirations sont utilisées.

Les granulats sont ensuite triés par tamisages successifs afin de sélectionner, le plus souvent, trois types de coupes granulaires: 0,5 à 2,5 mm (utilisés habituellement pour les gazons synthétiques), 1 à 4 mm (adaptés aux aires de jeux par exemple) et 2 à 8 mm (destinés aux pistes d'athlétisme par exemple).

Pour cette étude, les granulats sont de dimension 4/8mm. Cette coupe particulière a été spécialement conçue pour s'insérer parfaitement dans le squelette minéral des enrobés. La courbe granulométrique du caoutchouc utilisé au cours de cette thèse est présentée ci-dessous (Figure 3-3).

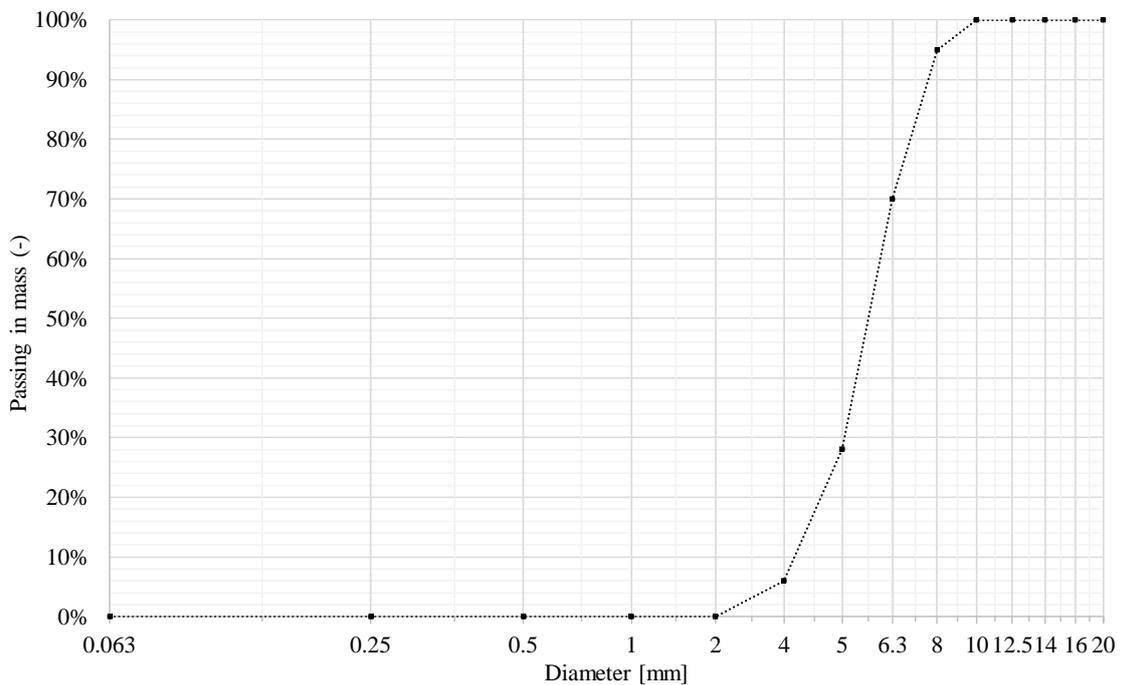


Figure 3-2 : Courbe granulométrique des granulats de caoutchouc 4/8 mm utilisés

### 3.3 Les enrobés de référence, sans granulats de caoutchouc

Le Tableau 3-3 présente les proportions en granulats et liant pour les deux enrobés de référence, avec bitume pur 35/50 et liant modifié Biprène 43<sup>®</sup> :

Tableau 3-3 : Composition en masse et en volume des enrobés de référence sans caoutchouc

	Reference mixture without CR	
	Mass content	Volume content
RAP:	25.0%	26.0%
- Aggregates	23.8%	22.9%
- bitumen	1.2%	3.1%
Aggregates:	71.5%	65.4%
- 10/14	44.5%	40.5%
- 6/10	10.0%	9.1%
- 0/2	13.5%	12.6%
- Filler	3.5%	3.3%
- CR 4/8	-	-
Binder (35/50 or SBS mod. binder)	3.5%	8.6%

Il est notable qu'un quart de la masse totale est constituée de l'agrégat d'enrobé (granulat et bitume).

Les fractions granulaires et la courbe granulométrique reconstituée des enrobés de référence sont présentées dans la Figure 3-3 suivante :

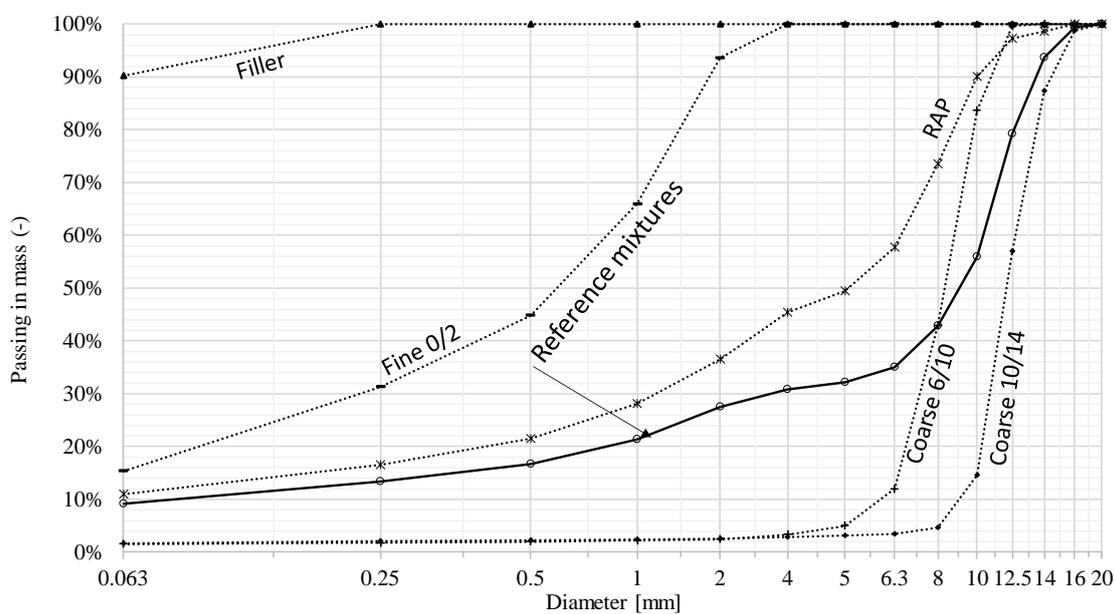


Figure 3-3 : Courbes granulométriques des différentes fractions granulaires minérales et courbe reconstituée des enrobés de référence sans caoutchouc

La particularité de ce squelette granulaire réside dans la coupe granulométrique, avec une discontinuité en 2-6 mm favorisant le contact entre les granulats de diamètre élevé.

### **3.4 Approche volumétrique pour la formulation des enrobés avec granulats de caoutchouc**

Les granulats de CR ont une densité très largement inférieure à celle des granulats minéraux. Une incorporation « traditionnelle », en remplaçant une masse de granulats minéraux par une même masse de granulats de CR ne semble pas être un choix judicieux car il en résulterait une augmentation du volume du mélange total et une modification du squelette granulaire. L'approche considérée a donc été de conserver un volume de granulats et donc un volume total identique entre les différents matériaux.

Afin de pouvoir formuler les enrobés contenant du caoutchouc, une fiche de calcul Excel® a été réalisée. Le principe de cet outil est présenté dans la Figure 3-4. La première étape a consisté à convertir les courbes granulométriques de chaque fraction granulaire (minérale et caoutchouc) en volume en utilisant les densités présentées dans le Tableau 3-4 ci-dessous.

*Tableau 3-4 : Densités des différentes composants entrant dans la composition des enrobés*

<b>Composants</b>	<b>Densités (-)</b>
Gravillon 2/14 mm	2.76
Sable 0,063/2 mm	2.67
Filler <0,063 mm	2.70
Granulat de caoutchouc « sec »	1.17
Bitume (apport et RAP)	1.02
Granulats d'AE	2.60

A partir des courbes granulométriques en volume de chaque composant, la courbe reconstituée du squelette granulaire de l'enrobé avec caoutchouc peut ainsi être déterminée. L'idée étant d'obtenir des courbes reconstituées le plus proche possible de celle des enrobés de référence, les écarts au carré pour chaque passant (0,063 ; 0,25 ; 0,5 ; 1 ; 2 ; 5 ; 6,3 ; 8 ; 10 ; 12,5 ; 14 ; 16 ; 20) sont calculés, en vue de minimiser leur somme en utilisant l'outil Solver du logiciel Excel®. La minimisation des écarts nécessite de définir des « contraintes » de formulation. Ces contraintes vont dépendre des différentes proportions en granulat et caoutchouc à introduire et sont présentées ci-dessous :

1. Une teneur volumique en agrégats d'enrobés (granulat et bitume) identique pour tous les matériaux.

Il a été décidé de maintenir constant le volume d'agrégat d'enrobé pour deux raisons : une diminution de la teneur en agrégat d'enrobé engendrerait une modification de la teneur en bitume, qu'il aurait fallu compenser par un ajout de bitume. La composition du bitume total (défini comme le mélange bitume « neuf » et bitume issu des AE) serait également différente pour les différents mélanges. De plus, l'intérêt de remplacer un matériau recyclé (l'AE) par un autre matériau recyclé (les granulats de CR) ne semble pas être un choix judicieux.

1. Une teneur volumique en bitume neuf identique pour tous les matériaux.
2. Incorporer 2% ou 4% de caoutchouc

Les teneurs en caoutchouc choisies sont de 2% et 4%, définies comme la masse de caoutchouc sur la masse totale de l'enrobé (granulat minéraux, caoutchouc et liant).

3. Conserver un volume de granulats identique entre les enrobés de référence et les enrobés contenant du CR.

Une fois les différentes contraintes imposées, il s'agit de définir les variables, qui sont les proportions des différents granulats : le solveur va ainsi rechercher le meilleur jeu de variable permettant de minimiser la somme des écarts au carré entre les courbes granulométriques de l'enrobé avec caoutchouc et de son enrobé de référence et de satisfaire l'ensemble des contraintes imposées.

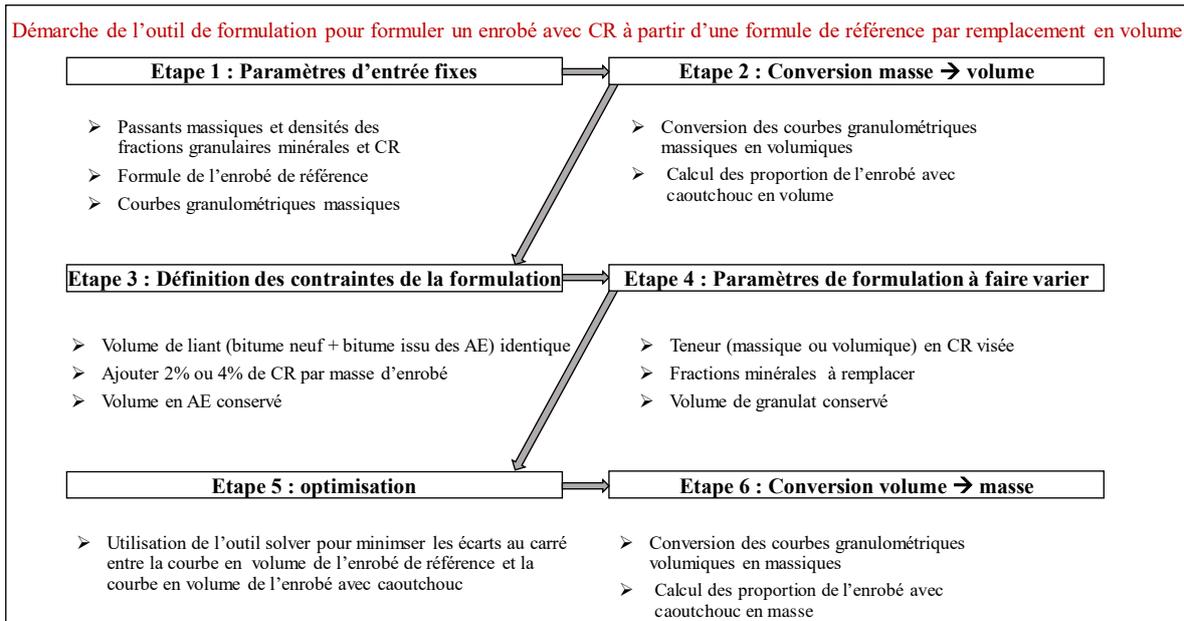


Figure 3-4 : Schématisation des étapes de formulation de la fiche de calcul Excel® développée

Les courbes reconstituées des enrobés contenant 2% et 4% de caoutchouc en masse sont disponibles dans la Figure 3-5 ci-dessous.

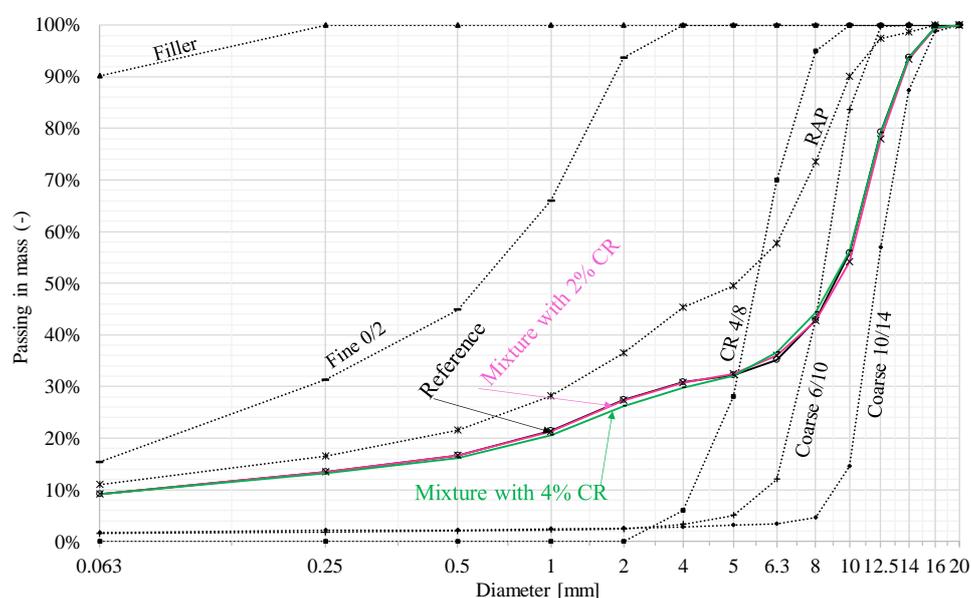


Figure 3-5 : Courbes granulométriques des différentes fractions granulaires minérales et courbe reconstituée des enrobés avec et sans caoutchouc

Le Tableau 3-5 présente les proportions en granulats et liant pour tous les enrobés de de la thèse.

Tableau 3-5 : Composition en masse et en volume des enrobés avec et sans caoutchouc

	Mixtures		Mixtures		Mixtures	
	without CR		with 2% of CR		with 4% of CR	
	Mass content	Volume content	Mass content	Volume content	Mass content	Volume content
<b>RAP:</b>	<b>25.0%</b>	<b>26.0%</b>	25.7%	<b>26.0%</b>	26.3%	<b>26.0%</b>
<i>Aggregates</i>	23.8%	<b>22.9%</b>	24.4%	<b>22.9%</b>	25.0%	<b>22.9%</b>
<i>35/50 bit.</i>	1.2%	<b>3.1%</b>	1.3%	<b>3.1%</b>	1.3%	<b>3.1%</b>
<b>Aggregates:</b>	71.5%	<b>65.4%</b>	70.7%	<b>65.4%</b>	70.0%	<b>65.4%</b>
<i>10/14</i>	44.5%	<b>40.5%</b>	47.3%	<b>41.9%</b>	49.9%	<b>43.1%</b>
<i>6/10</i>	10.0%	<b>9.1%</b>	4.9%	<b>4.3%</b>	0.0%	<b>0.0%</b>
<i>0/2</i>	13.5%	<b>12.6%</b>	13.0%	<b>11.8%</b>	12.4%	<b>11.0%</b>
<i>Filler</i>	3.5%	<b>3.3%</b>	3.6%	<b>3.3%</b>	3.7%	<b>3.3%</b>
<i>CR 4/8</i>	-	-	2.0%	<b>4.2%</b>	4.0%	<b>8.1%</b>
<b>Binder (35/50</b>						
<b>or SBS mod.</b>	3.5%	<b>8.6%</b>	3.6%	<b>8.6%</b>	3.7%	<b>8.6%</b>
<b>binder)</b>						

Les contraintes imposées sont parfaitement respectées, notamment le volume du squelette granulaire de chaque enrobé, avec ou sans caoutchouc, qui est identique. Les volumes de bitume ont également été maintenus identiques pour tous les enrobés, tout comme le volume d'agrégats d'enrobés.

Les courbes granulométriques reconstituées des enrobés contenant 2% et 4% de caoutchouc sont très similaires à l'enrobé de référence. L'écart le plus important se trouve au passant à 6,3 mm, (avec tout de même moins de 4% de différence en volume et moins de 2% de différence en masse).

Les masses volumiques réelles MVRe de chaque formule d'enrobés ont été déterminées selon la norme NF EN 12697-5 (méthode A, à l'eau) et sont présentées dans le Tableau 3-6, en plus des masses volumiques réelles du squelette granulaire MVRg et de la surface spécifique SSP (AFNOR, 2007).

Tableau 3-6 : Caractéristiques volumétriques et surfaciques des enrobés testés

Liant d'apport	Teneur en caoutchouc	MVRg (Mg/m <sup>3</sup> )	MVRe (Mg/m <sup>3</sup> )	SSP (m <sup>2</sup> /kg)
<b>Biprène 43<sup>®</sup></b>	0%	2,707	2,513	14,84
	2%	2,635	2,449	14,93
	4%	2,587	2,406	15,03
<b>Pure 35/50</b>	0%	2,707	2,513	14,84
	2%	2,635	2,449	15,84
	4%	2,587	2,406	16,78

Il est constaté une diminution de la MVRe des enrobés avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. Cela s'explique par la faible densité des granulats de caoutchouc, qui entraîne donc, à volume égal, la diminution de la masse totale de l'enrobé.

Les caractéristiques du liant présent dans les enrobés estimés par calcul selon la norme NF EN 13108-1 (AFNOR, 2007), sous l'hypothèse d'un mélange parfait entre le liant neuf (d'apport) et celui issu des AE, sont indiquées dans le Tableau 3-7 :

Tableau 3-7 : Caractéristiques calculées du liant mélangé de chaque enrobé de la thèse

% CR	Liant d'apport	Pénétrabilité (dmm)	Température de ramollissement (°C)
0			
2	35/50	29	58,0
4			
0			
2	Biprène 43 <sup>®</sup>	28	72,7
4			

### 3.5 Prise en compte des résultats des essais d'immersion dans la formulation des enrobés

A partir des différents résultats obtenus et présentés dans le chapitre précédent, la suite du travail sur ces problématiques de gonflement et d'absorption a porté sur l'intégration de ces résultats dans la formulation des différents enrobés contenant des granulats de caoutchouc et destinés à être testés au cours de ce travail de thèse. Pour rappel, un des principaux questionnements concernaient la nécessité ou non de compenser la perte en fraction légère du bitume par un surdosage initial en bitume d'apport. Ce surdosage aurait deux inconvénients majeurs :

- La composition du liant total serait changée par rapport aux enrobés de référence ;
- Le surcoût environnemental et financier qui serait à prendre en compte.

De plus, si le gonflement du caoutchouc est non négligeable, il est raisonnable de se demander s'il faille le prendre en compte dans la formulation et comment ?

Concernant l'absorption, il a été démontré que les granulats de caoutchouc sont capables d'absorber certaines quantités d'huiles (quantités qui vont dépendre de la température, du temps d'immersion et du type d'huile). Cependant, les résultats ont été obtenus à partir d'essais réalisés par immersion de granulats de caoutchouc dans une importante quantité d'huile. Or, au cours de la fabrication (et au-delà), la quantité de fractions légères effectivement disponible et absorbable par les granulats de caoutchouc est nettement plus limitée, notamment du fait de la présence des granulats minéraux, de la cinétique de déplacement des huiles et de la teneur en fractions légères du bitume. Ainsi, il est possible d'affirmer que les taux d'absorption obtenus par les essais sont surestimés. Dans le but d'obtenir une estimation plus réaliste, différentes hypothèses concernant l'absorption des fractions légères du liant par le caoutchouc ont été étudiées (Figure 3-6).

Hypothèse 1 – Aucun phénomène d'absorption n'a lieu. Dans ce cas, la teneur volumique en liant n'est pas impactée.

Hypothèse 2 - Le volume de caoutchouc absorbe tout le volume d'huile qu'il est capable d'absorber car la cinétique de déplacement des huiles dans l'enrobé est rapide. Le volume d'huile absorbée  $v_{Ab}$  est calculé à partir du taux d'absorption  $\alpha$  et du volume de granulats de caoutchouc initial  $v_{CR_i}$  (Equation 3-1) :

$$v_{Ab} = \alpha \times v_{CR_i} \quad 3-1$$

Hypothèse 3 - Le volume de caoutchouc absorbe le volume d'huile qu'il est capable d'absorber dans la limite du bitume disponible autour des grains de caoutchouc car la cinétique de

déplacement des huiles dans l'enrobé est lente. Le volume d'huile absorbée  $v_{Ab}$  est calculé à partir du taux d'absorption du CR  $\alpha$ , de la teneur volumique en CR sec  $C_{v_{CR_i}}$  et du volume de granulats de caoutchouc initial  $v_{CR_i}$  (Equation 3-2) :

$$v_{Ab} = \alpha \times v_{CR_i} \times C_{v_{CR_i}} \quad 3-2$$

Hypothèse 4 - Le volume de caoutchouc absorbe l'huile qu'il est capable d'absorber dans la limite du bitume disponible autour des grains de caoutchouc car la cinétique de déplacement des huiles dans l'enrobé est lente. Le raisonnement est identique à celui de l'hypothèse 3 si ce n'est que le volume d'huile absorbée est calculé en fonction de la teneur surfacique en granulats de caoutchouc. Le volume d'huile absorbée  $v_{Ab}$  est calculé à partir du taux d'absorption du CR  $\alpha$ , de la teneur surfacique en CR sec  $S_{CR_i}$  et du volume de granulats de caoutchouc initial  $v_{CR_i}$  (Equation 3-3) :

$$v_{Ab} = \alpha \times v_{CR_i} \times S_{CR_i} \quad 3-3$$

La teneur surfacique  $S_{CR_i}$  est définie comme la surface initiale de granulats de caoutchouc sur la surface totale des granulats (granulats de caoutchouc et granulats minéraux).

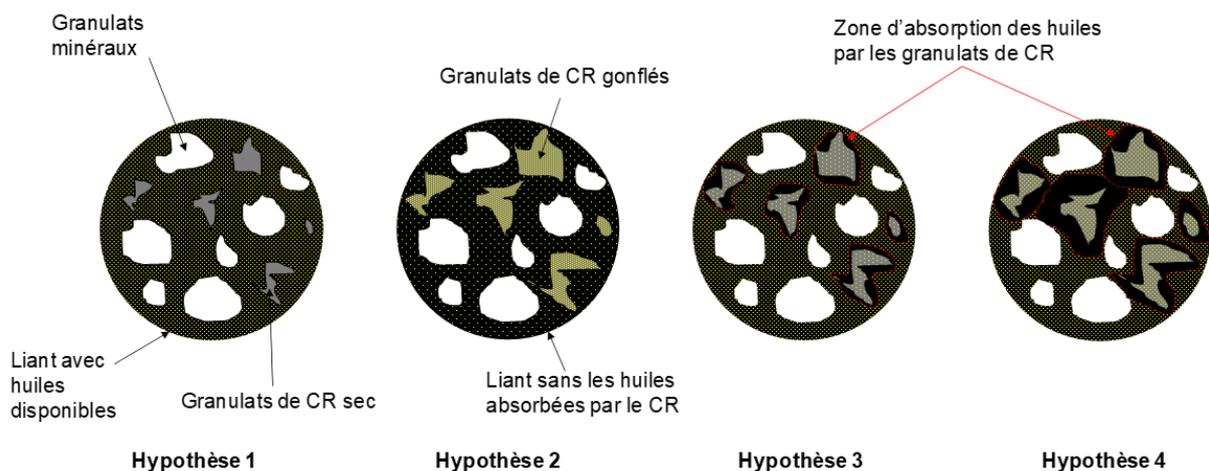


Figure 3-6 : Représentation schématique des quatre hypothèses d'absorption

L'hypothèse 4 sera retenue pour la formulation. En tenant compte de la surface des grains de caoutchouc et de la répartition surfacique en caoutchouc et granulats minéraux, cette hypothèse semble la plus adaptée.

Elle a donc été appliquée à la formule d'enrobé GB5<sup>®</sup> contenant 4% de caoutchouc, dans le but d'estimer la diminution en teneur en liant provoquée par l'absorption des fractions légères du bitume par les granulats de caoutchouc.

Avant de pouvoir estimer cette diminution, il est nécessaire de connaître la teneur en aromatiques présente dans les liants utilisés. Or, cette donnée n'étant pas connue, une valeur de 50% (correspondant à une moyenne classique dans les bitumes) a été utilisée.

Le coefficient d'absorption retenu a été de 32%. Il correspond à la moyenne pondérée obtenue pour les essais d'absorption réalisés dans l'huile aromatique à 20 °C.

Le Tableau 3-8 présente la diminution de la teneur volumique en liant total selon l'hypothèse 4 présentée précédemment.

*Tableau 3-8 : Teneur volumique en liant total (bitume d'apport et AE) selon le coefficient d'absorption du caoutchouc et l'hypothèse d'absorption choisi*

<b>Coefficient d'absorption <math>\alpha</math> (-)</b>	32,0%
<b>Teneur surfacique en CR <math>S_{CR_i}</math> (-)</b>	0,53%
<b><math>v_{Ab}</math> (cm<sup>3</sup>)</b>	5,56
<b>Teneur volumique finale en liant dans l'enrobé après absorption (-)</b>	11,6%

Compte tenu de la très faible diminution (moins de 0.02%), il a finalement été choisi de ne pas tenir compte de la perte en fraction légères du liant dans la formulation des enrobés contenant du caoutchouc.

Cependant, les résultats des essais de gonflement réalisés dans l'huile aromatique ont montré que ces phénomènes d'absorption sont proportionnels à la surface spécifique des granulats de caoutchouc. Ainsi, le choix d'une granulométrie élevée (4-8 mm) pour les granulats de caoutchouc semble être judicieux en vue de minimiser ces interactions.

Concernant les phénomènes de gonflement, compte tenu des résultats obtenus des essais de gonflement des granulats de caoutchouc mis en contact avec du bitume et de l'évaluation du gonflement de la plaque d'enrobé contenant 2% de caoutchouc (présentés dans le chapitre précédent), il a été décidé de ne pas en tenir compte dans la formulation. Cependant, une attention particulière a été portée au compactage de tous les enrobés contenant du caoutchouc.

### 3.6 Fabrication des enrobés : malaxage et compactage

Les enrobés ont été fabriqués selon la norme de fabrication NF EN 12697-35 (AFNOR, 2017). Les granulats minéraux, les agrégats d'enrobés et le liant sont dans un premier temps chauffés à la température de fabrication de 180 °C. Les agrégats d'enrobés sont introduits en premier dans le malaxeur et mélangés durant 15 s. Les granulats sont par la suite introduits par ordre de diamètre décroissant et le tout mélangé pendant 15 s. Pour les enrobés contenant des granulats de caoutchouc, ceux-ci sont ajoutés à température ambiante et malaxés durant 15 s. Le liant est enfin ajouté et le tout malaxé durant 60 s. La température de l'enrobé à l'issue du processus de malaxage est autour de 180 °C.

L'enrobé ainsi fabriqué est versé dans un moule parallélépipédique et compacté graduellement par un compacteur à pneu de type LPC (Figure 3-7). Ce type de compactage permet de reproduire le compactage réel des chaussées in situ. La force appliquée par les pneus augmente graduellement jusqu'à 10 kN. La pression des pneus est de 6 bar (AFNOR, 2019).

Pour les enrobés contenant du bitume modifié Biprène43<sup>®</sup> ainsi que 0% et 2% de caoutchouc, deux plaques de dimensions 600 mm x 400 mm x 150 mm (plaque N°1 et N°2) ainsi qu'une petite plaque de dimensions 500 mm x 180 mm x 100 mm (plaque N°3) ont été fabriquées. Pour tous les autres enrobés, seulement deux plaques de dimensions 600 mm x 400 mm x 150 mm (plaque N°1 et N°2) ont été produites.

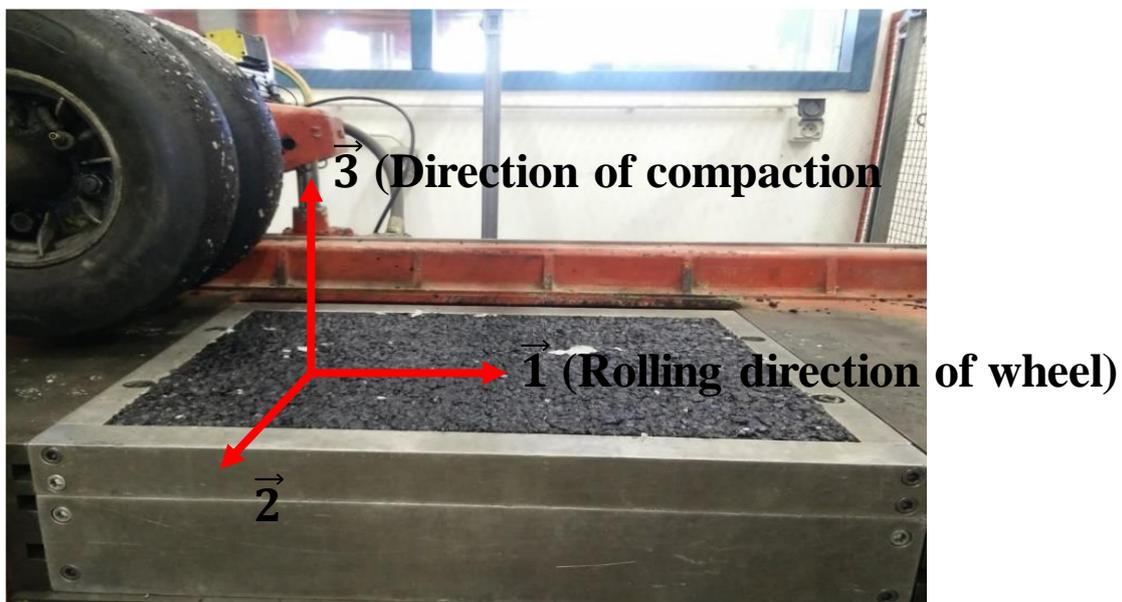


Figure 3-7 : Compactage d'une plaque par un compacteur à pneu de type LPC

### 3.7 Fabrication des éprouvettes cylindriques en enrobé bitumineux

Le sciage et le carottage des plaques permettent d'obtenir les échantillons cylindriques sur lesquels sont menés les essais.

#### 3.7.1 Plans de sciage et carottage

Les plans de sciage et de carottage sont disponibles dans la Figure 3-9 et la Figure 3-10. Les plaques sont dans un premier temps sciées en trois (plaque N°1) ou en deux (plaque N°2 et N°3) (Figure 3-8). Les plaques N°1 permettent d'obtenir 12 éprouvettes de dimension 75 mm x 150 mm. Les plaques N°2 permettent le carottage de 4 éprouvettes de dimension 75 mm x 150 mm ainsi que 5 éprouvettes de dimension 60 mm x 225 mm (éprouvettes destinées à être testées en TSRST). Enfin, les plaques N°3 permettent d'obtenir 4 éprouvettes de dimension 60 mm x 225 mm.



*Figure 3-8 : Photographie de la scie utilisée*

Une attention particulière a été portée lors du carottage et du sciage de chaque éprouvette, pour éliminer les bords extérieurs des plaques où le matériau est moins compacté. En conséquence, tous les échantillons ont donc été carottés à au moins 3,75 cm des bords extérieurs des plaques.

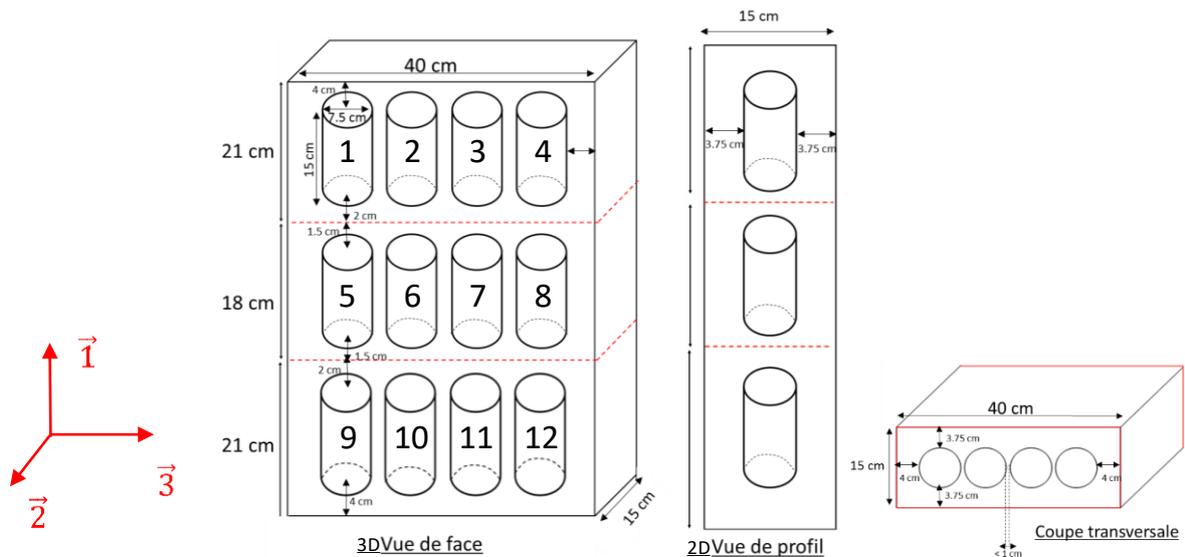


Figure 3-9 : Plan de carottage des plaques N°1

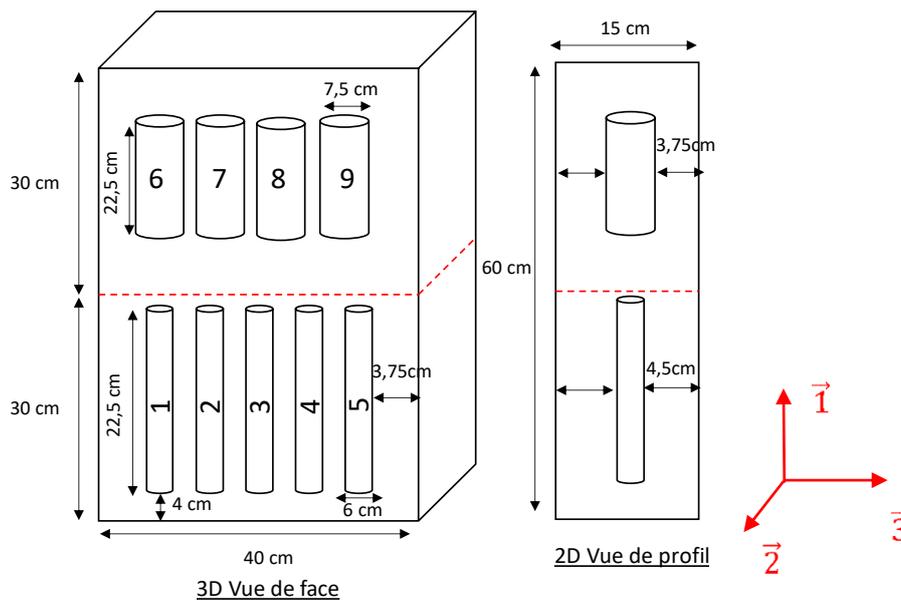


Figure 3-10 : Plan de carottage des plaques N°2

### 3.7.2 Teneurs en vides des éprouvettes

Les teneurs en vide des éprouvettes d'enrobés ont été déterminées par la méthode géométrique. La Masse Volumique Apparente (MVA) de chaque éprouvette est déterminée en mesurant à l'aide d'un pied à coulisse (d'une précision de mesure de 0.02 mm) leur hauteur  $H$  et leur diamètre  $D$  et en les pesant (leur masse est notée  $M$ ). Elle est calculée selon l'équation 3-1:

$$MVA = \frac{M}{\pi HD^2 / 4} \quad 3-1$$

La teneur en vide est obtenue par l'équation 3-2 :

$$Vides [\%] = 1 - \frac{MVA}{MVRe} \quad 3-2$$

Où  $MVRe$  est la masse volumique réelle de l'enrobé en  $Mg/m^3$  (Tableau 1-7).

La Figure 3-11 présente les teneurs en vides moyennes des éprouvettes issues d'une même plaque, pour chaque plaque d'enrobé fabriquée.

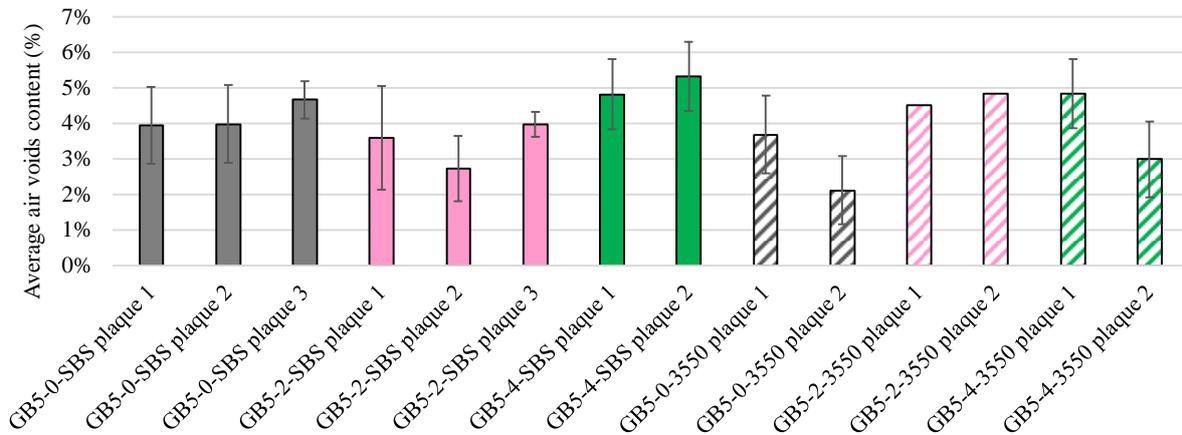


Figure 3-11 : Moyennes et écart-types des teneurs en vides des éprouvettes issues d'une même plaque, pour chaque plaque d'enrobé fabriquée

### 3.7.3 Nomenclature

Les enrobés sont nommés selon leur composition, avec les informations concernant :

- Le type d'enrobé : GB5 ;
- La teneur en caoutchouc incorporé : 0, 2 ou 4 ;
- Le type de liant neuf utilisé : 3550 ou SBS (pour le Biprène 43®).

Pour les éprouvettes d'enrobés, la nomenclature reprend celle de l'enrobé qui les compose, avec ajout :

- Du numéro de plaque dont elles sont issues : 1,2 ou 3 ;
- De leur position dans la plaque (plaque 1 : 1 à 12, plaque 2 : 1 à 9, plaque 3 : 1 à 4).

Le Tableau 3-9 résume les paramètres de construction de la nomenclature des éprouvettes.

Tableau 3-9 : Nomenclature des éprouvettes

Type d'enrobé	Teneur en caoutchouc	Type de liant	N° plaque	Position dans la plaque
			1	1→12
GB5	0, 2 ou 4	3550 ou SBS	2	1→9
			3	1→4

Par exemple, l'enrobé **GB5-2-3550** est l'enrobé GB5<sup>®</sup> contenant 2% de caoutchouc en masse et du bitume 35/50. L'éprouvette nommée **GB5-4-SBS-1-3** provient de l'enrobé GB5<sup>®</sup> contenant 4% de caoutchouc en masse et du liant Biprène43<sup>®</sup> (modifié au SBS). Elle est carottée dans la plaque N°1 à la position N°3.

### 3.8 Réalisation des éprouvettes en caoutchouc BR

Neuf éprouvettes cylindriques en Butadiène Rubber (BR) (Figure 3-12) ont été produites par le Laboratoire de Contrôle du Caoutchouc et du Plastique (LRCCP). Le BR est l'un des principaux composants synthétiques du caoutchouc utilisé dans les pneus.

Pour cela, les ébauches ont été préchauffées pendant 15 minutes à 80°C en étuve. Une première étape dite de « réticulation » a nécessité de chauffer le mélange de BR durant de 3h. Au terme de ces trois heures, une étape de « post-réticulation » fut effectuée en étuve à air chaud pendant 30 minutes à 150°C.

Un rapport résumant les différents essais réalisés pour vérifier la conformité du mélange est disponible en annexe.

Les dimensions des éprouvettes sont de 150 mm (hauteur) x 75 mm (diamètre).

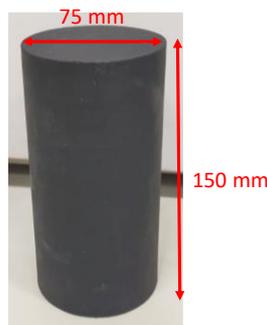


Figure 3-12 : Photographie d'une éprouvette cylindrique de BR

### **3.9 Conclusion du chapitre**

Ce chapitre présente les caractéristiques des différents matériaux testés par des essais thermomécaniques au cours de ce travail de thèse. Au total 6 enrobés différents et 9 éprouvettes en caoutchouc BR ont été fabriqués. Les enrobés avec granulats de caoutchouc sont produits à partir de deux formules de référence GB5<sup>®</sup> sans caoutchouc contenant soit un bitume pur 35/50 soit un bitume modifié aux polymères SBS, le Biprène 43<sup>®</sup>. Deux teneurs en caoutchouc sont choisies : 2,0% et 4,0% en masse (sur la masse totale d'enrobé).

Les caractéristiques de chaque matériau entrant dans la composition des enrobés sont présentés et les étapes de formulation et de fabrication sont détaillées. Un des points importants de la formulation des enrobés contenant du caoutchouc réside dans l'approche volumétrique utilisée qui a nécessité la création d'un outil de formulation mis au point au cours de cette thèse.

Concernant l'intégration des phénomènes d'absorption et gonflement, compte tenu des résultats obtenus des essais d'absorption et de gonflement réalisés et de l'estimation négligeable de la diminution de la teneur en liant, il a été décidé de ne pas tenir compte de ces interactions dans la formulation.

Les teneurs en vides des différentes plaques d'enrobés sont présentées.

## **4. Dispositifs expérimentaux et résultats des essais normalisés**

Ce chapitre présente l'ensemble des essais normalisés dits « classiques » réalisés au cours de cette thèse au laboratoire central d'Eiffage à Corbas. Les enrobés fabriqués au cours de cette thèse n'ayant pas pu être tous testés par l'ensemble des essais normalisés prévus, le Tableau 4-1 ci-dessous synthétise l'ensemble des essais réalisés.

Tableau 4-1 : Récapitulatif des essais normalisés réalisés et des matériaux testés (X = réalisés ; - = non réalisés)

Matériaux testés	Compactage				
	à la Presse à Cisaillement Giratoire (P.C.G)	Sensibilité à l'eau	Orniérage normalisé	Module de rigidité	Fatigue normalisée
GB5-0-SBS	X	X	X	X	X
GB5-2-SBS	X	X	X	X	X
GB5-4-SBS	X	X	X	X	-
GB5-0-3550	X	X	X	X	X
GB5-2-3550	X	-	X	-	-
GB5-4-3550	X	-	X	-	-

## 4.1 Compactage à la Presse à Cisaillement Giratoire (P.C.G)

### 4.1.1 Procédure expérimentale

Les essais de compactage à la P.C.G sont réalisés selon la NF EN 12697-31 (AFNOR, 2019). Cet essai permet d'évaluer le pourcentage des vides et la compacité en fonction de l'énergie de compactage (nombre de girations), au moyen de la hauteur de l'éprouvette, et est couramment utilisé dans la formulation des enrobés. Il consiste à compacter graduellement les éprouvettes en imposant la combinaison d'une force résultante axiale appliquée par piston mécanique et d'un cisaillement giratoire résultant du mouvement de l'axe de l'éprouvette. Les éprouvettes compactées sont cylindriques de diamètre 150 mm. La force appliquée sur l'échantillon est égale à 11,7 kN et la vitesse de rotation est de 30 tours par minute.

Les enrobés sont fabriqués à 180 °C en accord avec la norme NF EN 12697-35 (AFNOR, 2017). Le mélange est ensuite versé dans un moule cylindrique et placé dans la P.C.G pour être compacté. Trois éprouvettes par matériau sont compactées. Les résultats sont présentés dans la section suivante. La Figure 4-1 présente une photographie d'une presse à cisaillement giratoire.



Figure 4-1 : Photographie d'une presse à cisaillement giratoire (source : ifsttar.fr)

#### 4.1.2 Résultats

La Figure 4-2 présente les résultats des essais de compactage à la P.C.G avec en (a) les moyennes (sur 3 éprouvettes) des teneurs en vides en fonction du nombre de girations imposés pour chaque matériau testé, en (b) l'évolution des moyennes des teneurs en vides en fonction du nombre de girations imposés pour chaque matériau testé et en (c) les moyennes des différences de teneurs en vides par rapport aux enrobés de référence (GB5-0-SBS et GB5-0-3550) en fonction du nombre de girations imposés. Concernant les enrobés GB5-SBS, il est observé peu de différences entre l'enrobé de référence GB5-0-SBS et l'enrobé avec 2% de caoutchouc GB5-2-SBS, bien que celui-ci présente une compacité légèrement inférieure à l'enrobé de référence tout au long de l'essai. A 100 girations, un écart de 0.5% de teneur en vides est observé, avec un enrobé GB5-2-SBS légèrement moins compacte que son enrobé de référence GB5-0-SBS. L'enrobé GB5-4-SBS présente quant à lui une compacité supérieure à l'enrobé de référence tout au long de l'essai. Les écarts de teneur en vides diminuent cependant au cours de l'essai, et à 100 girations, l'enrobé GB5-4-SBS présente une teneur en vides finale moins importante de 0,5%. Cet enrobé est également plus compact que son homologue contenant 2% de caoutchouc. Ajouter du caoutchouc par voie sèche dans les enrobés GB5<sup>®</sup>

contenant du bitume modifié Biprène 43<sup>®</sup> entrainerait donc une légère diminution de la compacité avec 2% de caoutchouc et une augmentation de la compacité avec 4% de caoutchouc.

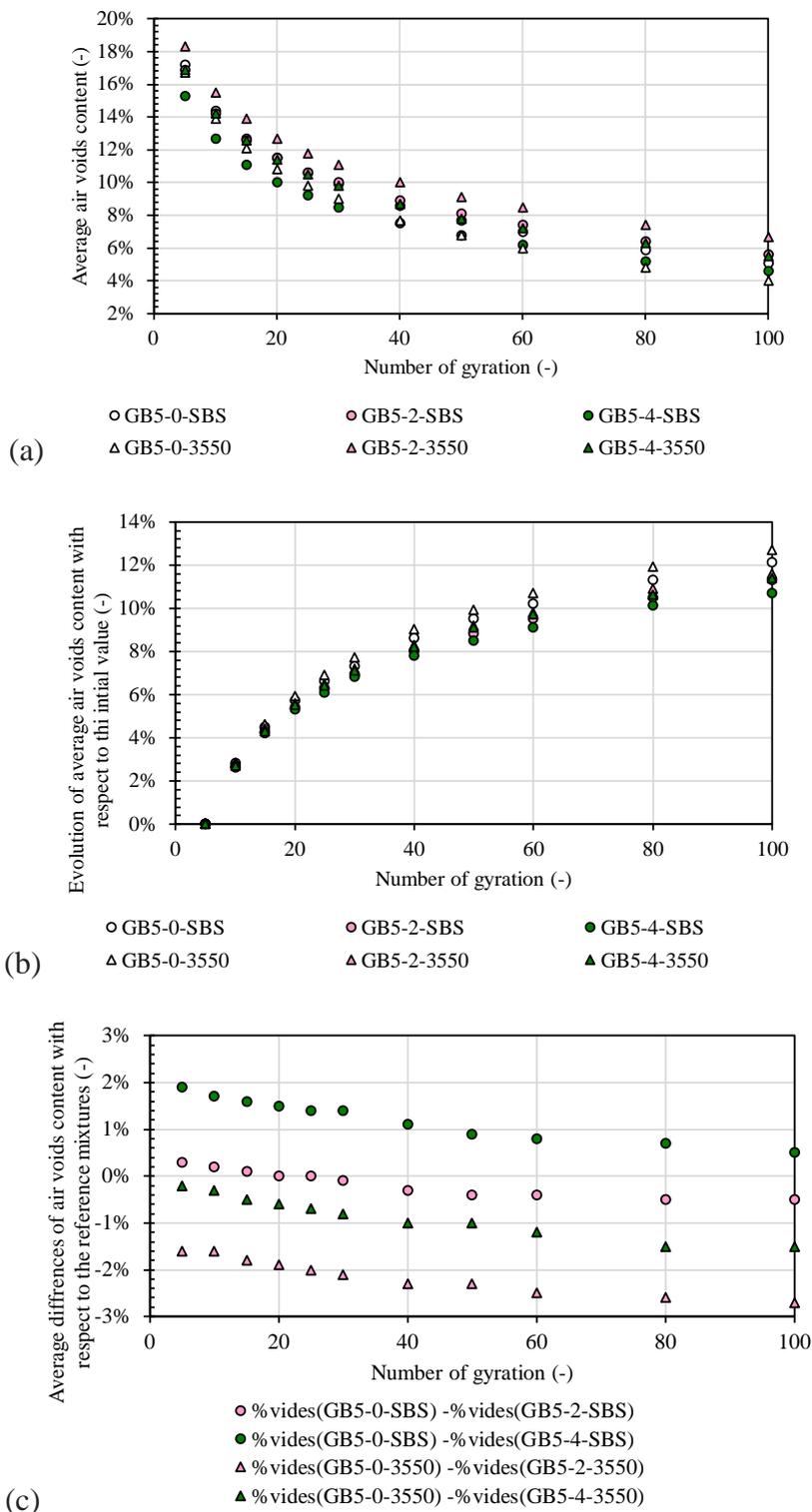


Figure 4-2 : Résultats des essais à la PCG. (a) Moyenne (sur 3 éprouvettes) des teneurs en vides en fonction du nombre de girations imposé, (b) Evolution des moyennes des teneurs en vides en fonction du nombre de girations imposé et en (c) Moyenne des différences de teneurs en vides par rapport aux enrobés de référence (GB5-0-SBS et GB5-0-3550) en fonction du nombre de girations imposé

Concernant les enrobés GB5-3550, il est observé que l'ajout de caoutchouc diminue la compacité des enrobés. A 100 girations, une différence de 2,7% (resp. 1,5 %) est observée entre l'enrobé de référence GB5-0-3550 et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de caoutchouc. Tout comme pour les enrobés GB5-SBS, la GB5-2-3550 est cependant moins compacte que la GB5-4-3550. Ajouter du caoutchouc par voie sèche dans les enrobés GB5<sup>®</sup> contenant du bitume pur 35/50 entrainerait donc une diminution de la compacité dans tous les cas, mais ajouter plus de caoutchouc (4% au lieu de 2%) permettrait de limiter ce phénomène.

Enfin, les évolutions des teneurs en vides moyennes de chaque matériau par rapport à leur valeur initiale montrent que les enrobés sont plus compactables lorsque la teneur en caoutchouc augmente. Pour les enrobés contenant du bitume pur, il n'y pas de différence observée entre l'enrobé GB5-0-3550 et l'enrobé GB5-4-3550.

## **4.2 Sensibilité à l'eau**

### **4.2.1 Procédure expérimentale**

Les essais de sensibilité à l'eau ont été réalisés selon la norme NF EN 12697-12: 2018 (méthode B) au laboratoire central d'Eiffage (Corbas) (AFNOR, 2018b).

Huit éprouvettes cylindriques de dimension 140 mm (hauteur) x 120 mm (diamètre) sont fabriquées par malaxage selon la norme NF EN 12697-35 à 180 °C et compactage statique par application d'une charge constante axiale (AFNOR, 2017). Elles sont réparties à parts égales en deux lots : un lot « humide » et un lot « sec ». Les éprouvettes du lot « humide » sont immergées dans une eau à 18 °C à pression atmosphérique pendant 168 h. Elles sont ensuite séchées et testées en compression avec une vitesse de déplacement du piston comprise entre  $45 \pm 2$  mm/min et  $65 \pm 2$  mm/min. Les éprouvettes du lot « sec » sont maintenues sur une surface plane à une température de 18 °C et à une humidité de 50%, puis également testées en compression au bout de 168 h.

Le rapport  $i/C$  peut être calculé comme suivant (Equation 4-1) :

$$i/C = 100 \times \frac{C_w}{C_D} \quad 4-1$$

Avec  $C_w$  la résistance à la compression moyenne du lot « humide » et  $C_D$  la résistance à la compression moyenne du lot « sec ».

### 4.2.2 Résultats

La Figure 4-3 et le Tableau 4-2 présentent les résultats des essais de sensibilité à l'eau réalisés. Les résultats montrent peu de différences dans les valeurs de sensibilité à l'eau, les rapports  $i/C$  étant similaires et proches de 90% pour tous les matériaux testés. Ils dépassent tous les minimums requis en accord avec les spécifications concernant les matériaux de type Enrobés à Module Elevé (EME) et les Grave Bitume (GB) (AFNOR, 2007). Ainsi, l'ajout de 2% et 4% de caoutchouc ne compromet pas la faisabilité de mise en œuvre de ces matériaux et autorise des performances comparables aux EME vis-à-vis de la sensibilité à l'eau. Pour rappel, la validation de la formulation d'un enrobé en France nécessite la réalisation d'une série successive d'essais menés par niveaux définis par la norme générale NF P 98-150-1 sur les enrobés à chaud (AFNOR, 2010). Le niveau 1 concerne la tenue à l'eau et la compactibilité. Ainsi, il est possible d'affirmer que tous les enrobés contenant du caoutchouc ont passé le premier niveau de formulation.

Cependant, les données de résistance à la compression pour les lots humides et secs sont nettement inférieures pour les enrobés GB5-2-SBS et GB5-4-SBS, avec une diminution de 47% (resp. 65%) de la valeur de  $C_d$  pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de caoutchouc et une diminution de 49 % (resp. 65%) de la valeur de  $C_w$  pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc GB5-0-SBS. Toutefois, il est important de souligner que les teneurs en vide moyennes des éprouvettes augmentent avec la teneur en caoutchouc (+ 2% de teneur en vides avec 2% de caoutchouc et + 4% de teneur en vides avec 4% de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc).

De plus, la méthode de confection des éprouvettes ne semble pas adaptée à des matériaux contenant du caoutchouc : celles-ci sont en effet compactées par compression axiale dans un moule cylindrique. Ce type de compactage semble favoriser un retour élastique par décompression des granulats de caoutchouc une fois que la charge est retirée, et donc possiblement une compacité plus faible.

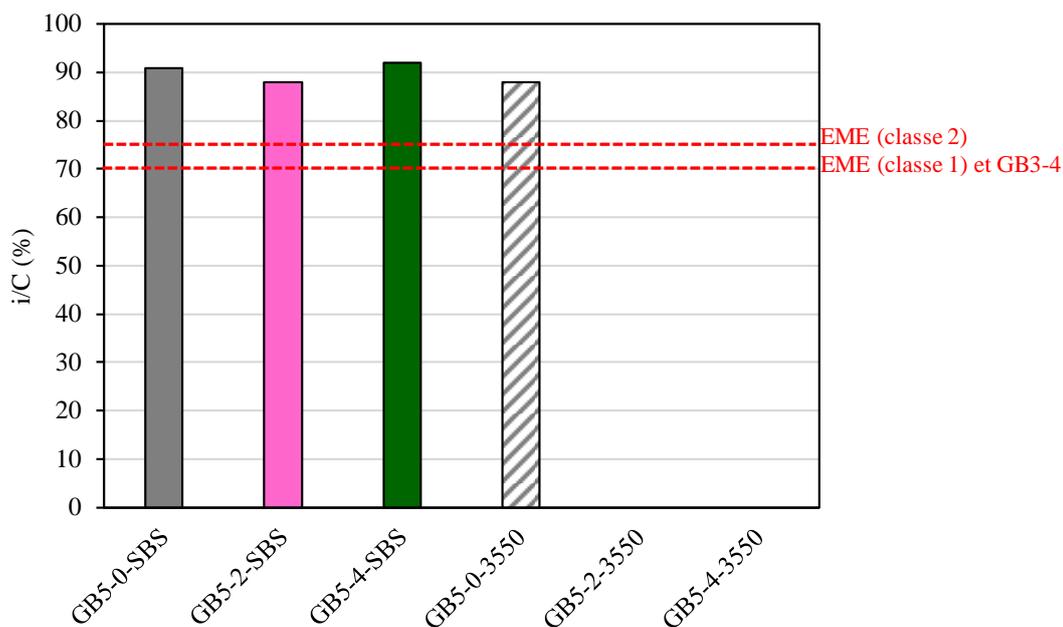


Figure 4-3 : Histogramme des résultats des essais de sensibilité à l'eau et comparaison avec les spécifications des normes concernant les EME et les GB

Tableau 4-2 : Données obtenues des essais de sensibilité à l'eau et comparaison avec les spécifications des normes concernant les EME et les GB (les valeurs de %Vides, Cd, Cw et i/C sont les moyennes des 4 éprouvettes testées par lot)

	GB5-0-SBS	GB5-2-SBS	GB5-4-SBS	GB5-0-3550
%Vides (-)	3.40%	6.40%	8.40%	4.20%
Cd (kPa)	15960	8430	5600	14130
Cw (kPa)	14470	7450	5130	12450
i/C (%)	91	88	92	88

### 4.3 Orniérage normalisé

#### 4.3.1 Procédure expérimentale

Les essais d'orniérage normalisés ont été réalisés selon la norme NF EN 12697-22 + A1 au laboratoire central d'Eiffage (Corbas) (AFNOR, 2020). Deux plaques par enrobé ont été fabriquées dans un malaxeur selon la norme NF EN 12697-35 à la température de 180 °C puis

compactées selon la norme NF EN 12697-33+A1 (AFNOR, 2017, 2019). Les plaques sont ensuite conservées à 25 °C pendant 3 jours avant d'être testées.

L'essai consiste à faire rouler sur chaque plaque une roue équipée d'un pneumatique sans sculpture ayant une largeur de trace de 80 mm ( $\pm 5$  mm) (Figure 4-4). La pression du pneumatique doit être de 60 kPa ( $\pm 30$  kPa) et l'essai est réalisé à une température de 60 °C. La profondeur d'ornièrre est mesurée sur 15 points après que chaque plaque ait subi le nombre de cycles spécifié (1000, 3000, 10000, 30000 et plus). L'essai est achevé une fois le nombre requis de cycles atteint.



Figure 4-4 : Photographie d'un ornièrre de plaque (source : Ifsttar.fr)

La profondeur d'ornièrre  $P_i$  donnée en % de la hauteur de la plaque, peut être calculée comme suivant, pour chaque séquence d'essai  $i$ , à partir des 15 valeurs de profondeur d'ornièrre localisée  $d_{ij}$  et de l'épaisseur de la plaque  $h$  (Equation 4-2) :

$$P_i = 100 \times \sum_{j=1}^{15} \frac{(d_{ij} - d_{0j})}{(15 \times h)} \quad 4-2$$

Avec  $d_{ij}$  la distance entre le plan de référence (plan horizontal et tangent à la surface initiale la plaque) et le point  $j$  à la séquence de mesure  $i$  et  $d_{0j}$  la mesure initiale de  $d_{ij}$ .

Pour chaque enrobé, la valeur moyenne  $P_{iLD}$  peut ensuite être calculée comme la moyenne des  $P_i$  d'au moins deux plaques de même composition et de même teneur en vides.

### 4.3.2 Résultats

Les résultats des essais d'orniérage normalisés sont présentés sur la Figure 4-5 et la Figure 4-6. Concernant les enrobés GB5-SBS sans caoutchouc, avec 2% de caoutchouc et avec 4% de caoutchouc, les Figure 4-5 (b) et (c) montrent une augmentation de la profondeur d'ornière avec l'augmentation de teneur en caoutchouc. Il est également notable que les teneurs en vides des enrobés augmentent avec la teneur en caoutchouc, ce qui pourrait être à l'origine de cette augmentation de la profondeur des ornières. Concernant les enrobés GB5-3550 sans caoutchouc, avec 2% de caoutchouc et avec 4% de caoutchouc, la Figure 4-5 (a) montre que l'ajout de caoutchouc entraîne une augmentation du pourcentage de profondeur d'ornière. Cependant, les valeurs obtenues pour les deux plaques de 2% et 4% de caoutchouc se chevauchent. Ainsi, augmenter la teneur en caoutchouc de 2% à 4% n'influe pas sur la résistance à l'orniérage tel qu'elle est mesurée.

Les données obtenues restent néanmoins bien inférieures au maximum acceptable pour les matériaux de type EME (maximum de 7,5%) et GB (maximum de 10%) (AFNOR, 2007). Ainsi, l'ajout de 2% et 4% de caoutchouc ne compromet pas la faisabilité de mise en œuvre de ces matériaux et autorise des performances comparables aux EME vis-à-vis de la résistance à l'orniérage. Il est possible d'affirmer que tous les enrobés contenant du caoutchouc ont passé le second niveau de formulation.

Les moyennes de pourcentages de profondeur d'ornière ayant été tracées en fonction du nombre de passes imposées en Figure 4-5 (c), il a été possible de réaliser une régression linéaire pour chaque enrobé, en fixant l'ordonnée à l'origine à 0%. Les pentes sont par la suite été tracées en fonction du pourcentage en caoutchouc sur la Figure 4-6. Concernant les enrobés GB5-SBS, les pentes évoluent linéairement avec le pourcentage en caoutchouc, avec une augmentation de la valeur de la pente avec la teneur en caoutchouc.

Concernant les enrobés de GB5-350, l'évolution des pentes ne suivent aucune tendance spécifique ( $R^2 \ll 1$ ).

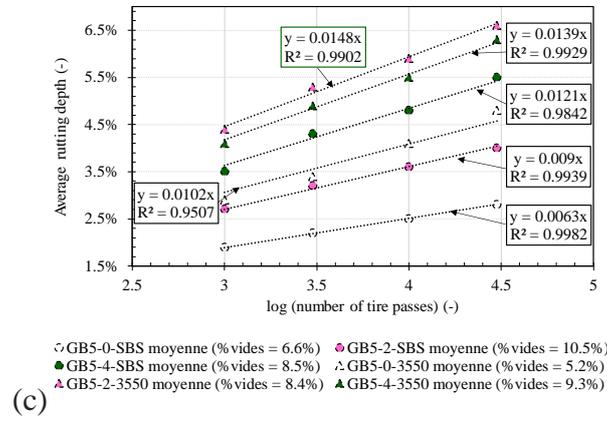
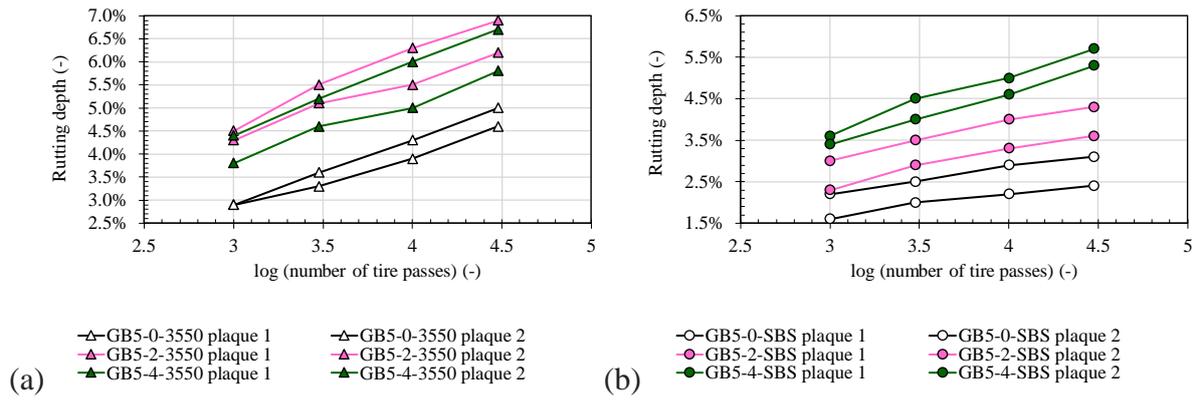


Figure 4-5 : Résultats des essais d'orniérage normalisé. (a) Pourcentages de profondeur d'ornière en fonction du logarithme du nombre de passes imposées pour chaque plaque testée des enrobés GB5-3550 (b) Profondeurs d'ornière en fonction du logarithme du nombre de passes imposées pour chaque plaque testée des enrobés GB5-SBS et (c) Moyennes des profondeurs d'ornière pour les enrobés GB5-SBS et GB5-3550

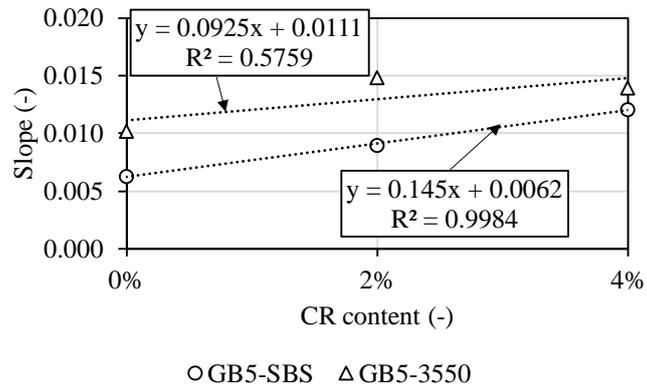


Figure 4-6 : Pentés des régressions linéaires réalisés sur les moyennes des pourcentages de profondeur d'ornière en fonction de la teneur en caoutchouc pour les deux types de matériau (GB5-SBS et GB5-3550)

## 4.4 Essai de module rigidité

### 4.4.1 Procédure expérimentale

Les essais de module de rigidité sont réalisés selon la norme NF EN 12697-26 Annexe D (DTC-CY) durant lesquels une éprouvette de forme cylindrique de dimensions 65 mm (diamètre) x 160 mm (longueur) subit des cycles sinusoïdaux de chargement axial en compression/traction (AFNOR, 2018d). Les essais ont été réalisés à 10 °C et 15 °C pour une fréquence de 10 Hz. Ils se déroulent en déformation axiale contrôlée durant les cycles de chargement, avec une amplitude de déformation inférieure à 30 µm/m.

Les éprouvettes cylindriques sont obtenues par carottage et sciage de plaques. Les enrobés sont fabriqués dans un malaxeur selon la norme NF EN 12697-35 à la température de 180°C puis compactés sous forme de plaque selon la norme NF EN 12697-33 (AFNOR, 2017, 2019). Quatre éprouvettes par matériaux sont testées. Les deux extrémités de chaque éprouvette testée sont collées à des casques en aluminium, destinés à transférer les efforts appliqués aux éprouvettes. Les essais sont réalisés sur une presse MTS équipée d'une enceinte climatique au laboratoire central d'Eiffage à Corbas.

Ces essais ayant également été réalisés au laboratoire de l'ENTPE, sur des gammes de fréquences et de températures plus étendues, les détails d'acquisition et de traitement des données sont présentés dans le chapitre 5.

### 4.4.2 Résultats

Les Figure 4-7 à Figure 4-10 présentent les résultats obtenus des enrobés testés en compression/traction.

*Tableau 4-3 : Valeurs moyennes des modules mesurés à 10 °C et 15 °C et à la fréquence de 10 Hz et teneurs en vides moyennes pour chaque matériau testé*

Matériaux testés	$ E^* $ (15°C, 10 Hz)	$ E^* $ (10°C, 10 Hz)	% vides
	(MPa)	(MPa)	(-)
GB5-0-3550	17000	20700	3,80%
GB5-0-SBS	16200	19400	3,80%
GB5-2-SBS	13600	16300	4,60%
GB5-4-SBS	11300	13800	4,90%

Concernant les enrobés GB5-SBS, l'ajout de caoutchouc a pour conséquence la diminution du module de rigidité: pour les deux températures testées, l'ajout de 2% (resp. 4%) caoutchouc entraîne une diminution de 16% (resp. 30%) par rapport à la valeur du module de rigidité de l'enrobé de référence sans caoutchouc GB5-0-SBS. Les valeurs de module de tous les enrobés testés dépassent les minimums requis pour les matériaux de type GB2-3 ( $|E^*|_{(15\text{ °C}, 10\text{ Hz})} \geq 9000$  MPa). L'enrobé GB5-2-SBS est très légèrement en dessous des performances attendues pour un EME ( $|E^*|_{(15\text{ °C}, 10\text{ Hz})} \geq 14000$  MPa) mais répond aux exigences des matériaux de type GB4 ( $|E^*|_{(15\text{ °C}, 10\text{ Hz})} \geq 11000$  MPa) (AFNOR, 2007). Ainsi, il est possible d'affirmer que l'ajout de 2% de caoutchouc autorise la validation du troisième niveau de formulation pour les matériaux contenant du bitume modifié.

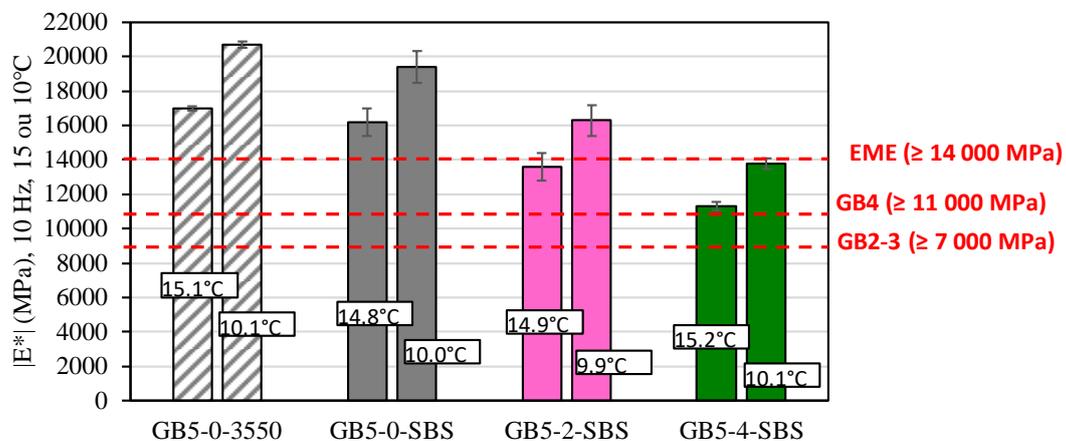


Figure 4-7 : Normes du module complexe à 10 Hz et 15 ou 10°C pour les différents enrobés testés (les barres d'erreur correspondent aux écart-types calculés sur la moyenne des 4 éprouvettes testées par matériau)

Les modules des enrobés GB5-SBS avec et sans caoutchouc ont par la suite été tracés en fonction de la teneur en caoutchouc sur la Figure 4-8. Il est notable que l'évolution de la norme du module est linéaire avec la teneur en caoutchouc, avec en moyenne une diminution d'environ 1400 MPa/%<sub>CR</sub> à 10 °C et une diminution d'environ 1225 MPa/%<sub>CR</sub> à 15 °C.

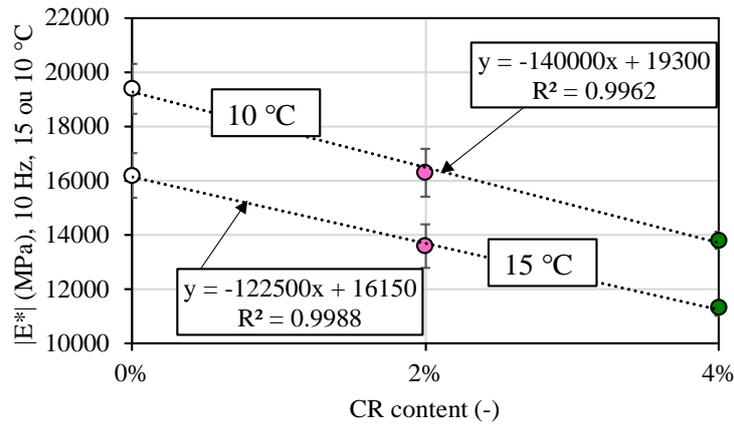


Figure 4-8 : Normes du module complexe à 10 Hz et 15 ou 10 °C en fonction de la teneur en caoutchouc pour les 3 enrobés GB5-SBS (les barres d'erreur correspondent aux écart-types calculés sur la moyenne des 4 éprouvettes testées par enrobé)

La teneur en vides des enrobés a une influence très importante sur les performances des enrobés bitumineux (Chen et al., 2019; Hassn et al., 2016; Pedraza et al., 2022; D. Ramirez Cardona et al., 2021). En effet, la rigidité des matériaux ont tendance à diminuer avec l'augmentation de la teneur en vides et inversement (Di Benedetto & de la Roche, 1998). Les normes de module des enrobés GB5-SBS avec et sans caoutchouc ont donc également été tracées en fonction des teneurs en vides sur la Figure 4-9. Il est observé que l'évolution de la norme du module est également linéaire avec la teneur en vides des enrobés, avec en moyenne une diminution d'environ 4840 MPa/%<sub>vides</sub> à 10 °C et une diminution d'environ 4200 MPa/%<sub>vides</sub> à 15 °C.

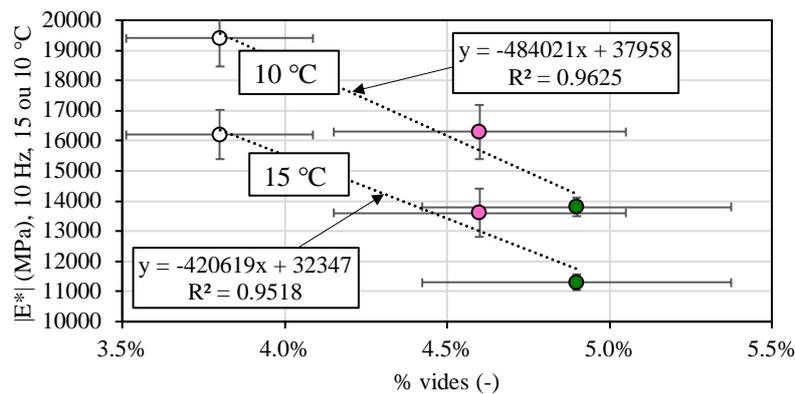


Figure 4-9 : Normes du module complexe obtenues à 10 Hz et 15 ou 10 °C en fonction des teneurs en vide des enrobés GB5-SBS (les barres d'erreur verticales correspondent aux écart-types calculés sur la moyenne des modules des 4 éprouvettes testées par matériau et les barres d'erreur horizontales correspondent aux écart-types calculés sur la moyenne des teneurs en vides des 4 éprouvettes testées par matériau)

En traçant l'évolution des teneurs en vides des enrobés en fonction de la teneur en caoutchouc, il est également observé une évolution linéaire des teneurs en vides, avec en moyenne une augmentation de 28% des vides par % en caoutchouc ajouté. Ainsi, une part de la diminution de rigidité constatée avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc pourrait être expliquée par la plus grande teneur en vides présente pour les matériaux contenant des granulats de caoutchouc.

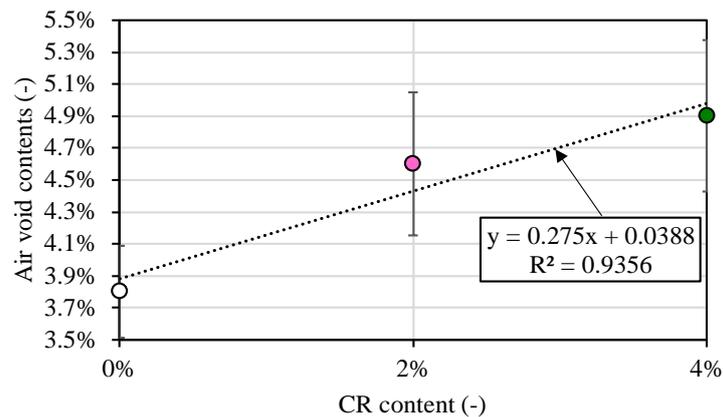


Figure 4-10 : Teneurs en vide des enrobés GB5-SBS en fonction de la teneur en caoutchouc

## 4.5 Fatigue normalisée

### 4.5.1 Procédure expérimentale

Les essais de fatigue normalisés ont été réalisés selon la norme NF EN 12697-24 Annexe A (2PB-TR) au laboratoire central d'Eiffage (Corbas) (AFNOR, 2018c). L'objectif de ces essais a été de caractériser le comportement des différents enrobés en fatigue, sous l'effet de chargements cycliques sur éprouvettes trapézoïdales par flexion en deux points (Figure 4-11).

Les enrobés sont fabriqués dans un malaxeur selon la norme NF EN 12697-35 à la température de 180 °C puis compactées selon la norme NF EN 12697-33 (AFNOR, 2017, 2019). Les éprouvettes trapézoïdales sont par la suite obtenues par sciage de plaques.

La grande base des éprouvettes est fixée par collage sur le bâti du banc de fatigue (Figure 4-11). Les éprouvettes sont soumises à un déplacement sinusoïdal en tête à l'amplitude de déplacement imposée ( $\pm 5 \mu\text{m}$ ) jusqu'à atteindre les critères de rupture. Trois niveaux d'amplitude de déformation sont imposés pour chaque enrobé, avec au moins 6 éprouvettes testées par niveau

de déformation. Au total, 18 éprouvettes par enrobé sont testées. Les essais sont réalisés à une température de 10 °C et une fréquence de sollicitation de 25 Hz.

La relation suivante lie la déformation maximale  $\varepsilon$  et le déplacement en tête  $z$  pour une éprouvette trapézoïdale de dimension  $(B, b', e, h)$  testée (Equations 4-3 et 4-4) :

$$K \cdot z = \varepsilon \quad 4-3$$

$$K = \frac{(B - b')^2}{8 \cdot b' \cdot h^2 \left[ \frac{(b' - B) \cdot (3B - b')}{2 \cdot B^2} + \ln \frac{B}{b'} \right]} \quad 4-4$$

Avec :

- $h$  la hauteur (mm),  $h = 250 \pm 1$  mm
- $B$  la longueur de la grande base (mm),  $B = 56 \pm 1$  mm
- $b'$  la longueur de la petite base (mm),  $b' = e = 25 \pm 1$  mm

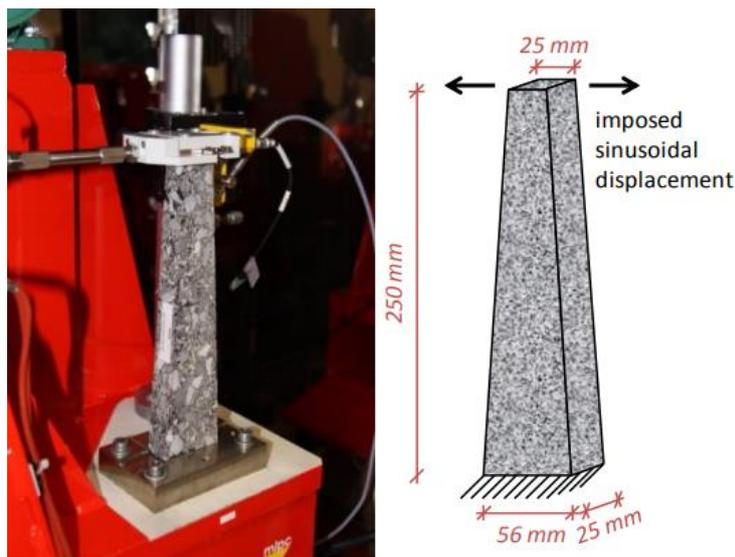


Figure 4-11 : (a) Photographie d'une éprouvette trapézoïdale testée en fatigue et (b) Schéma et dimension de l'éprouvette trapézoïdale (Mangiafico, 2014)

Le critère de fatigue choisi a été le nombre de cycle  $N$  nécessaire pour atteindre soit la rupture de l'éprouvette (fissuration visible), soit une diminution de 50% de l'amplitude de contrainte mesurée par rapport à la valeur initial. Cela correspond à une diminution de 50% du module complexe).

Les courbes de Wöhler peuvent être tracées, en effectuant une régression linéaire entre le nombre de cycle  $N$  et l'amplitude de déformation correspondantes (Equation 4-5) :

$$\log N = a + \frac{1}{b} \log \varepsilon \quad 4-5$$

Une estimation de la déformation après un million de cycle, appelée  $\varepsilon_6$  peut être calculée par la relation suivante (Equation 4-6) :

$$\varepsilon_6 = 10^{b \times (6-a)} \quad 4-6$$

#### 4.5.2 Résultats

Le Tableau 4-4 et la Figure 4-12 présentent les résultats des essais de fatigue normalisée réalisés. Le nombre de cycle à la rupture (en logarithme) est tracé en fonction de la déformation (en logarithme) correspondante. Ainsi, il a été possible de déterminer  $1/b$  et  $\varepsilon_6$ .

Concernant les enrobés GB5-0-SBS et GB5-2-SBS, les valeurs de  $\varepsilon_6$  sont similaires, proches de  $130 \times 10^{-6}$ . Comme pour les valeurs de module de rigidité, la GB5-0-SBS et la GB5-2-SBS dépassent toutes les deux les minimums requis pour les matériaux de type GB ( $\varepsilon_6 \geq 100 \times 10^{-6}$ ). L'enrobé GB5-2-SBS est très légèrement en dessous des performances attendues pour une EME ( $\varepsilon_6 \geq 130 \times 10^{-6}$ ) tandis que l'enrobé de référence GB5-0-SBS dépasse le minimum requis (AFNOR, 2007). Ainsi, l'ajout de 2% de caoutchouc autorise la validation du dernier niveau de formulation pour les matériaux contenant du bitume modifié. Cependant, l'ajout de 2% de caoutchouc entraîne une augmentation très importante de la pente  $1/b$ , dont la valeur double par rapport à l'enrobé de référence GB5-0-SBS. Cela peut s'expliquer par la grande différence de teneur en vides des enrobés, avec l'enrobé GB5-2-SBS présentant une teneur en vides de 7,2% soit presque le double de la teneur en vides de l'enrobé de référence GB5-0-SBS.

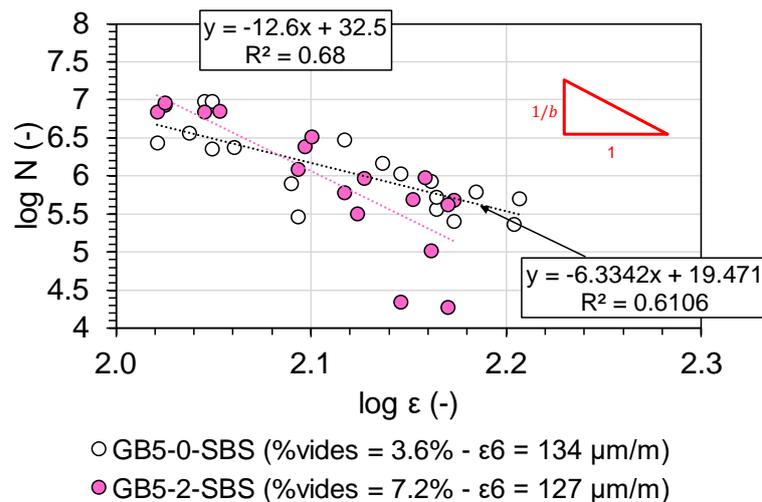


Figure 4-12 : Résultats des essais de fatigue normalisée menés sur les enrobés GB5-0-SBS et GB5-2-SBS

Tableau 4-4 : Résultat des essais de fatigue normalisée menés sur les enrobés GB5-0-SBS, GB5-2-SBS et GB5-0-3550 et comparaison avec les spécifications des normes concernant les EME et les GB

	GB5-0-SBS	GB5-2-SBS	GB5-0-3550	EME (classe 1) et GB4	EME (classe 2)
<b>%Vides (-)</b>	3,6%	7,2%	5,0%	-	-
<b>1/b</b>	-6,33	-12,61	-5,72	-	-
<b><math>\varepsilon_6 (\times 10^{-6})</math></b>	134	127	110	$\geq 100$	$\geq 130$

#### 4.6 Conclusion du chapitre

Ce chapitre de thèse présente les descriptions et les résultats des essais normalisés réalisés au cours de ce travail de thèse au laboratoire central d'Eiffage Infrastructures à Corbas. Cinq essais correspondant aux 4 niveaux de formulation en France ont été menés : Compactage à la PCG, mesure de la sensibilité à l'eau, orniérage, détermination du module de rigidité et fatigue.

Les résultats ont montré que l'ajout de 2% et 4% de caoutchouc par voie sèche dans les enrobés GB5<sup>®</sup> permet d'obtenir des propriétés tout à fait satisfaisantes au regard des normes françaises de mise en œuvre des enrobés en infrastructure routière. Le tableau ci-dessous résume les conclusions obtenues sur les différents enrobés testés concernant la validation des différents niveaux de formulation. Malheureusement, du fait de contraintes logistiques durant la thèse, certains matériaux n'ont pas pu être testés par l'ensemble des essais prévus, et bien que les résultats partiels soient très encourageant, ils ne permettent pas de conclure sur la validation finale de tous les matériaux (Tableau 4-5).

De manière général, l'ajout de caoutchouc entraîne une légère diminution des performances par rapport aux enrobés de référence sans caoutchouc. Cependant, les valeurs obtenues sont comparables à celles attendues des Enrobés à Module Elevé classe 2 (excepté pour le module de rigidité) et des Graves Bitumes (catégorie 4 ou 3). De plus, il est notable que les éprouvettes des enrobés contenant du caoutchouc présentaient globalement une teneur en vides supérieure à celles des enrobés de référence, ce qui influe directement sur les résultats obtenus. Cette tendance n'est cependant pas observée sur les résultats de compactage à la P.C.G. Une attention

particulière concernant le compactage des enrobés contenant du caoutchouc ajouté par voie sèche est à considérer lors de la mise en place in situ de ces matériaux afin d'éviter de dégrader les performances thermomécaniques.

Tableau 4-5 : Récapitulatif des résultats obtenus vis-à-vis de la validation des niveaux de formulation établis par la norme Française

Enrobés avec granulats de caoutchouc	Niveaux de formulation			
	Niveau 1 (Compactage à la P.C.G + sensibilité à l'eau)	Niveau 2 (Orniérage)	Niveau 3 (Module de rigidité)	Niveau 4 (fatigue)
<b>GB5-2-SBS</b>	Validé pour les EME	Validé pour les EME	Validé pour les GB4	Validé pour les EME
<b>GB5-4-SBS</b>	Validé pour les EME	Validé pour les EME	Validé pour les GB3	Non testé
<b>GB5-2-3550</b>	Validé pour les EME	Validé pour les EME	Validé pour les GB4	Non testé
<b>GB5-4-3550</b>	Validé pour les EME	Validé pour les EME	Non testé	Non testé

**5. Dispositifs et protocoles  
expérimentaux des essais  
thermo-mécaniques avancés  
réalisés à l'ENTPE**

## 5.1 Equipements expérimentaux utilisés

Les sections suivantes présentent les différents équipements utilisés pour la réalisation des essais thermomécaniques à l'ENTPE au cours de la thèse.

### 5.1.1 Presse hydraulique

Deux presses hydrauliques équipées d'une électronique de pilotage et d'acquisition ont été utilisées afin d'imposer les sollicitations mécaniques sur les éprouvettes testées (Figure 5-1) :

- Une presse MTS LandMark de charge maximale  $\pm 250\text{kN}$ ,
- Une presse INSTRON, de charge maximale  $\pm 25\text{kN}$ .



Figure 5-1 : (a) Presse MTS de  $\pm 250\text{ kN}$  équipée d'une enceinte thermique Ineltec et (b) presse Instron de  $\pm 25\text{ kN}$  équipée d'une enceinte thermique BIA Climatic

Le Tableau 5-1 précise quels essais ont été réalisés sur la presse Instron et sur la presse MTS. Les essais de traction à  $-15^\circ\text{C}$  ont été réalisés sur la presse MTS, puisque la force maximale de traction pouvait dépasser la capacité de la presse INSTRON.

Tableau 5-1 : Correspondance entre les essais réalisés et les presses utilisées

Essais	Presse utilisée
Module complexe et coefficient de Poisson complexe	INSTRON
Traction à 5°C et 10°C	INSTRON
Traction à -15°C	MTS
TSRST	INSTRON

### 5.1.2 Enceinte thermique

Chaque presse est équipée d'une enceinte thermique permettant de contrôler la température au cours des essais. La presse Instron est équipée d'une enceinte Bia Climatic, permettant d'imposer des températures de -35°C à 150 °C. La presse MTS est équipée d'une enceinte Ineltec permettant d'imposer des températures de -40°C à 150 °C (Figure 5-1). Le pilotage de la température pour chaque enceinte est effectué sur le signal d'un capteur de température de l'air ambiant à l'intérieur de l'enceinte. Le système de régulation des enceintes permet de maintenir la température constante à  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  et d'imposer des rampes de température à vitesse fixée (-10°C/h pour les essais TSRST).

### 5.1.3 Extensomètres

Des extensomètres sont utilisés pour mesurer les déformations axiales  $\varepsilon_{ax}$  des éprouvettes testées (les éprouvettes étant des cylindres testés verticalement et carottés dans des plaques, la direction axiale correspond à la direction verticale lors de l'essai et la direction 1 lors du carottage, voir chapitre 3). Les extensomètres sont équipés à leurs extrémités de deux couteaux maintenus en contact avec l'éprouvette à l'aide de ressorts. Lorsque l'éprouvette se déforme axialement, l'écartement entre les couteaux est modifié. L'écartement entre les deux couteaux définit la longueur sur laquelle les déformations sont mesurées. Celle-ci peut être modifiée grâce à des rallonges.

La déformation axiale de chaque extensomètre  $\varepsilon_{ax}$  est obtenue par la formule suivante (équation 5-1) :

$$\varepsilon_{ax} = \frac{\Delta L}{L} \quad 5-1$$

avec  $L$  la longueur entre les deux couteaux et  $\Delta L$  la variation de longueur mesurée par l'extensomètre.

Pour les essais de module complexe, des extensomètres de 72,5 mm avec un débattement maximal de  $\pm 1$  mm sont utilisés. Pour les essais de traction directe réalisés à 5 °C et 10 °C et pour les essais de TSRST, des extensomètres de 90 mm avec un débattement maximal de  $\pm 5$  mm sont utilisés. Pour les essais de traction directe réalisés à -15°C, des extensomètres de 75 mm avec un débattement maximal de 1,5 mm en traction et -1,25 mm en compression sont utilisés.

Trois extensomètres sont utilisés et placés à 120 ° autour de l'éprouvette testée afin de vérifier l'hypothèse de l'homogénéité des champs de déformations. La déformation totale est finalement calculée en faisant la moyenne des trois déformations.

#### 5.1.4 Capteurs sans contact

Des capteurs sans contact (de marque LionPrecision et Microepsilon) ont été utilisés pour mesurer les déformations radiales des éprouvettes. Leur fonctionnement est basé sur le phénomène des courants de Foucault : chaque capteur possède une bobine métallique parcourue par un courant alternatif de fréquence élevée permettant de générer un champ magnétique. Une cible métallique (non-ferromagnétique dans notre cas) placée dans le champ magnétique va le perturber d'autant plus qu'elle sera près du capteur. C'est cette perturbation, mesurée en variation d'amplitude en fonction de la distance entre la cible et le capteur sans contact, qui va permettre de déterminer la distance entre la cible et le capteur. Dans nos essais, des cibles en papier aluminium autocollant sont collées sur l'échantillon, tandis que les capteurs sans contact sont fixés sur un anneau métallique autour de l'échantillon. Chaque capteur mesure la variation de distance entre lui et la cible. Deux capteurs mis face à face de part et d'autre de l'échantillon permettent donc de déterminer la variation de diamètre de l'échantillon. La déformation radiale  $\varepsilon_{rad}$  est calculée comme suivant dans l'équation 5-2 :

$$\varepsilon_{rad} = \frac{\Delta d_1 + \Delta d_2}{D} \quad 5-2$$

Avec  $\Delta d_1$  et  $\Delta d_2$  les déplacements radiaux mesurés par les capteurs sans contact, et  $D$  le diamètre de l'échantillon.

### 5.1.5 Sonde de température

Une sonde de température de type PT100 permet de mesurer la température à la surface de l'échantillon. Celle-ci est collée à l'aide d'un morceau de ruban adhésif de manière à ne pas gêner le positionnement des autres capteurs.

### 5.1.6 Capteur de force

Le capteur de force de la presse permet de mesurer la force verticale appliquée et d'obtenir les contraintes axiales résultantes par l'équation 5-3 :

$$\sigma_{ax} = \frac{F}{S_{\text{échantillon}}} \quad 5-3$$

La presse Instron est équipée d'une cellule de force de 25 kN d'une précision de  $\pm 0,1\%$  sur son étendue de mesure. La presse MTS possède une cellule de force 250 kN d'une précision de  $\pm 0,01\%$ .

## 5.2 Essais de module complexe

### 5.2.1 Procédure expérimentale

Les essais de module complexe réalisés au cours de cette thèse sont des essais homogènes durant lequel une éprouvette de forme cylindrique de dimensions 75 mm (diamètre) x 150 mm (longueur) subit des cycles de chargement axial sinusoïdal en compression/traction (Figure 5-2). Au cours de ce travail de thèse, les essais ont été menés sur une plage de température variant de  $-25^{\circ}\text{C}$  à  $50^{\circ}\text{C}$ , pour des fréquences allant de 0.003 Hz à 10 Hz. Ils se déroulent en déformations contrôlées durant les cycles de chargement, avec une amplitude de déformation de  $50 \mu\text{m}/\text{m}$  pour les enrobés bitumineux et  $280 \mu\text{m}/\text{m}$  pour les éprouvettes en caoutchouc BR, ceci afin de rester dans le domaine viscoélastique linéaire.

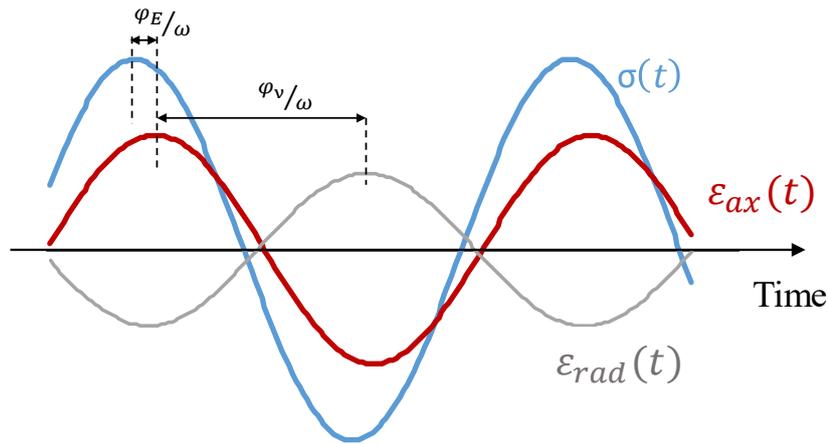


Figure 5-2 : Schéma représentant les signaux sinusoïdaux des déformations axiale et radiale et de la contrainte axiale appliquées sur un matériau viscoélastique linéaire lors d'un essai de module complexe en compression/traction

Comme présenté dans la Figure 5-3, l'ordre des températures imposées est le suivant : 25 °C, 15°C, -25°C, -15°C, -5°C, 5°C, 15°C, 25°C, 35°C, 45°C, 50°C et 15°C. La température à 25°C présente au début de l'essai correspond au temps de prise de la colle. La température à 15°C est présente trois fois pour permettre de comparer les valeurs à différents moments de l'essai et ainsi évaluer l'endommagement éventuel de l'éprouvette. Chaque changement de température nécessite un temps de repos de 4h30 pour s'assurer que la température est uniforme dans l'éprouvette. Durant ce temps, la force appliquée sur l'éprouvette est maintenue nulle.

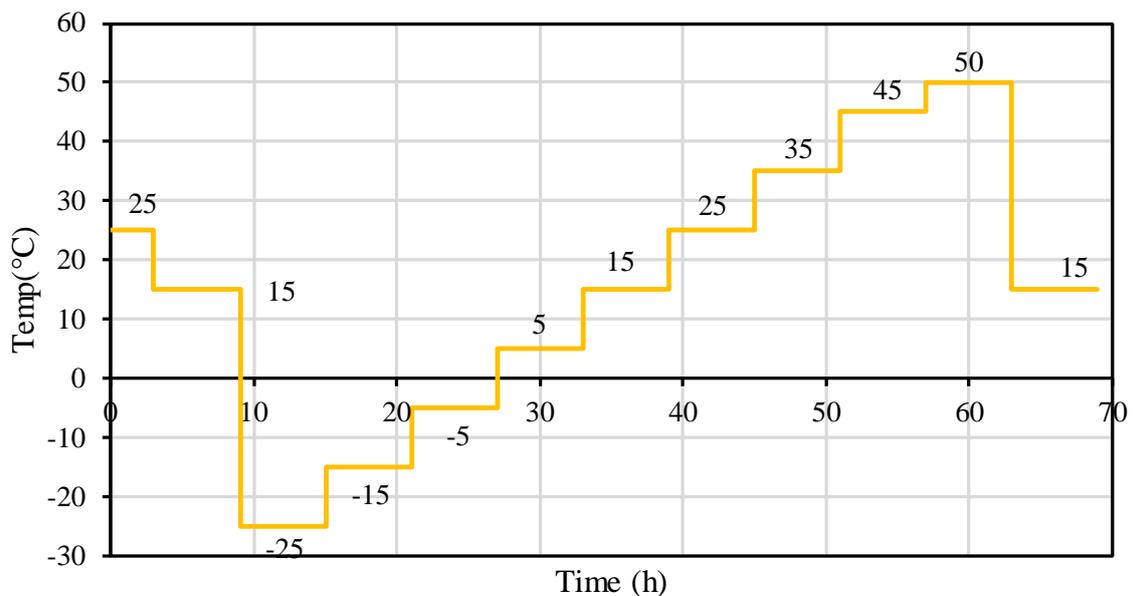


Figure 5-3 : Températures durant l'essai de module complexe

A chaque température, les éprouvettes sont sollicitées aux fréquences croissantes suivantes : 0,003 Hz, 0,01 Hz, 0,03 Hz, 0,1 Hz, 0,3 Hz, 1 Hz, 3 Hz et 10 Hz. Pour chaque fréquence testée, un certain nombre de cycle est appliqué, défini dans le Tableau 5-2. Entre chaque changement de fréquence, un temps de latence de 300 secondes est également respecté, où la force appliquée sur l'éprouvette est maintenue nulle.

*Tableau 5-2 : Nombre de cycles appliqués pour chaque fréquence au cours des essais de module complexe*

Fréquence (Hz)	Nombre de cycle
0.003	4
0.01	6
0.03	8
0.1	12
0.3	16
1	30
3	40
10	50

### **5.2.2 Mise en place de l'essai**

Les deux extrémités de chaque éprouvette testée sont collées à des casques en aluminium, permettant la liaison avec la presse et transférant les efforts appliqués aux éprouvettes. Les casques sont préalablement minutieusement poncés à l'aide de papier de verre pour éliminer tous résidus de colle, puis nettoyés à l'acétone.

Le casque supérieur est tout d'abord collé en dehors de la presse, sur un banc de collage et une attention particulière est portée sur le bon alignement entre l'axe de l'éprouvette et celui du casque. La colle utilisée est une colle Araldite bi composant, constituée d'une résine époxyde et d'un agent polymérisant, en proportion égale. Un poids de 2,5 kg est posé sur l'éprouvette et un temps de prise d'au moins une heure est nécessaire pour permettre de manipuler l'échantillon (Figure 5-4).



Figure 5-4 : Epreuve positionnée sur le banc de collage lors de la phase de séchage de la colle

L'éprouvette est ensuite vissée par son casque au niveau supérieur du piston. Le second casque est alors collé dans la presse. Il est directement vissé au montage support. La colle est ensuite versée sur le casque inférieur et l'éprouvette est descendue jusqu'à ce qu'une compression d'environ  $-0,03$  kN permette le contact entre l'éprouvette et le casque inférieur. Un minimum de 4h de temps de prise à une température de  $25^{\circ}\text{C}$  est nécessaire avant de lancer l'essai. Environ 16 g de colle sont utilisés sur chaque casque. L'instrumentation de l'éprouvette se fait une fois que celle-ci est collée au casque et montée dans la presse.

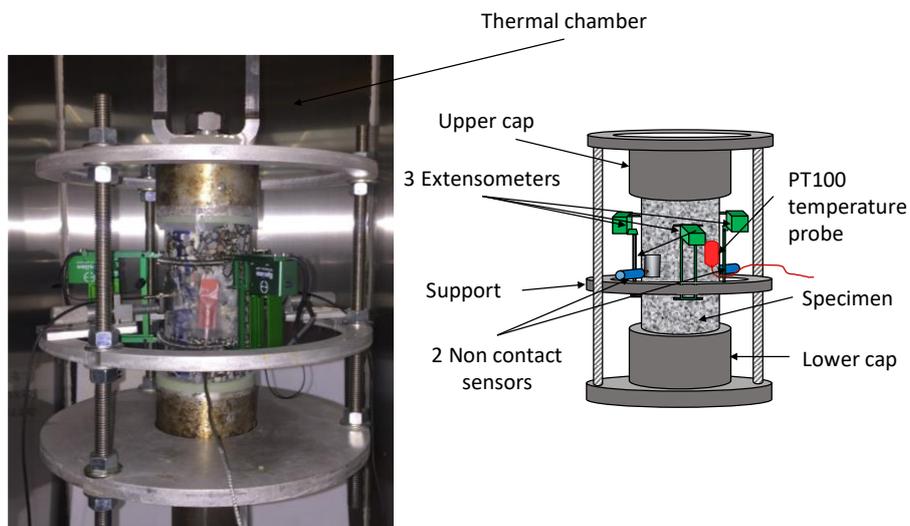


Figure 5-5 : Photographie et représentation schématique d'une éprouvette instrumentée

### 5.2.3 Acquisition et traitement des données

Pour chaque point d'acquisition, plusieurs données de mesure sont enregistrées simultanément au cours des cycles de sollicitation des essais de module complexe :

- Le temps d'essai (s),
- Le temps de cycle (s),
- Le numéro du cycle en cours (-),
- La valeur du capteur de position de la presse (mm), utilisée uniquement pour voir l'éventuelle modification de hauteur de l'éprouvette au cours de l'essai en cas de problème
- La charge (kN),
- Les déformations axiales (m/m),
- Les déplacements radiaux (mm),
- Et la température (°C).

Sont calculés :

- La contrainte axiale :  $\sigma_{ax} = \frac{F}{S_{\text{échantillon}}}$
- La déformation axiale moyenne :  $\varepsilon_{ax} = \frac{\varepsilon_{ax1} + \varepsilon_{ax2} + \varepsilon_{ax3}}{3}$ , avec  $\varepsilon_{axi}$  ( $i = 1, 2$  ou  $3$ ) la déformation mesurée par l'extensomètre  $i$
- La déformation radiale moyenne :  $\varepsilon_{rad} = \frac{\varepsilon_{rad1} + \varepsilon_{rad2}}{D}$ , avec  $\varepsilon_{rad1}$  ( $i = 1, 2$  ou  $3$ ) la déformation mesurée par le capteur sans contact  $i$

Pour chaque cycle, 200 points sont enregistrés. Pour chaque fréquence de sollicitations différentes, l'intervalle de temps entre les points d'acquisition doit être adapté. Ils sont présentés dans le Tableau 5-3.

L'ensemble des points expérimentaux forment des signaux proches de sinusoides. Ces signaux sont coupés en deux sinus consécutifs et approchés deux par deux par des sinusoides pour chaque couple de fréquence et température. Ces sinusoides approchées nous permettent de caractériser les amplitudes de déformations et de contraintes, et le déphasage des sinus par rapport à 0.

Tableau 5-3 : Intervalle entre chaque point d'acquisition pour chaque fréquence de sollicitation appliquée au cours d'un essai de module complexe

Fréquence (Hz)	Acquisition (s)
0,003	1,67
0,01	0,5
0,03	0,167
0,1	0,05
0,3	0,0167
1	0,005
3	0,00167
10	0,0005

La Figure 5-6 ci-dessous présente un exemple des cycles obtenus de l'essai mené sur l'éprouvette GB5-0-3550-1-9.

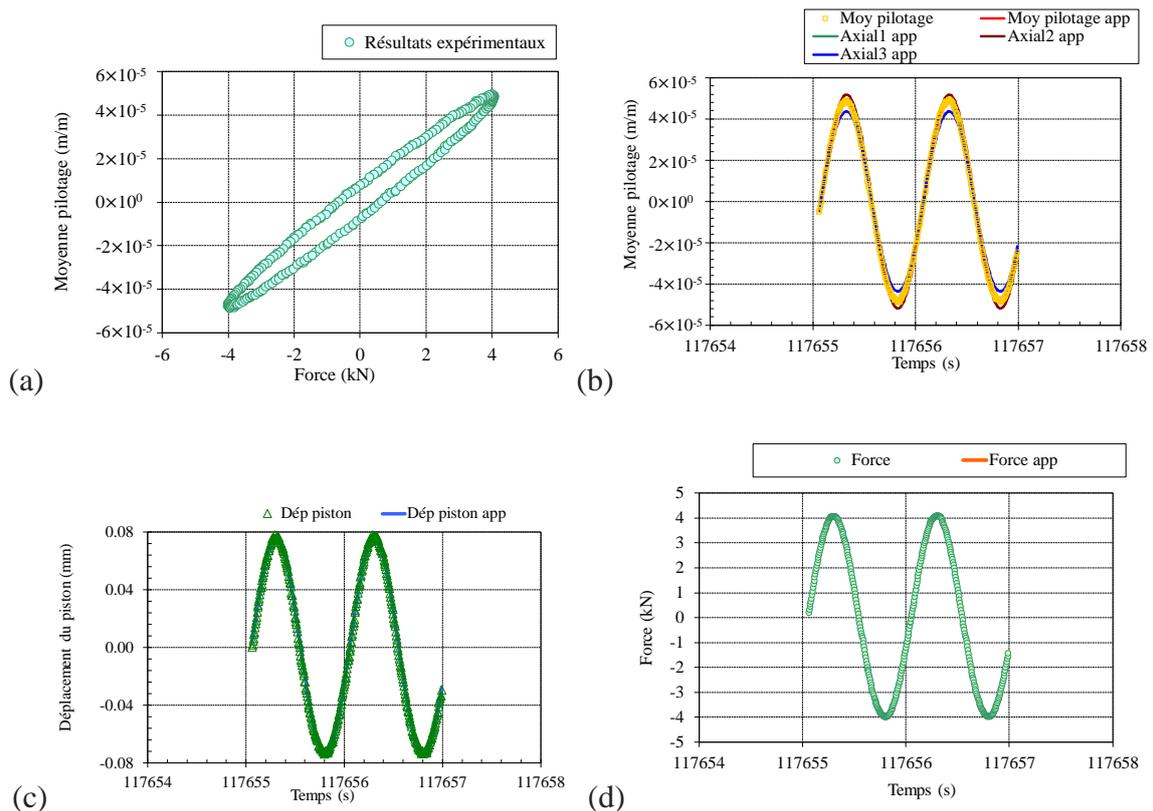


Figure 5-6 : Couple de cycle obtenus des essais menés à la fréquence 1 Hz et la température de 5 °C sur l'éprouvettes GB5-0-3550-1-9. (a) Hystérésis, (b) Moyenne de pilotage (moyenne des extensomètres) en fonction du temps, (c) Déplacement du piston en fonction du temps et (d) Force en fonction du temps

Ainsi, il est possible de calculer pour chaque double cycle traité :

- La contrainte moyenne axiale  $\sigma_{0ax}$  (MPa) :  $\sigma_{0ax} = \frac{F}{S}$  ;
- La déformation axiale moyenne  $\varepsilon_{0ax}$  ( $\mu\text{m/m}$ ) et la déformation radiale moyenne  $\varepsilon_{0rad}$  ( $\mu\text{m/m}$ ) par un calcul de moyenne ;
- L'angle de phase du module complexe moyen  $\varphi_E$  ( $^\circ$ ) :  $\varphi_E = \varphi_{\sigma_{0ax}} - \varphi_{\varepsilon_{0ax}}$  ;
- Et l'angle de phase du coefficient de Poisson moyen  $\varphi_\nu$  ( $^\circ$ ) :  $\varphi_\nu = -\pi - (\varphi_{ax} - \varphi_{rad})$  ;

A partir de ces valeurs, il est finalement possible de calculer pour chaque fréquence et chaque température testée :

- La norme du module complexe moyenne  $|E^*|$  (MPa) :  $|E^*| = \frac{\sigma_{0ax}}{\varepsilon_{0ax}}$  ;
- La partie réelle moyenne du module complexe  $E_1$  (MPa) :  $E_1 = |E^*| \cos(\varphi_E)$  ;
- La partie imaginaire moyenne du module complexe  $E_2$  (MPa) :  $E_2 = |E^*| \sin(\varphi_E)$  ;
- La norme du coefficient de Poisson moyen  $|\nu^*|$  :  $|\nu^*| = -\frac{\varepsilon_{0rad}}{\varepsilon_{0ax}}$  ;
- La partie réelle moyenne du module complexe  $\nu_1$  :  $\nu_1 = |\nu^*| \cos(\varphi_\nu)$  ;
- Et enfin la partie imaginaire moyenne du module complexe  $\nu_2$  :  $\nu_2 = |\nu^*| \sin(\varphi_\nu)$ .

En outre, pour chaque cycle traité, un indice de qualité des approximations est calculé (somme des écarts aux carrés entre le signal sinusoïdal et les 200 points de chaque cycles, rapportée à la valeur de l'amplitude du signal). En fonction de la qualité des signaux et de la pertinence des résultats, certains cycles doivent être supprimés. Les premiers et derniers cycles sont systématiquement supprimés car souvent peu fiables (premiers cycles non stabilisés en raison du comportement viscoélastique et derniers cycles souvent écourtés).

Une fois ce traitement effectué, les résultats obtenus sont moyennés sur l'ensemble des cycles pour chaque couple de fréquence et température fixées. Une valeur de module complexe (norme et angle de phase) et de coefficient de Poisson complexe (norme et angle de phase) est ainsi obtenu pour chaque fréquence et chaque température donnée.

#### 5.2.4 Exemples de résultats

La Figure 5-7 présente des exemples de résultats des essais de module complexe menés sur les éprouvettes GB5-0-3550-1-9 et GB5-0-3550-1-4, deux éprouvettes issues du même enrobé GB5-0-3550. Les Figure 5-7 (a) et (b) présentent les résultats de module complexe dans les plans complexe de Cole-Cole et l'espace de Black. Des courbes uniques pouvant être obtenues dans ces plans, il a été possible de tracer les courbes maitresses de la norme du module complexe et de l'angle de phase (Figure 5-7 (c) et (d)) en fonction de la fréquence équivalente,

à la température de référence de 15°C en utilisant les facteurs de translation et la courbe WLF reportés dans la Figure 5-7 (e). Les courbes des deux éprouvettes se superposant parfaitement, démontrant une excellente répétabilité.

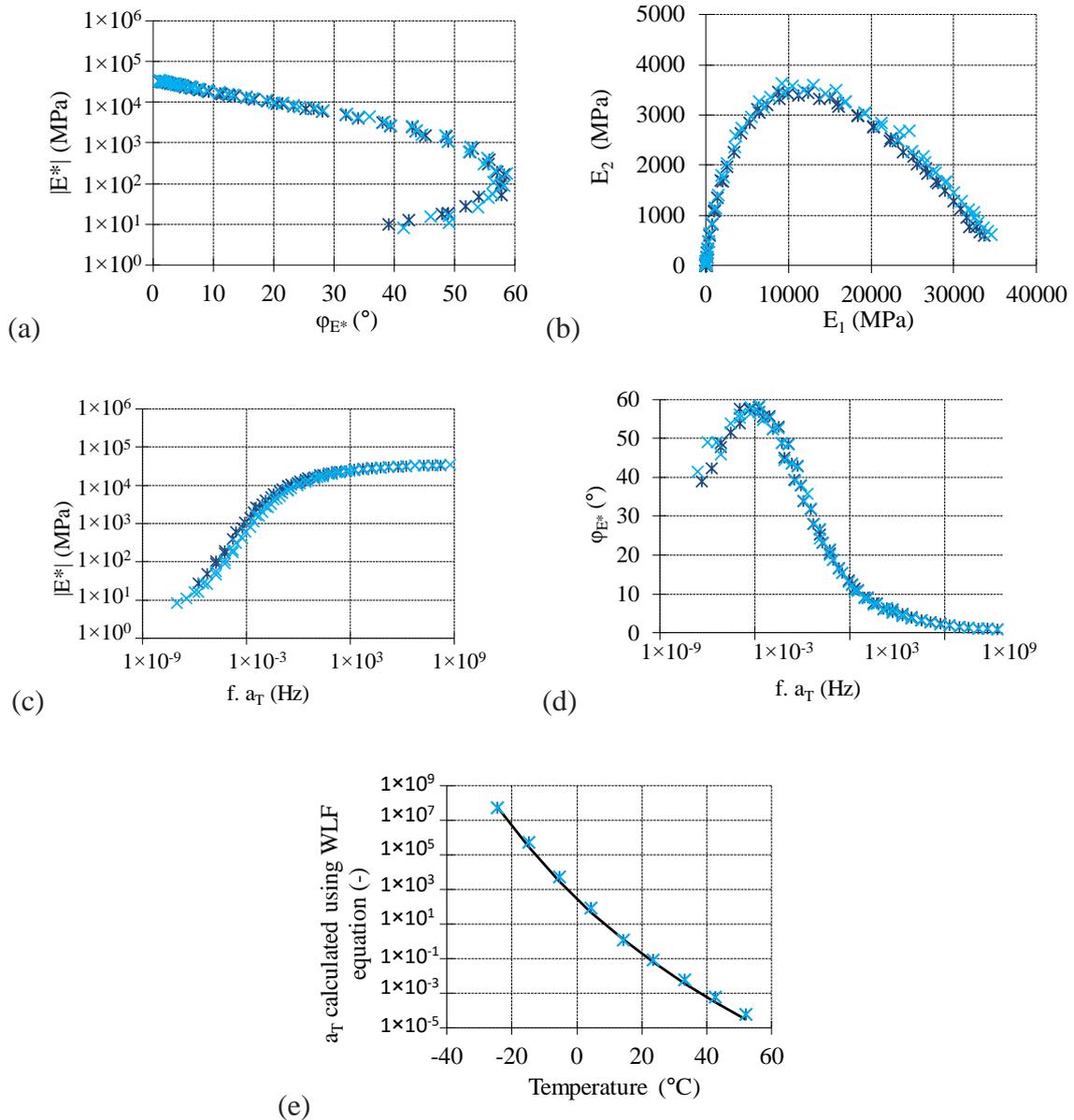


Figure 5-7 : Résultats expérimentaux de  $E^*$  obtenus sur les éprouvettes 1-9 et 1-4 de GB5-0-3550 (a) Plan de Cole-Cole, (b) Espace de Black, (c) Courbe maîtresse de la norme  $|E^*|$  à 15°C, (d) Courbe maîtresse de l'angle de phase  $\varphi_{E^*}$  à 15°C, (e) Facteurs de translation  $a_T$  et courbe WLF

## **5.3 Essais de traction simple**

### **5.3.1 Procédure expérimentale**

L'essai de traction directe consiste en une mise en traction par élongation d'une éprouvette cylindrique jusqu'à rupture de celle-ci à une température et une vitesse de déformation fixée. Les essais sont réalisés à trois températures : 10 °C, 5 °C et -15 °C, à vitesse de déformation axiale constante de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min. Le pilotage de la presse est donc effectué en contrôle de la déformation axiale durant l'essai.

Les éprouvettes testées sont cylindriques, de 150 mm de longueur et 75 mm de diamètre. Les essais à 10°C et 5°C sont réalisés sur la presse Instron tandis que les essais à -15°C sont réalisés sur la presse MTS. Comme pour les essais de module complexe, les déformations axiales sont mesurées à l'aide des trois extensomètres (de 90 mm de longueur et  $\pm 5$  mm d'amplitude de mesure pour les essais menés sur la presse Instron et de 75 mm de longueur avec un débattement maximal de 1.5 mm en traction et -1.25 mm en compression pour les essais menés sur la presse MTS) placés à 120° autour des éprouvettes. La déformation axiale totale des éprouvettes est calculée comme la moyenne des mesures de déformation délivrées par les trois extensomètres utilisés.

### **5.3.2 Mise en place de l'essai**

La même procédure de collage des éprouvettes que celle appliquée pour la mise en place des essais de module complexe est utilisée (5.2.1). Un temps de prise de la colle d'au moins 6h puis de mise en température des éprouvettes de 5h sont prévus. Durant ces périodes, les éprouvettes sont maintenus en légère compression de -0.02kN à température 25 °C.

### **5.3.3 Acquisition et traitement des données**

Comme pour les essais de module complexe, les données brutes sont collectées sous la forme de points enregistrés à des temps précis (toutes les secondes). Sont mesurés par les différents capteurs et systèmes d'acquisition :

- Le temps total (s), -
- La position du piston (mm),
- La rotation (°),
- La charge (kN),
- Les déformations axiales (m/m)

- Et la température (°C).

A partir de ces valeurs, sont calculées :

- La contrainte moyenne axiale  $\sigma_{0ax}$  (MPa) :  $\sigma_{0ax} = \frac{F}{S}$  ;
- La déformation axiale moyenne  $\varepsilon_{0ax}$  (m/m), moyenne des trois déformations obtenues pour chaque extensomètre.

### 5.3.4 Exemples de résultats

La Figure 5-8 et Figure 5-9 ci-dessous présentent les résultats obtenus de l'essai de traction directe mené sur l'éprouvette GB5-0-SBS-2-9. La Figure 5-8 présente l'évolution de la déformation en fonction du temps. Celle-ci est conforme à la commande de pilotage, soit  $3.2 \times 10^{-4}$ /min. La contrainte a été tracée en fonction de la moyenne des déformations axiales dans la Figure 5-9. Le pic de contrainte et la déformation associée peuvent être ainsi déterminés.

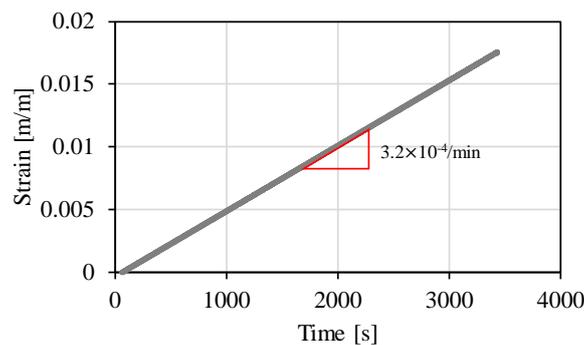


Figure 5-8 : Evolution de la moyenne des déformations axiales en fonction du temps obtenue d'un essai de traction directe mené sur l'éprouvette GB5-0-SBS-2-9

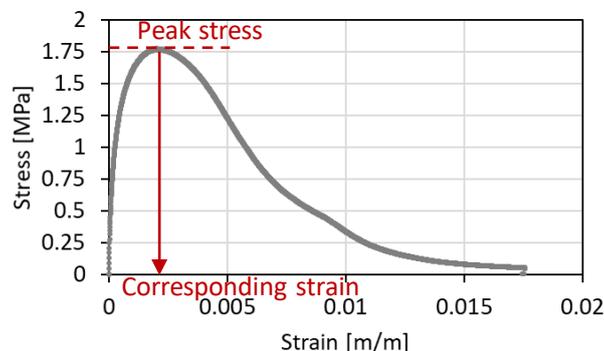


Figure 5-9 : Evolution de la contrainte axiale en fonction de la moyenne des déformations axiales obtenue d'un essai de traction directe mené sur l'éprouvette GB5-0-SBS-2-9

## 5.4 Essais TSRST

### 5.4.1 Procédure expérimentale

Le principe de l'essai de retrait thermique empêché (« Thermal Stress Restrained Specimen Test »), TSRST, selon la NF EN 12697-4, est de refroidir une éprouvette selon un taux de refroidissement constant, tout en empêchant l'éprouvette de se contracter en maintenant sa longueur, jusqu'à rupture de celle-ci. Le taux de refroidissement est de  $-10^{\circ}\text{C}/\text{h}$  (NF EN 12697-46 Février 2020- Mélanges Bitumineux - Méthodes d'essai - Partie 46 : Fissuration et Propriétés à Basse Température Par Des Essais de Traction Uniaxiale, n.d.). La température initiale des éprouvettes est de  $5^{\circ}\text{C}$  (et non  $20^{\circ}\text{C}$  comme indiqué dans la norme précédente). En effet, de précédentes études ont montré qu'il était possible de réduire le temps d'essai en commençant à  $5^{\circ}\text{C}$  plutôt que  $20^{\circ}\text{C}$  (comme indiqué dans la norme Américaine AASHTO TP10-93) car au-dessus de  $5^{\circ}\text{C}$ , les propriétés dissipatives des matériaux sont très importantes, ceux-ci n'emmagasinent donc que très peu de contraintes (Tapsoba, 2012; Tapsoba et al., 2012, 2016). Les éprouvettes testées ont des dimensions différentes de celles testées en module complexe et en traction : elles ont un diamètre de 60 mm et une longueur de 225 mm. Le diamètre plus petit a été adapté afin de s'assurer d'une température plus homogène au cœur des éprouvettes durant les essais. Malgré la structure composite de l'enrobé et le faible diamètre de ces éprouvettes, l'hypothèse de la continuité du milieu est tout de même considérée comme valide à l'échelle de l'éprouvette.

Comme pour les essais de traction directe, les déformations axiales sont obtenues à l'aide des trois extensomètres (de 90 mm de longueur et  $\pm 5$  mm d'amplitude de mesure) placés à  $120^{\circ}$  autour des éprouvettes. La déformation axiale totale  $\varepsilon_{ax}$  des éprouvettes testées est définie par la moyenne de ces trois extensomètres. Au cours de l'essai TSRST, cette déformation moyenne axiale est maintenue nulle, afin d'empêcher le phénomène de contraction thermique.

Ainsi,  $\varepsilon_{ax}$  peut se décomposer de la manière suivante dans l'Equation 5-4 :

$$\varepsilon_{ax} = \varepsilon_{ax}^{thermique} + \varepsilon_{ax}^{mécanique} = 0 \quad 5-4$$

Avec  $\varepsilon_{ax}^{thermique}$  la déformation thermique égale à  $\alpha \cdot \Delta T$ , avec  $\alpha$  le coefficient de dilatation/contraction thermique des matériaux et  $\Delta T$  la variation de température depuis le début de l'essai et  $\varepsilon_{ax}^{mécanique}$  la déformation mécanique.

Ainsi, l'Equation 5-4 devient (Equation 5-5) :

$$\varepsilon_{ax}^{m\acute{e}canique} = -\varepsilon_{ax}^{thermique} = -\alpha \cdot \Delta T$$

5-5

### 5.4.2 Mise en place de l'essai

La même procédure de collage des éprouvettes que celle appliquée pour la mise en place des essais de module complexe et de traction directe est utilisée (5.2.1). Un temps de prise de la colle d'au moins 6 h à une température ambiante proche de 20 °C puis de mise en température des éprouvettes de 5h sont prévus. Durant ces périodes, les éprouvettes sont maintenus en légère compression de -0,02 kN.

### 5.4.3 Acquisition et traitement des données

Comme pour les essais de module complexe et de traction directe, les données brutes sont collectées sous la forme de points enregistrés à des temps précis (toutes les secondes). Sont mesurés par les différents capteurs et systèmes d'acquisition :

- Le temps total (s),
- La position du piston (mm),
- La rotation (°),
- La charge (kN),
- Les déformations axiales (m/m)
- Et la température (°C).

Sont calculés :

- La contrainte moyenne axiale  $\sigma_{0ax}$  (MPa) :  $\sigma_{0ax} = \frac{F}{S}$  ;

### 5.4.4 Calibration des capteurs avec la température

Cet essai nécessite d'imposer un refroidissement constant à l'équipement utilisé. Or, les capteurs utilisés connaissant également des déformations thermiques, comme les éprouvettes. Le pilotage étant effectué sur les mesures des extensomètres, si les valeurs de ceux-ci dérivent avec la température, les résultats des essais seront faussés. Il est donc nécessaire de déterminer les déformations des extensomètres avec la température et de corriger leur valeur.

Afin d'évaluer la déformation du système de mesure, une éprouvette étalon de « Zérodur® » a été utilisée. Le coefficient de contraction thermique de cette éprouvette peut être considéré comme étant égal à zéro. Des essais avec ce matériau ont été réalisés dans les mêmes conditions

que l'essai TSRST sur éprouvette d'enrobé. La température est mesurée à la surface de l'éprouvette. La vitesse de refroidissement est de 10 °C/h. Les résultats sont présentés sur la Figure 5-10. La calibration a montré que le système de mesure se déforme d'environ 15,48 µm/h.

Tous les essais n'ayant pas tous été réalisés avec le même lot d'extensomètres, la calibration a été faite une seconde fois et a montré que le système de mesure se déforme d'environ 17,83 µm/h.

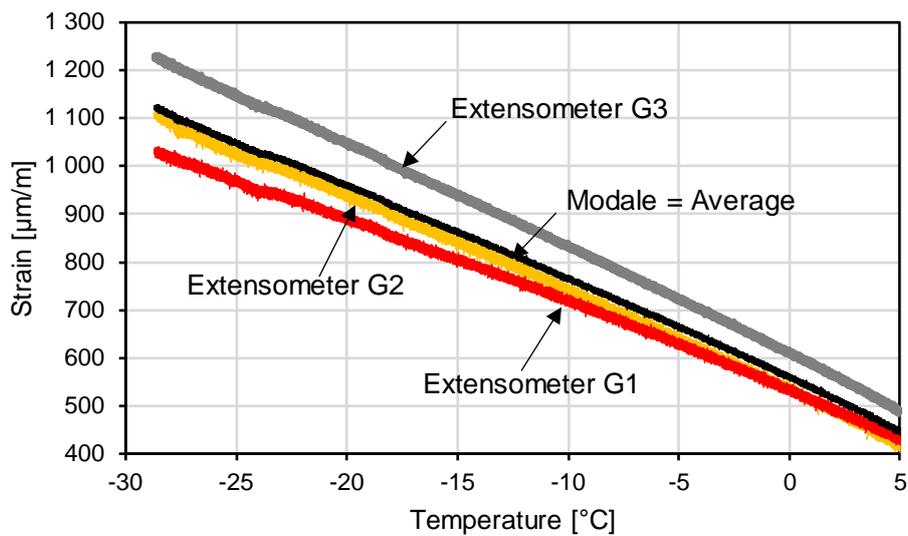


Figure 5-10 : Dérive des extensomètres avec la température mesurée sur une éprouvette étalon de Zerodur®

#### 5.4.5 Exemples de résultats

La Figure 5-11 ci-dessous présente un exemple de résultats obtenus lors de l'essai TSRST mené sur l'éprouvette GB5-0-SBS-2-9. L'évolution de la température et de la contrainte axiale sont tracées en fonction du temps.

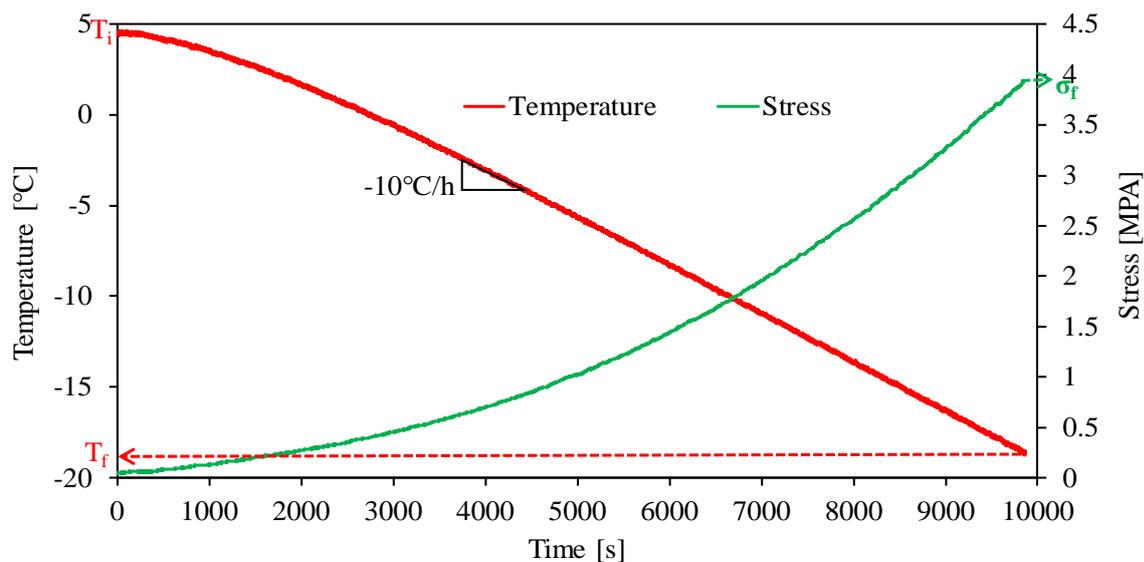


Figure 5-11 : Evolutions de la température et de la contrainte axiale en fonction du temps, obtenues lors de l'essai TSRST mené sur l'éprouvette GB5-0-SBS-2-9

## 5.5 Conclusion du chapitre

Ce chapitre de thèse regroupe les descriptions de l'ensemble des équipements et dispositifs expérimentaux utilisés au cours de la thèse pour la réalisation des essais thermomécaniques avancés à l'ENTPE. Des exemples de résultats sont présentés pour chaque essai. Le Tableau 5-4 résume l'ensemble des essais avancés réalisés sur les matériaux de la thèse.

Tableau 5-4 : Récapitulatif essais avancés réalisés et matériaux testés

Matériaux testés	Essais thermomécaniques réalisés à l'ENTPE (X = réalisés ; - = non réalisés)		
	Module complexe et coefficient de Poisson complexe	Traction directe	TSRST
GB5-0-SBS	X	X	X
GB5-2-SBS	X	X	X
GB5-4-SBS	X	X	X
GB5-0-3550	X	X	X
GB5-2-3550	X	X	X
GB5-4-3550	X	X	X
BR	X	-	-

## **6. Etude expérimentale et modélisation en petites déformations**

Ce chapitre présente la caractérisation du comportement viscoélastique linéaire dans le domaine des petites déformations des matériaux présentés dans le chapitre 3.

Les résultats, la modélisation par le modèle analogique 2S2P1D et les analyses des essais réalisés sur des éprouvettes en enrobé (avec et sans caoutchouc) et en caoutchouc BR seront présentés. L'énergie dissipée par cycle de chargement sinusoïdale a également été déterminée au cours des essais de module complexe, pour chaque enrobé avec et sans granulat de caoutchouc. Les propriétés viscoélastiques obtenues ont permis de déterminer l'énergie dissipée dans une structure simplifiée de chaussée via un calcul par éléments finis réalisé dans le domaine fréquentiel sur le logiciel Comsol®.

## **6.1 Essais de module complexe réalisés sur les enrobés**

### **6.1.1 Récapitulatifs des essais réalisés**

Le Tableau 6-1 présente l'ensemble des éprouvettes testées par les essais de module complexe au laboratoire de l'ENTPE. Au moins deux éprouvettes par matériau ont été testées pour vérifier la répétabilité de l'essai. Pour les enrobés GB5-0-SBS et GB5-2-SBS, plus de deux éprouvettes ont été testées, à cause de pannes répétitives de l'enceinte thermique durant les deux premiers essais n'ayant donc pas permis de caractériser le comportement sur une large gamme de température.

Au total, les essais ont été menés sur 15 éprouvettes. Les teneurs en vides des éprouvettes (déterminées par la méthode géométrique présentée dans le chapitre 3) sont également présentées dans le Tableau 6-1. Le rapport du volume de granulats (minéraux et caoutchouc) sur le volume de liant total (bitume neuf d'apport et bitume issu des AE) a été calculé pour chaque éprouvette. Il est identique pour toutes les éprouvettes et égale à 7,6.

Tableau 6-1 : Récapitulatifs des éprouvettes d'enrobés testées, avec leur teneur en vides correspondante et le rapport du volume de granulats (minéraux et caoutchouc) sur le volume de liant

Eprouvettes testées	Teneurs en vides	Rapport du volume de granulats (minéraux et caoutchouc) sur le volume de liant
GB5-0-SBS-1-5	3,4%	7.6
GB5-0- SBS -1-8	3,3%	
GB5-0- SBS -1-11	3,3%	
GB5-2- SBS -2-2	3,3%	
GB5-2- SBS -2-1	3,5%	
GB5-2- SBS -2-3	3,5%	
GB5-2- SBS -2-12	3,6%	
GB5-4- SBS -1-8	4,4%	
GB5-4- SBS -1-6	4,3%	
GB5-0-3550-1-4	5,2%	
GB5-0-3550-1-9	5,3%	
GB5-2-3550-2-11	5,8%	
GB5-2-3550-2-13	5,5%	
GB5-4-3550-1-7	5,6%	
GB5-4-3550-1-9	5,6%	

### 6.1.2 Résultats, analyse et modélisation par le modèle analogique 2S2P1D des essais

Les résultats expérimentaux des modules complexes et des coefficients de Poisson complexes et les modélisations 2S2P1D sont présentés dans les figures Figure 6-1 à Figure 6-3.

La Figure 6-1 présente les données de module complexe obtenus pour tous les enrobés testés, ainsi que la modélisation 2S2P1D réalisée.

Pour tous les enrobés, des courbes uniques sont obtenues dans le plan de Cole-Cole et l'espace de Black, ce qui montre que le principe de superposition temps-température est validé pour tous les enrobés, avec ou sans caoutchouc. Les courbes maitresses de la norme du module complexe et de l'angle de phase ont été tracées à la température de référence de 15 °C. Les facteurs de translation  $a_T$  utilisés sont tracés dans la Figure 6-1(e), ainsi que la courbe obtenue de l'équation WLF (unique pour tous les matériaux car les mêmes  $C_1$  et  $C_2$  ont été utilisés). Il existe des écarts de l'ordre de  $\pm 0,5$  °C entre les températures visées et celles mesurées par la sonde de température. Ainsi, afin de déterminer les facteurs de translations à la même température de référence, une approche en deux temps a été adoptée. Dans un premier temps, ils ont été

déterminés manuellement, à la température de référence dite expérimentale (présentant donc des variations de température de l'ordre de  $\pm 0,5$  °C entre les différentes éprouvettes testées). Les facteurs de translation précédemment déterminés ont ensuite été ajustés à la température de 15°C, en calculant avec l'équation WLF l'écart entre la valeur de  $a_T$  à la température de 15°C et la valeur de  $a_T$  à la température de l'essai et en multipliant cette valeur obtenue aux facteurs de translations déterminés manuellement.

Une bonne répétabilité des données expérimentales est obtenue pour tous les enrobés.

A basses températures/hautes fréquences, des valeurs croissantes de la norme du module complexe sont observées pour une teneur en caoutchouc croissante, indépendamment du type de bitume. Cependant, pour la même teneur en caoutchouc, les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS montrent une norme de module complexe plus faible que les enrobés du bitume pur 35/50. Les courbes maîtresses des angles de phase se superposent, indépendamment de la teneur en caoutchouc et du bitume.

A hautes températures/basses fréquences, deux tendances peuvent être observées en fonction du type de liant :

- Concernant les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS (GB5-SBS), la norme du module complexe diminue avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc, mais pour les enrobés avec bitume pur 35/50 (GB5-3550), des valeurs croissantes de la norme du module complexe sont observées pour une teneur en caoutchouc croissante.
- Pour l'angle de phase du module complexe, les courbes maîtresses se superposent pour les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS sur toute la gamme des températures/fréquences considérées, indépendamment de la teneur en caoutchouc. Pour les enrobés avec du bitume pur 35/50 (GB5-3550), l'angle de phase diminue avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc mais, globalement, les enrobés avec du bitume pur 35/50 montrent des valeurs plus élevées d'angle de phase du module complexe par rapport aux enrobés avec du bitume modifié aux polymères SBS (GB5-SBS).

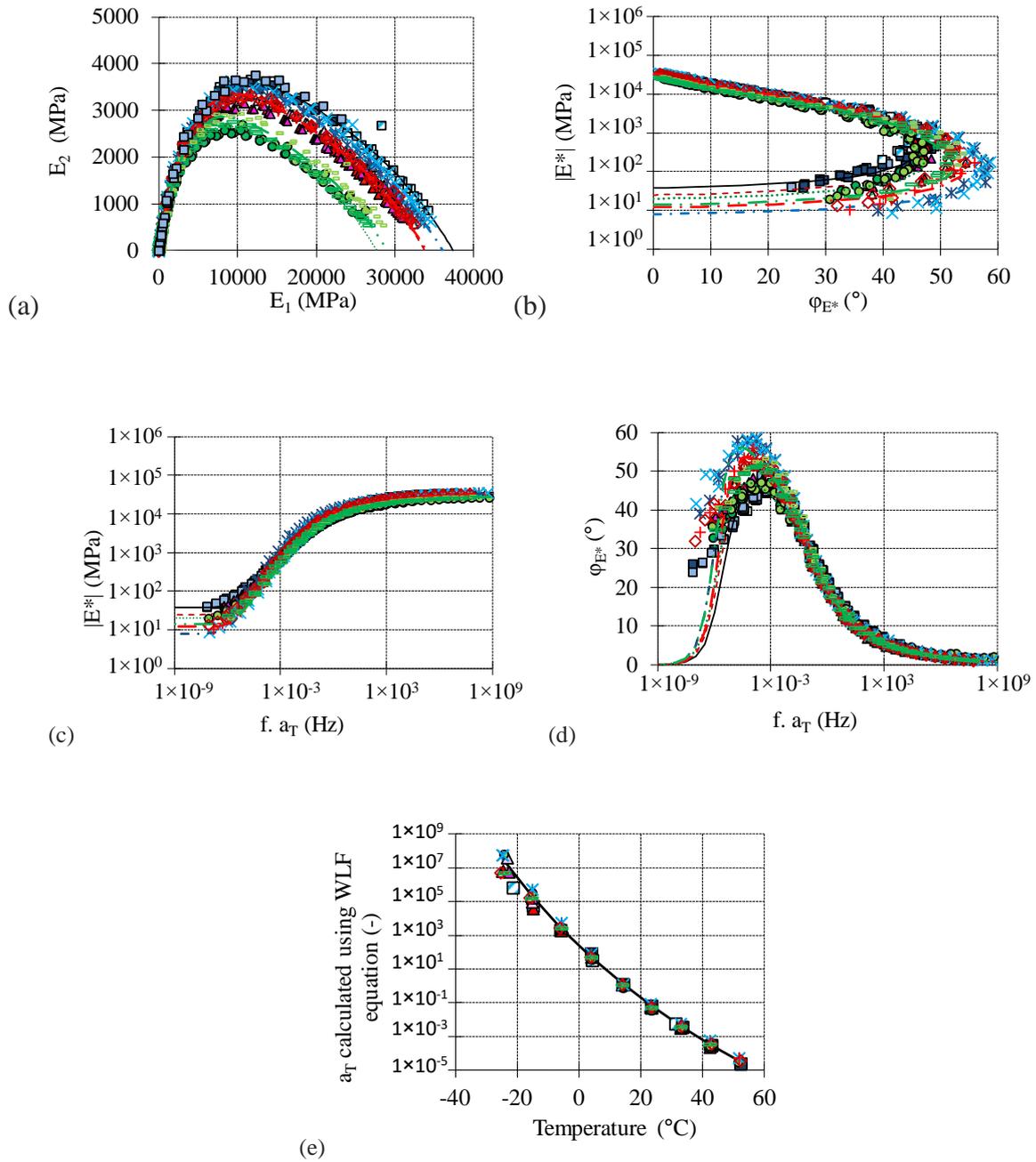
Toutes les données expérimentales ont été modélisées avec le modèle 2S2P1D, en utilisant les paramètres indiqués dans le Tableau 1-2.

Tableau 6-2 : Constantes du modèle 2S2P1D et paramètres WLF à la température de référence de 15 °C

Enrobés	$E_{00}$ (MPa)	$E_0$ (MPa)	$k$ (-)	$h$ (-)	$\delta$ (-)	$\tau_E$ (s)	$\beta$ (-)	$\tau_v$ (-)	$C_1$ (-)	$C_2$ (°C)
GB5-0-SBS	38	37400	0,173	0,540	1,80	0,179	400	4,30	24,1	161,8
GB5-2-SBS	25	33800								
GB5-4-SBS	20	27700								
GB5-0-3550	8	35800		0,570						
GB5-2-3550	12	34000								
GB5-4-3550	14	29000								

Les courbes 2S2P1D obtenues se superposent parfaitement bien sur les données expérimentales, ce qui confirme que le modèle 2S2P1D est parfaitement adéquat pour modéliser les données expérimentales du module complexe pour tous les enrobés étudiés au cours de cette thèse. Pour les enrobés avec du bitume modifié aux polymères SBS, les mêmes constantes  $k$ ,  $h$ ,  $\delta$ ,  $\beta$  et  $\tau_E$  ont été utilisées. Pour les enrobés avec bitume pur 35/50, le même jeu de constantes que pour les enrobés GB5-SBS a été utilisé, sauf pour  $h$ , dont la valeur est légèrement plus haute.

Les constantes  $k$ ,  $h$ ,  $\delta$  et  $\beta$  sont connues pour être uniquement influencées par le bitume (Olard & Di Benedetto, 2003). Pour les enrobés GB5-SBS avec bitume modifié aux polymères SBS, il est intéressant de souligner une diminution des valeurs des modules asymptotiques du module complexe avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. La valeur du module vitreux  $E_0$  est inférieure de 10% (resp. 26%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport à la valeur de  $E_0$  de l'enrobé GB5-0-SBS sans granulats de caoutchouc. La valeur du module statique  $E_{00}$  est inférieure de 34% (resp. 47%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport à la valeur  $E_{00}$  de l'enrobé de référence sans caoutchouc (GB5-0-SBS).



- GB5-0-SBS-1-8    □ GB5-0-SBS-1-5    ■ GB5-0-SBS-1-11    — 2S2P1D GB5-0-SBS
- △ GB5-2-SBS-2-2    ▲ GB5-2-SBS-2-1    ▲ GB5-2-SBS-2-12    ▲ GB5-2-SBS-2-3    - - - 2S2P1D GB5-2-SBS
- GB5-4-SBS-1-6    ● GB5-4-SBS-1-8    ..... 2S2P1D GB5-4-SBS
- × GB5-0-3550-1-4    × GB5-0-3550-1-9    - · - · 2S2P1D GB5-0-3550
- + GB5-2-3550-2-11    ◇ GB5-2-3550-2-13    - · - · 2S2P1D GB5-2-3550
- = GB5-4-3550-1-9    ▫ GB5-4-3550-1-7    - · - · 2S2P1D GB5-4-3550

Figure 6-1 : Données expérimentales et modélisation 2S2P1D du module complexe  $E^*$  de tous les enrobés testés. (a) Plan de Cole-Cole, (b) Espace de Black, (c) Courbe maitresse de la norme du module complexe  $|E^*|$  à 15°C, (d) Courbe maitresse de l'angle de phase du module complexe  $\varphi_{E^*}$  à 15°C et (e) Facteurs de translation  $a_T$  and équation WLF utilisée

Pour les enrobés avec bitume pur 35/50 (GB5-3550), la même observation peut être faite pour le module vitreux  $E_0$ , qui est 5% plus bas (resp. 19%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc que le module  $E_0$  de l'enrobé de référence sans caoutchouc (GB5-0-3550). En revanche, pour le module statique  $E_{00}$ , il est observé la tendance inverse,  $E_{00}$  étant 50% plus élevé (resp. 75%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc que  $E_{00}$  de l'enrobé sans caoutchouc (GB5-0-3550).

Ainsi, concernant le module complexe des enrobés testés, les données obtenues expérimentalement et par la modélisation ont montré que le comportement des enrobés contenant des granulats de caoutchouc est toujours viscoélastique linéaire et que l'ajout de caoutchouc dans les enrobés entraîne une diminution de leur rigidité, sur toute la gamme de températures et de fréquences testées (sauf à hautes températures/basses fréquences pour l'enrobé avec bitume pur). Il est également notable que, dans le cas de l'utilisation d'un bitume pur, l'ajout de caoutchouc induit une diminution de l'angle de phase alors qu'il n'y a aucune influence du caoutchouc sur l'angle de phase des enrobés contenant du bitume modifié aux polymères SBS.

Les données de module complexe normalisé modélisée par le modèle 2S2P1D sont tracées pour tous les enrobés dans la Figure 6-2. Les données de tous les enrobés sont pratiquement superposées sur toute la gamme de température et fréquence, indépendamment de la teneur en caoutchouc. Des résultats obtenus de recherches antérieures ont montré que les courbes normalisées du module complexe sont uniquement dépendante du liant (indépendamment du type de granulats minéraux et de la granulométrie utilisée) (Di Benedetto et al., 2004b). Les données de la Figure 6-2 permettent d'étendre ce résultat aux granulats de caoutchouc et donc d'affirmer que les granulats de caoutchouc n'influent pas sur le comportement du liant, et par extension qu'ils se comportent comme des granulats. Ce résultat est particulièrement intéressant compte tenu de l'objectif d'incorporation des particules de caoutchouc par voie sèche. De plus, pour les deux types de liant utilisé (bitume pur et Biprène43<sup>®</sup>), il est hautement probable que les courbes de module complexe normalisés soient identiques, ce qui pourrait expliquer pourquoi les enrobés ont des courbes de module complexe normalisé superposées. Pour des raisons logistiques, il n'a pas été possible de réaliser les essais de module complexe des bitumes utilisés au cours de cette thèse.

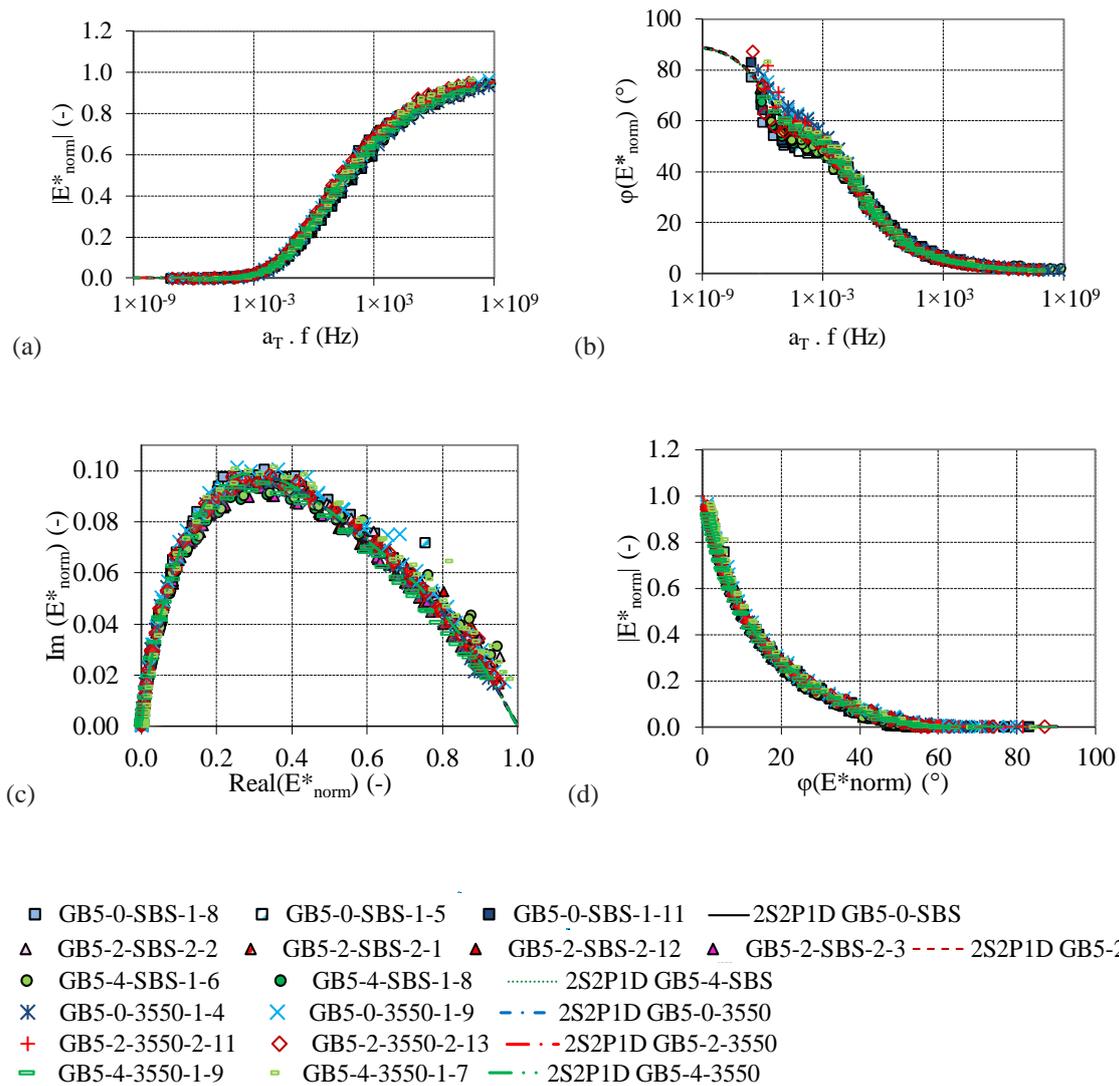


Figure 6-2 : Module complexe normalisé : Données expérimentales et modélisation 2S2P1D de tous les enrobés testés. (a) Courbe maîtresse de la norme du module complexe normalisé  $|E_{norm}^*|$  (à 15°C), (b) Courbe maîtresse de l'angle de phase du module complexe normalisé  $\varphi_{E_{norm}^*}$  (à 15°C), (c)  $E_{norm}^*$  dans le plan de Cole et (d)  $E_{norm}^*$  dans l'espace de Black

Dans la Figure 6-3, les données expérimentales normalisées et les courbes de modélisation 2S2P1D des coefficients de Poisson complexes sont tracés pour tous les enrobés. Les courbes maîtresses de la norme et de l'angle de phase du coefficient de Poisson complexe sont tracées pour tous les enrobés, utilisant les mêmes facteurs de translation que pour le module complexe. Le principe d'équivalence temps-température est validé pour tous les enrobés dans le cas tridimensionnel. Les données expérimentales sont plus dispersées que pour le module complexe, mais les courbes de tous les enrobés se superposent, indépendamment de la teneur en caoutchouc ou du type de bitume. La dispersion observée dans ces figures peut être par

ailleurs expliquée par la grande précision nécessaire pour mesurer les valeurs du coefficient de Poisson et traduit des erreurs de mesures de l'ordre de quelques microns (Perraton et al., 2016). Par conséquent, les mêmes conclusions que pour le module complexe normalisé peuvent être proposées : il n'y a pas d'influence de la teneur en caoutchouc sur l'évolution du coefficient de Poisson entre les deux limites asymptotiques élastiques. La modélisation des données expérimentales par le modèle 2S2P1D est satisfaisante pour tous les enrobés.

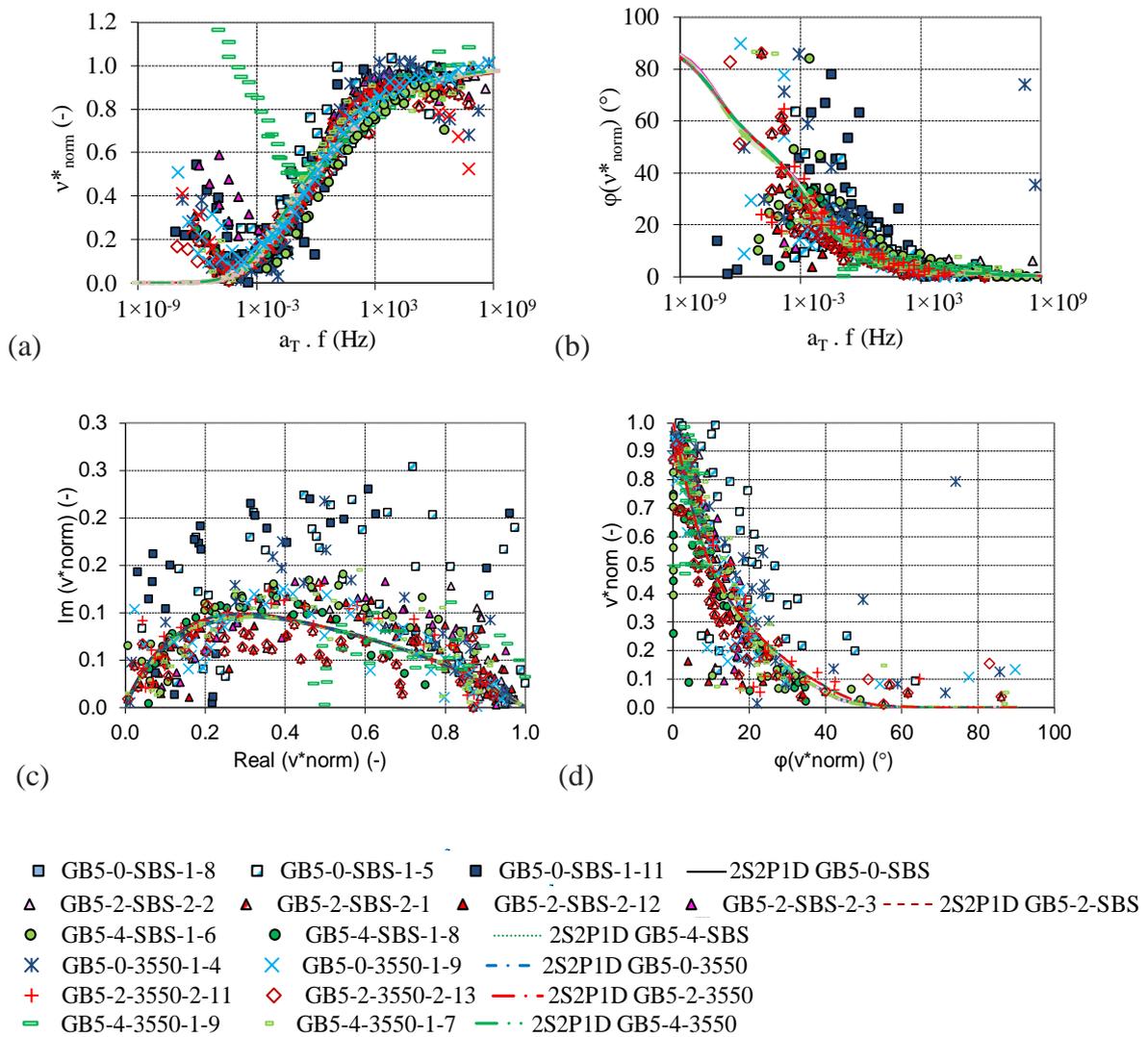


Figure 6-3 : Coefficient de Poisson normalisé : Données expérimentales et modélisation 2S2P1D de tous les enrobés testés. (a) Courbe maîtresse de la norme du coefficient de Poisson normalisé  $|v_{norm}^*|$  (à 15°C), (b) Courbe maîtresse de l'angle de phase du coefficient de Poisson normalisé  $\varphi_{v_{norm}^*}$  (à 15°C), (c)  $v_{norm}^*$  dans le plan de Cole-Cole et (d)  $v_{norm}^*$  dans l'espace de Black

### 6.1.3 Influence des teneurs en vides et de la teneur en caoutchouc sur les résultats de module complexe

Dans la suite, l'influence de la teneur en vides et l'influence de la teneur en caoutchouc ont été étudiées. L'influence de la teneur en vides sur le comportement viscoélastique linéaire des enrobés est connue et documentée. En effet, la rigidité du matériau a tendance à augmenter avec la diminution de la teneur en vides et inversement (Di Benedetto & de la Roche, 1998; Pedraza et al., 2022; D. Ramirez Cardona et al., 2021; Tran, 2020). L'objectif dans cette section est d'identifier et distinguer les effets des variations de teneurs en vides et de l'ajout de caoutchouc sur les variations de module observées précédemment.

La Figure 6-4 et la Figure 6-5 présentent les histogrammes des valeurs de modules asymptotiques vitreux  $E_0$  et de modules asymptotiques statiques  $E_{00}$  obtenus des modélisations 2D2P1D pour les enrobés de la thèse.

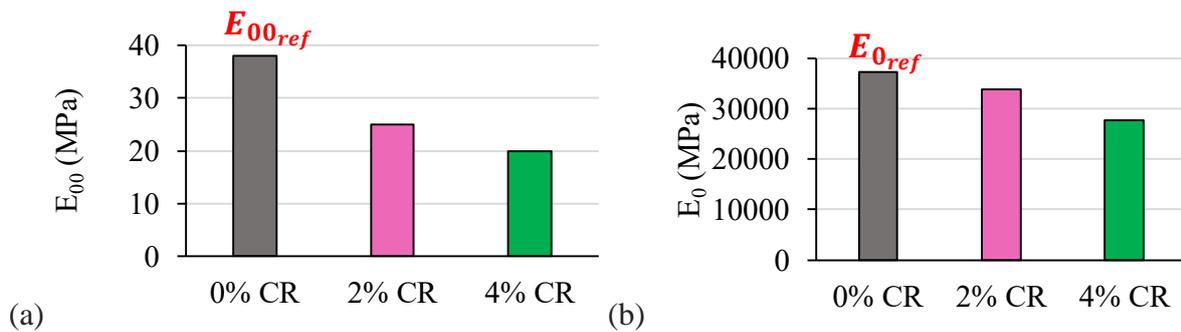


Figure 6-4 : Histogramme des valeurs de modules asymptotiques vitreux  $E_0$  et de modules asymptotiques statiques  $E_{00}$  obtenus des modélisations 2D2P1D des enrobés GB5-SBS avec bitume modifié aux polymères SBS

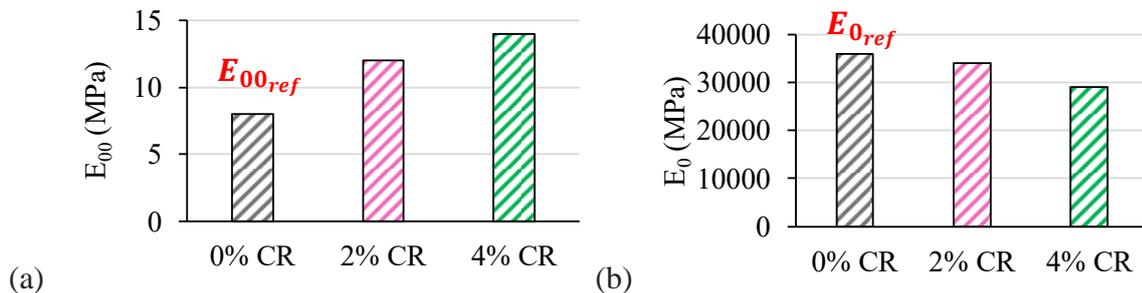


Figure 6-5 : Histogramme des valeurs de modules asymptotiques vitreux  $E_0$  et de modules asymptotiques statiques  $E_{00}$  obtenus des modélisations 2D2P1D des enrobés GB5-3550 avec bitume pur

La Figure 6-6 présente les valeurs de modules asymptotiques vitreux des enrobés de la thèse obtenus de la modélisation 2S2P1D, en fonction des teneurs en vides moyennes de chaque

matériaux. Les barres d'erreur sont obtenues des écarts-types calculés à partir de la moyenne des teneurs en vides des éprouvettes testées par matériau. Comme discuté précédemment, il est observé une diminution de la valeur de module vitreux avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc, quel que soit le type de liant utilisé (pur ou modifié aux polymères SBS).

Les tendances ont été approximées par des régressions linéaires. Dans le cas des matériaux contenant du bitume modifié GB5-SBS, le coefficient de corrélation est égal à 0,94, soit très proche de 1. La régression linéaire semble donc être adaptée pour modéliser l'évolution du module vitreux en fonction des teneurs en vides et de la teneur en caoutchouc.

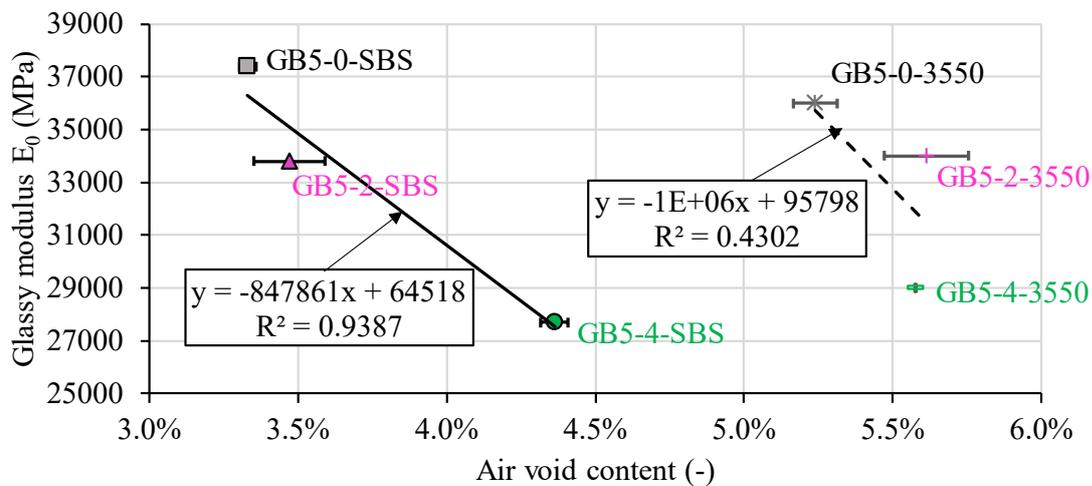


Figure 6-6 : Modules asymptotiques vitreux  $E_0$  des enrobés de la thèse obtenus de la modélisation 2S2P1D, en fonction des teneurs en vides moyennes. Les barres d'erreur représentent les écarts-types calculées par rapport aux moyennes des teneurs en vides

A la vue des tendances d'évolution des modules, l'hypothèse est faite que les différences relatives de modules observés entre les enrobés de référence sans caoutchouc et les enrobés contenant 2% et 4% de caoutchouc sont des combinaisons linéaires de deux variables indépendantes : la teneur en granulats de caoutchouc (appelée %CR) et la teneur en vides (appelée %Vides), comme présenté dans l'équation 6-1 et l'équation 1-2 :

$$\frac{\Delta E_0}{E_{0_{ref}}} = x \%CR + y \Delta \%Vides \quad 6-1$$

$$\frac{\Delta E_{00}}{E_{00_{ref}}} = x \%CR + y \Delta \%Vides \quad 6-2$$

avec :

- $x$  donnant l'influence de la teneur en granulats de caoutchouc,
- $y$  donnant l'influence de la teneur en vides,
- $\Delta\%Vides$  la différence entre la teneur en vides moyenne des enrobés de référence (GB5-0-SBS ou GB5-0-3550) et la teneur en vides moyenne des enrobés contenant du caoutchouc (2% ou 4%),
- $E_{0_{ref}}$  (resp.  $E_{00_{ref}}$ ) le module vitreux (resp. le module statique) des enrobés de référence (GB5-0-SBS ou GB5-0-3550),
- $\Delta E_0$  (resp.  $\Delta E_{00}$ ) la différence entre le module vitreux (resp. le module statique) des enrobés de référence (GB5-0-SBS ou GB5-0-3550) et la moyenne de la norme du module complexe des enrobés contenant du caoutchouc (2% ou 4%).

Concernant les enrobés contenant du Biprène43<sup>®</sup>, dans le cas du module statique asymptotique  $E_{00}$ , il a été déterminé pour  $x$  une valeur de -19% par pourcentage en caoutchouc ajouté et pour  $y$  une valeur de 28% par pourcentage en vides en plus (par rapport à l'enrobé de référence GB5-0-SBS). Le rapport  $x/y$  donne une valeur de -0,68. La valeur positive obtenue pour  $y$  dans ce cas semble invraisemblable compte tenu de la connaissance des effets de l'augmentation de la teneur en vides sur les valeurs de modules des enrobés.

Dans le cas du module vitreux asymptotique  $E_0$ , il a été déterminé pour  $x$  une valeur de -4% par pourcentage en caoutchouc ajouté et pour  $y$  une valeur de -9% par pourcentage en vides en plus (par rapport à l'enrobé de référence GB5-0-SBS). Le rapport  $x/y$  donne une valeur de 0,47. Ce résultat intéressant signifie qu'ajouter 1% de granulats de caoutchouc pourrait finalement être équivalent à ajouter environ 0,5% de vides dans l'enrobé contenant du bitume Biprène43<sup>®</sup>.

Concernant les enrobés contenant du bitume pure 35/50, dans le cas du module statique asymptotique  $E_{00}$ , il a été déterminé pour  $x$  une valeur de 14% par pourcentage en caoutchouc ajouté et pour  $y$  une valeur de 62% par pourcentage en vides en plus (par rapport à l'enrobé de référence GB5-0-SBS). Le rapport  $x/y$  donne une valeur de -0,22. Dans le cas du module vitreux asymptotique  $E_0$ , il a été déterminé pour  $x$  une valeur de -7% par pourcentage en caoutchouc ajouté et pour  $y$  une valeur de 21% par pourcentage en vides en plus (par rapport à l'enrobé de référence GB5-0-SBS). Le rapport  $x/y$  donne une valeur de -0,32. Encore une fois, les valeurs positives obtenues pour  $y$  posent problème ici.

Compte tenu des résultats obtenus, il est possible que l'hypothèse de non-dépendance de la teneur en granulats de caoutchouc et la teneur en vides ne soient pas adaptée.

Le même raisonnement a tout de même été appliqué aux valeurs de norme du module complexe obtenues du modèle 2S2P1D, sur toute la gamme de fréquences et pour les températures -25 °C, -5 °C, 15 °C, 35 °C et 55 °C. La Figure 6-7 et la Figure 6-8 présentent l'évolution de l'influence de l'ajout de caoutchouc (c'est-à-dire  $x$ ) sur les valeurs de modules données par le modèle 2S2P1D en fonction de la fréquence et de la température pour les enrobés avec bitume pur 35/50 (GB5-3550) et bitume modifié aux polymères (GB5-SBS).

Le type de bitume influence grandement les résultats :

Pour les enrobés GB5-SBS, quelle que soit la température et la fréquence, l'ajout de caoutchouc entraîne une diminution du module ( $x$  toujours négatif). Lorsque la fréquence augmente ou la température diminue, l'influence de la teneur en caoutchouc diminue jusqu'à atteindre la valeur asymptotique obtenue pour  $E_0$  (soit -4%). Inversement, lorsque la fréquence diminue ou la température augmente, l'influence de la teneur en caoutchouc augmente jusqu'à atteindre la valeur asymptotique obtenue pour  $E_{00}$  (soit -19%).

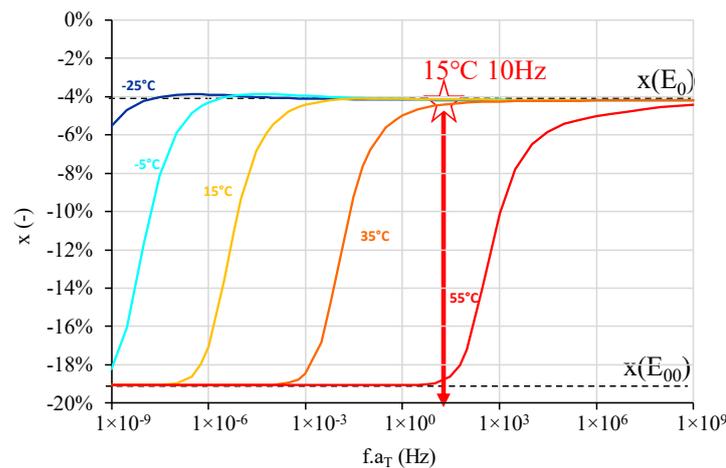


Figure 6-7 : Evolution de l'influence de l'ajout de caoutchouc ( $x$ ) sur les valeurs de modules donnés par le modèle 2S2P1D en fonction de la fréquence et de la température pour les enrobés avec Biprène43® (GB5-SBS)

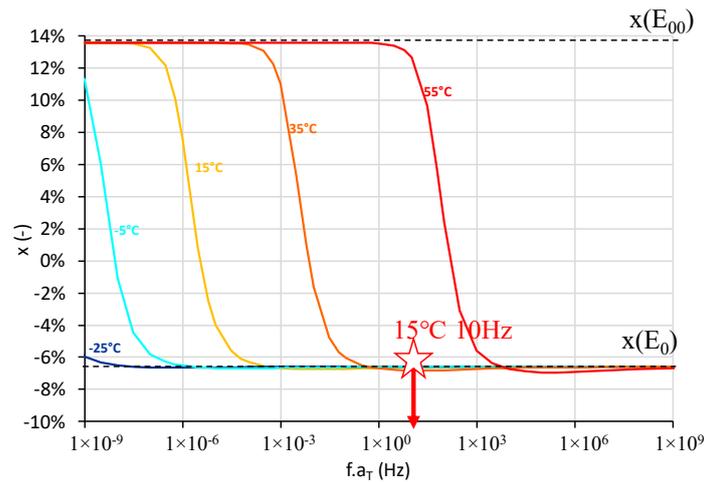


Figure 6-8 : Evolution de l'influence de l'ajout de caoutchouc ( $x$ ) sur les valeurs de modules donnés par le modèle 2S2P1D en fonction de la fréquence et de la température pour les enrobés avec bitume pur 35/50 (GB5-3550)

Concernant les enrobés GB5-3550, pour les températures supérieures ou égales à  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , lorsque la fréquence diminue, l'influence de la teneur en caoutchouc diminue au fur et à mesure que  $x$  augmente jusqu'à s'annuler puis augmente à nouveau lorsque  $x$  devient positif jusqu'à atteindre la valeur asymptotique obtenue pour  $E_0$ . Pour les températures très basses (inférieures à  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), l'ajout de caoutchouc a pour influence une diminution du module sur la quasi-totalité de la plage de fréquence. Lorsque la température augmente, l'influence de la teneur en caoutchouc tend vers une augmentation du module pour des fréquences de plus en plus élevées au fur et à mesure que la température augmente.

Il est toujours intéressant de discuter autour des valeurs de modules à  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $10\text{ Hz}$ , ces paramètres étant ceux retenus dans les normes spécifiant les exigences relatives aux performances des enrobés. Or, comme énoncé précédemment, il existe des variations de températures de l'ordre de  $\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Afin de comparer les résultats à la même température, une estimation du module expérimental à  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $10\text{ Hz}$  a été réalisée. Les valeurs à  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $10\text{ Hz}$  et à la température de l'essai, directement issues du modèle 2S2P1D ont tout d'abord été déterminées. Le rapport entre ces deux valeurs a par la suite été calculé et a été utilisé pour estimer à la température de  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  le module expérimental.

Les valeurs de normes du module complexe estimées à  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $10\text{ Hz}$  des différentes éprouvettes de GB5-SBS ont été tracées en fonction des teneurs en vides et de la teneur en caoutchouc dans la Figure 6-9. Les points estimés ont été approximés par un plan d'équation

$z = ax + by + c$  pour chaque éprouvette ( $x$  représentant la valeur de teneur en granulats de caoutchouc et  $y$  représentant la valeur de teneur en vides pour chaque éprouvette). Les valeurs associés aux coordonnées ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ) ont été trouvés en minimisant, à l'aide de l'outil solver d'Excel®, la somme des distances entre les points expérimentaux et le plan au carré  $(z - z_i)^2$ . Les valeurs obtenues sont les suivantes :  $a = -9,5 \times 10^4 \text{ MPa}$ ,  $b = -1,1 \times 10^5 \text{ MPa}$  et  $c = 1,9 \times 10^4 \text{ MPa}$ .

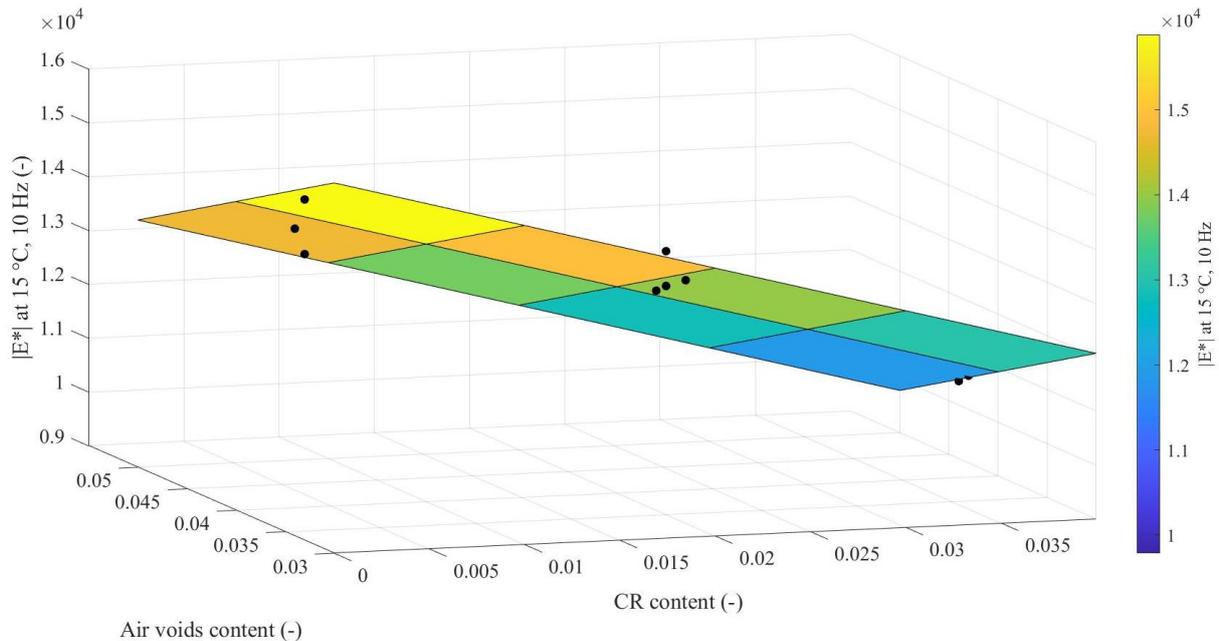


Figure 6-9 : Norme du module complexe à 15 °C et 10 Hz tracées en fonction de la teneur en caoutchouc et des teneurs en vides des éprouvettes. Régression linéaire des données par un plan d'équation  $z = ax + by + c$  avec  $a = -9,5 \times 10^4 \text{ MPa}$ ,  $b = -1,1 \times 10^5 \text{ MPa}$  et  $c = 1,9 \times 10^4 \text{ MPa}$

Le plan permet de représenter de manière satisfaisante les résultats obtenus pour les enrobés GB5-SBS, avec un coefficient de corrélation  $R^2$  égal à 0,897. Cela signifie qu'il existe une relation de linéarité entre la valeur du module à 15 °C et 10 Hz, la teneur en vides et la teneur en caoutchouc.

Ces résultats sont intéressants et prometteurs mais le manque de données ne permet pas réaliser une étude statistique complète sur les effets combinés de la teneur en vides et de la teneur en caoutchouc des enrobés. Pour cela, il aurait été nécessaire de sélectionner, pour chaque matériau, des éprouvettes présentant des teneurs en vides croissantes.

## **6.2 Essais sur le caoutchouc BR**

Afin de comprendre les effets de l'ajout de caoutchouc sur le comportement viscoélastique des enrobés, des essais de module complexe et de Poisson complexe ont été réalisés sur des éprouvettes en caoutchouc BR.

### **6.2.1 Domaine de linéarité du caoutchouc BR**

L'amplitude de déformation au cours des essais de module complexe a une importance capitale. Lorsque l'amplitude de déformation est trop importante, les limites de linéarité peuvent être atteintes, ce qui va engendrer une dépendance du module complexe à l'amplitude de déformation imposée, avec une diminution du module et une augmentation de l'angle de phase avec l'augmentation de l'amplitude de déformation. Ces limites de linéarité sont définies comme l'amplitude de la déformation correspondant à une diminution de 5% du module complexe et varient d'environ 100  $\mu\text{m}/\text{m}$  pour les enrobés bitumineux (Airey & Rahimzadeh, 2004; Mangiafico et al., 2018; Nguyen et al., 2019).

Pour rester dans le domaine viscoélastique linéaire, il est nécessaire de choisir soigneusement l'amplitude de déformation à imposer, afin d'éviter les effets de non-linéarité qui peuvent apparaître.

Pour les essais réalisés sur les enrobés bitumineux, des études précédemment réalisés ont montré qu'une amplitude de déformation de 50  $\mu\text{m}/\text{m}$  convient parfaitement pour rester dans le domaine de linéarité (Delaporte et al., 2009; Di Benedetto et al., 2004a, 2007; Mahmoudi et al., 2020; Mangiafico, 2014; Mangiafico et al., 2017, 2018; Nguyen et al., 2013, 2019; Olard & Di Benedetto, 2003; Perraton et al., 2016; Pouget et al., 2012; D. A. Ramirez Cardona et al., 2015). Concernant le caoutchouc BR, cette amplitude semble suffisamment basse pour correspondre au domaine de linéarité des éprouvettes mais il est nécessaire de le vérifier en déterminant le domaine de linéarité de ce matériau.

Cependant, le caoutchouc BR est un matériau bien plus déformable que l'enrobé bitumineux. Cela signifie que pour atteindre la déformation souhaitée, la force appliquée sur une éprouvette en caoutchouc BR sera nettement réduite par rapport à celle appliquée à une éprouvette d'enrobé bitumineux. Ainsi, avec une amplitude de 50  $\mu\text{m}/\text{m}$ , la limite de sensibilité du capteur de force de 25 kN utilisé est atteinte. Il a donc été nécessaire de réaliser une étude du domaine de linéarité du caoutchouc BR, afin de déterminer une amplitude de déformation à imposer au cours des essais de module complexe qui soit à la fois suffisamment élevée pour permettre au

capteur de force de mesurer la force appliquée tout en restant dans le domaine de linéarité du caoutchouc.

Pour cela, des chargements sinusoïdaux cycliques ont été réalisés à différentes températures (-10 °C, 20 °C et 40 °C), différentes fréquences (0,01 Hz, 1 Hz et 10 Hz) et pour différentes amplitudes de déformation. Le Tableau 6-3 présente les différentes conditions des essais réalisés :

Tableau 6-3 : Conditions en température, fréquence et amplitude de déformation des essais de linéarité réalisés

<b>Amplitudes de déformations</b> ( $\mu\text{m/m}$ )	<b>Températures testées</b> ( $^{\circ}\text{C}$ )	<b>Fréquences testées</b> (Hz)
5555	-10 ; 20 ; 40	0,01 ; 1 ; 10
111	-10 ; 20 ; 40	0,01 ; 1 ; 10
555	40	0,01 ; 1 ; 10
278	40	0,01 ; 1 ; 10

Le critère de linéarité choisi est la diminution du module d'un maximum de 5% par rapport au module viscoélastique parfait (i.e le module correspondant à une amplitude de déformation virtuellement nulle, estimé par régression linéaire), soit

$$\frac{|E^*(\varepsilon_{01})|}{|E^*(\varepsilon_{01} = 0)|} > 0,95 \quad 6-1$$

Avec  $|E^*(\varepsilon_{01})|$  la norme du module obtenue à l'amplitude de déformation  $\varepsilon$  et  $|E^*(\varepsilon_{01} = 0)|$  la norme du module estimée pour une amplitude de déformation nulle.

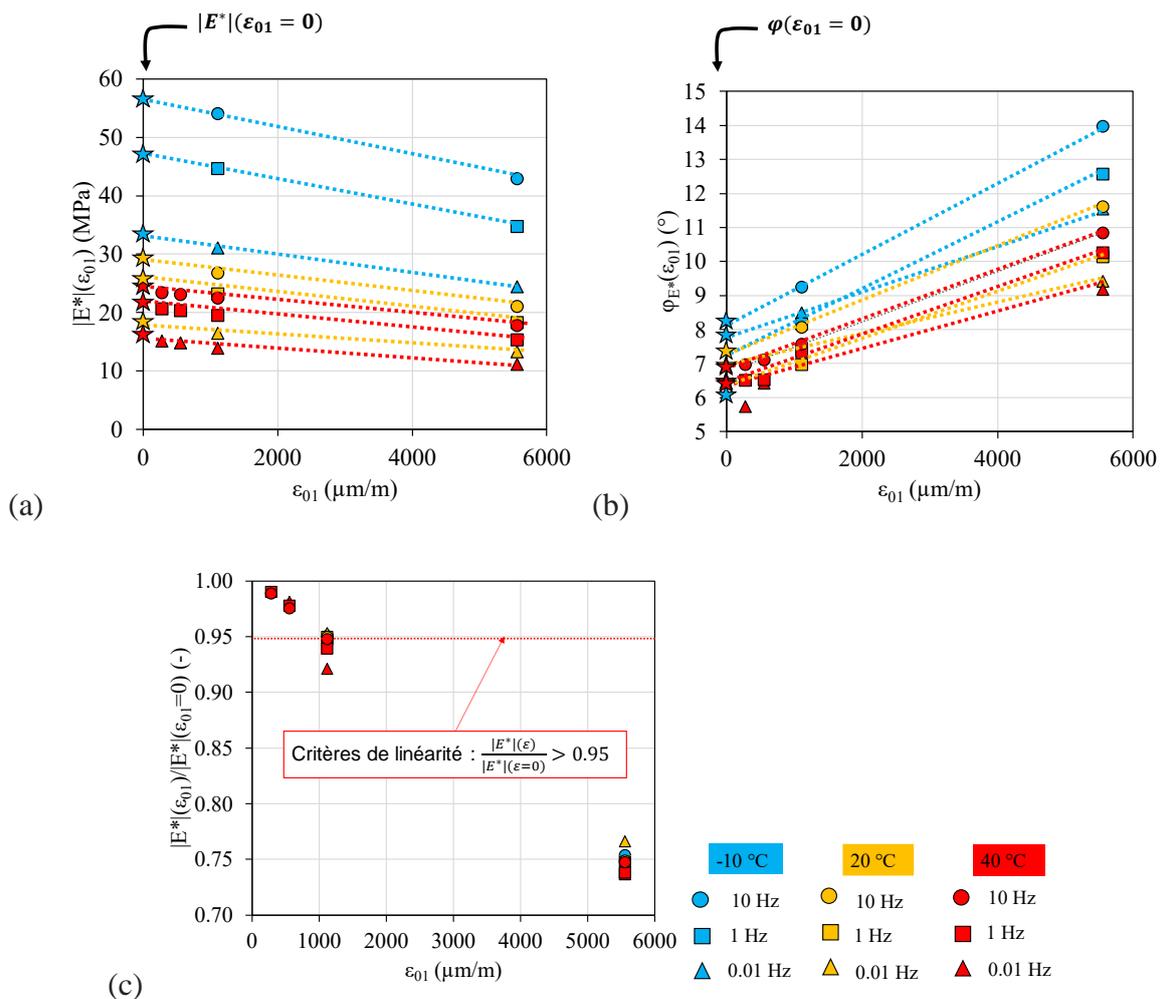


Figure 6-10 : Résultats des essais de linéarité réalisés sur une éprouvette en caoutchouc BR à trois températures (-10 °C, 20 °C et 40 °C) et trois fréquences (0.01 Hz, 1 Hz et 10 Hz) (a) Norme du module complexe en fonction de l'amplitude de déformation, (b) Angle de phase du module complexe en fonction de l'amplitude de déformation et (c) Normalisation de la norme du module complexe par rapport à la valeur hypothétique obtenue pour  $\epsilon_{01} = 0$  en fonction de l'amplitude de déformation

La Figure 6-10 présente les résultats des essais de linéarité réalisés, avec en (a) et (b) les normes et angles de phase du module complexe obtenues en fonction des amplitudes de déformation testées et en (c) la normalisation effectuée de la norme du module complexe par rapport à la valeur hypothétique obtenue pour une amplitude de déformation nulle (représentée par des étoiles sur la Figure 6-10).

Les résultats montrent que pour des amplitudes de déformation inférieures ou égales à 555  $\mu\text{m/m}$ , la diminution du module est inférieure à 5%. Ainsi, en restant en dessous de 555  $\mu\text{m/m}$  d'amplitude de déformation durant les essais de module complexe, il est possible de considérer le comportement viscoélastique du caoutchouc BR comme linéaire.

Il est également intéressant de constater qu'avec ces niveaux de déformation, la différence entre l'angle de phase estimé pour une déformation nulle et les angles de phase mesurés expérimentalement est inférieure à 1 °.

Finalement, l'amplitude de déformation choisie a donc été de 278 µm/m afin de mener les essais de module complexe.

### 6.2.2 Résultats, analyse des essais de module complexe et modélisation par une version simplifiée de 2S2P1D

La Figure 6-12 présente les résultats des essais de module complexe réalisés sur les éprouvettes de caoutchouc BR. Toutes les données expérimentales ont été modélisées avec une version simplifiée du modèle 2S2P1D, en utilisant les paramètres indiqués dans le Tableau 6-4.

Tableau 6-4 : Constantes du modèle 2S2P1D et paramètres WLF à la température de référence de 15 °C

Constantes 2S2P1D + paramètres WLF ( $T_{ref} = 15^{\circ}C$ )											
	% CR	$E_{00}$ (MPa)	$E_0$ (MPa)	k (-)	h (-)	$\delta$ (-)	$\tau_E$ (-)	$\beta$ (-)	$\tau_v$ (-)	$C_1$ (-)	$C_2$ (°C)
Caoutchouc BR	100	3,0	$1,0 \times 10^3$	0,0	0,081	0,0	$1,0 \times 10^{20}$	Infini ( $1,0 \times 10^{101}$ )	-	28,0	245,8

Les résultats expérimentaux du caoutchouc BR sont modélisés par une version simplifiée modèle 2S2P1D, dans lequel l'amortisseur et un des éléments paraboliques ont été neutralisés en imposant une valeur nulle pour les constante k et  $\delta$  et en imposant une valeur très élevée pour la constante  $\beta$ . Le modèle est finalement composé de deux ressorts et d'un élément parabolique (Figure 6-11) et permet de représenter de manière satisfaisante le comportement viscoélastique linéaire du caoutchouc BR.

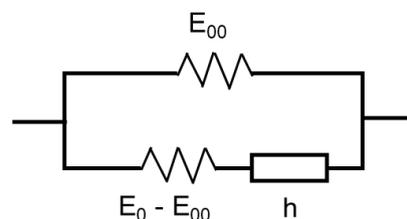


Figure 6-11 : Version simplifiée du modèle 2S2P1D utilisé pour simuler le comportement viscoélastique linéaire du caoutchouc BR.

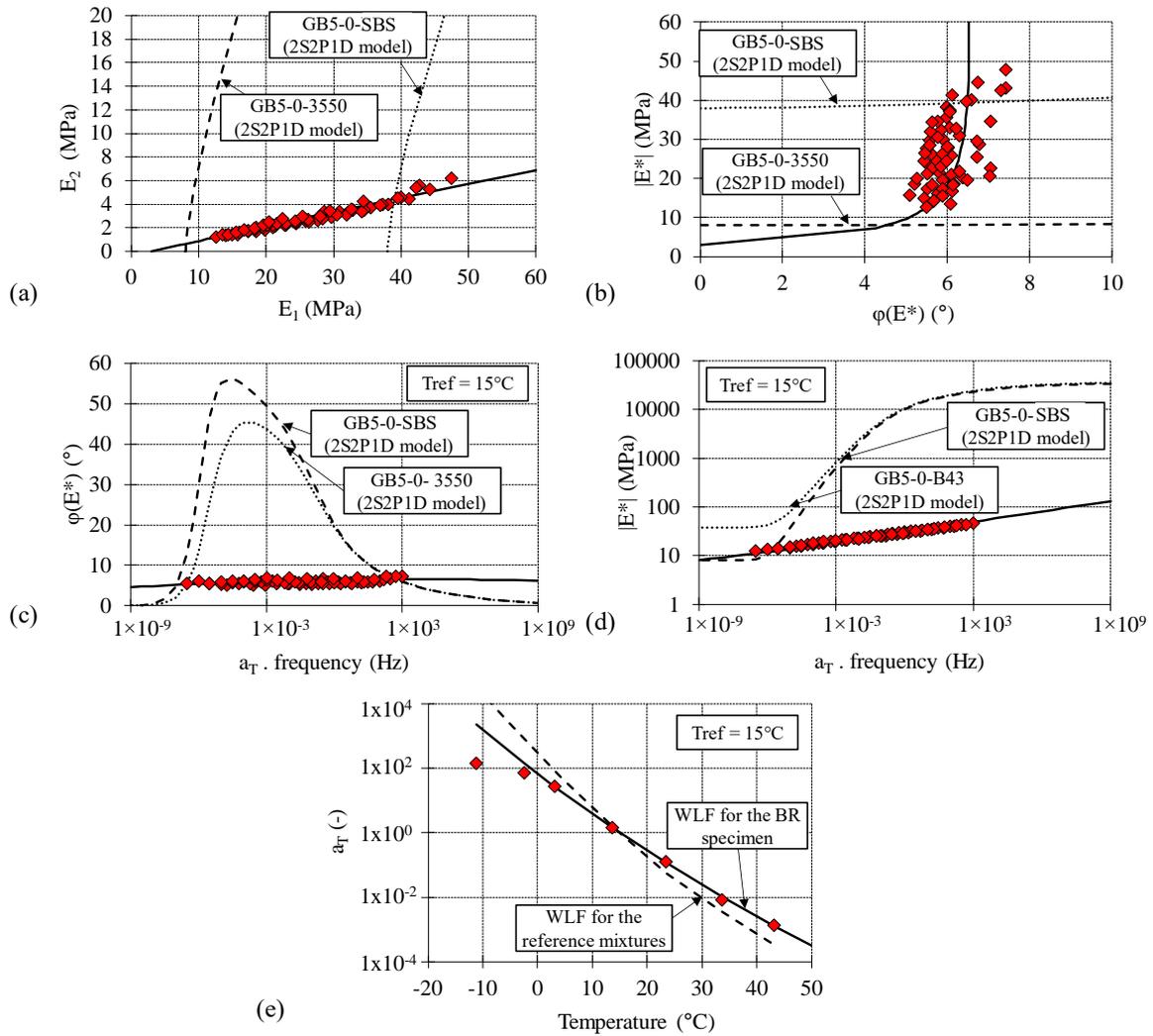


Figure 6-12 : Essais de module complexe et modélisation 2S2P1D réalisés sur le caoutchouc BR. (a)  $E^*$  dans le plan de Cole-Cole, (b)  $E^*$  dans l'espace de Black, (c) Courbe maîtresse de l'angle de phase du module complexe  $\varphi_{E^*}$  (à  $15^\circ\text{C}$ ), (d) Courbe maîtresse de la norme du module complexe  $|E^*|$  (à  $15^\circ\text{C}$ ) et (e) Facteur de translation  $a_T$  and courbe WLF

Des courbes uniques sont obtenues dans le plan de Cole-Cole et l'espace de Black. Il s'agit d'un résultat important qui montre que sur la gamme de températures/fréquences testée et pour l'amplitude de déformation appliquée, le caoutchouc BR a un comportement viscoélastique linéaire et peut être considéré comme thermorhéologiquement simple (Schwarzl & Staverman, 1952). Le principe d'équivalence temps-température étant validé, les courbes maîtresses de la norme et de l'angle de phase du module complexe ont été tracées dans la Figure 6-12 (c) et (d) à une température de référence de  $15^\circ\text{C}$ . Les facteurs de translation utilisés sont tracés dans la Figure 6-12 (e). A titre de comparaison, la courbe WLF obtenue pour les différents enrobés testés au cours de cette thèse (Figure 6-1 (e)) est également tracée. La norme du module complexe montre des valeurs d'environ quelques dizaines de MPa, ce qui extrêmement faible

par rapport aux valeurs obtenues pour les enrobés à même combinaison de température et de fréquence. L'angle de phase semble être plutôt constant, égal à 6°.

### 6.3 Energie dissipée par les enrobés

En raison de leur comportement viscoélastique linéaire, les enrobés bitumineux dissipent de l'énergie lorsqu'ils sont soumis à des cycles de chargement.

Dans cette section, l'énergie dissipée par cycle de chargement sinusoïdal a été déterminée au cours des essais de module complexe, pour chaque enrobé avec et sans granulats de caoutchouc. Les propriétés viscoélastiques obtenues ont également permis de déterminer l'énergie dissipée dans une structure simplifiée de chaussée via un calcul par éléments finis réalisé dans le domaine fréquentiel sur le logiciel Comsol®.

#### 6.3.1 Calcul de l'énergie dissipée à partir des valeurs expérimentales et modélisations obtenues des essais de module complexe

Lorsque les enrobés subissent des cycles de chargements sinusoïdaux (Figure 6-13), l'énergie dissipée par cycle s'écrit comme dans l'équation 6-3 :

$$W_{cycle} = \int_{cycle} \sigma d\varepsilon = \sin(\varphi_{E^*}) \pi \varepsilon_0 \sigma_0 \quad 6-3$$

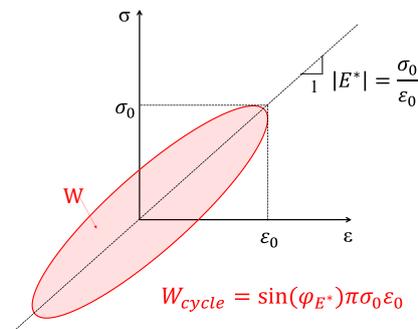


Figure 6-13 : Energie dissipée au cours d'un cycle de chargement sinusoïdale sur un matériaux viscoélastique linéaire

A partir des données des essais de module complexe présentés précédemment, l'énergie dissipée au cours des essais a été déterminée expérimentalement pour les différents enrobés de la thèse à une amplitude de déformation constante égale à 50 μm/m. Le modèle 2S2P1D a permis de simuler l'énergie que dissiperaient les différents matériaux pour un chargement avec

une amplitude de contrainte constante égale à 0,025 MPa et pour un chargement avec une amplitude de déformation constante égale à 50  $\mu\text{m/m}$ .

Les Figure 6-14 à Figure 6-17 présentent les résultats obtenus. La Figure 6-14 et la Figure 6-16 présentent les courbes maitresses à 15 °C de l'énergie dissipée en fonction de la fréquence, obtenues des essais de module complexe réalisés sur les enrobés GB5-3550 et GB5-SBS à amplitude de déformation constante (50  $\mu\text{m/m}$ ), ainsi que les simulations 2S2P1D de l'énergie dissipée pour des chargements avec amplitude de contrainte constante (0,025 MPa) et amplitude de déformation constante (50  $\mu\text{m/m}$ ). La Figure 6-17 et la Figure 6-15 montrent les différences d'énergie dissipée entre les enrobés avec granulats de caoutchouc et les enrobés de référence en fonction de la fréquence.

En considérant les enrobés GB5-SBS avec bitume modifié aux polymères SBS, à amplitudes de déformation constante de 50  $\mu\text{m/m}$ , les enrobés contenant des granulats de caoutchouc semblent dissiper moins d'énergie par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc GB5-0-SBS, sur toute la gamme de fréquences étudiées. En effet, il est visible dans la Figure 6-16 une différence d'environ 3  $\text{J/m}^3$  (resp. 7  $\text{J/m}^3$ ) entre la valeur maximale de l'enrobé de référence et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc. Cela correspond à une diminution de 10% (resp. 26%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport à la valeur maximale initiale d'énergie dissipée trouvée pour l'enrobé de référence sans caoutchouc.

Cependant, en observant les valeurs asymptotiques du module complexe (Tableau 1-2), il est visible que la valeur du module vitreux  $E_0$  de l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats diminue de 10% (resp. 26%) par rapport à la valeur  $E_0$  de l'enrobé de référence sans caoutchouc. Ainsi, cette diminution de l'énergie dissipée peut être due à la diminution de la norme du module complexe des enrobés contenant des granulats de caoutchouc.

A l'inverse, pour une amplitude de contrainte imposée, les résultats montrent une augmentation de l'énergie dissipée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc. En effet, dans la Figure 6-16, une différence d'environ 10  $\text{J/m}^3$  (resp. 17  $\text{J/m}^3$ ) peut être observée entre les valeurs maximales de l'enrobé de référence sans caoutchouc et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc. Cela correspond à une augmentation de 59% (resp. 99%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport à la valeur de l'énergie dissipée de l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc.

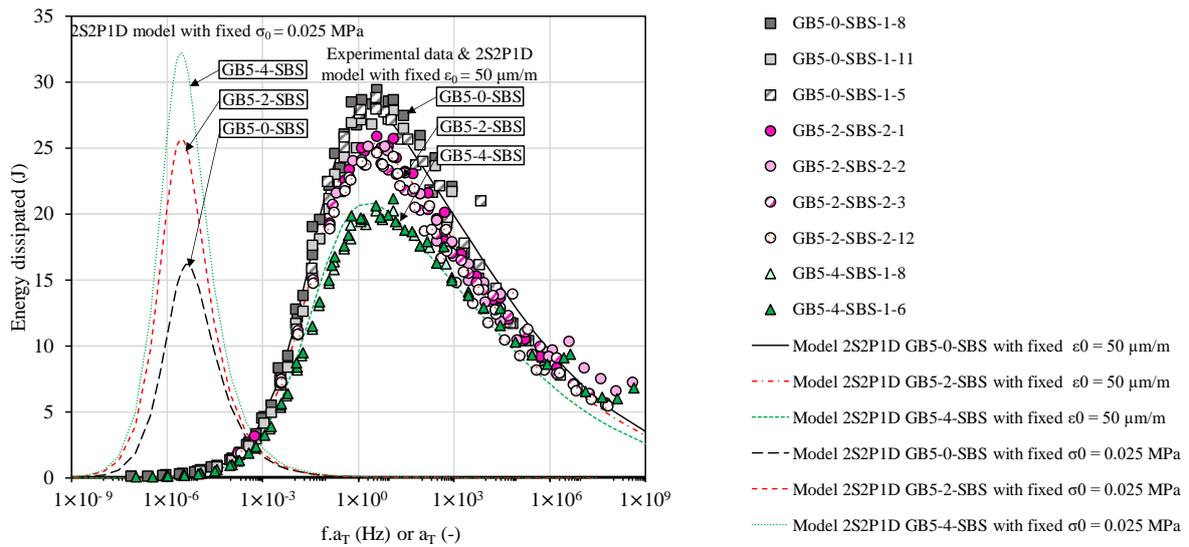


Figure 6-14 : Courbes maitresses de l'énergie dissipée obtenues des essais de module complexe réalisés sur les enrobés GB5-SBS à amplitude de déformation constante (50  $\mu\text{m/m}$ ) et amplitude de contrainte constante (0.025 MPa)

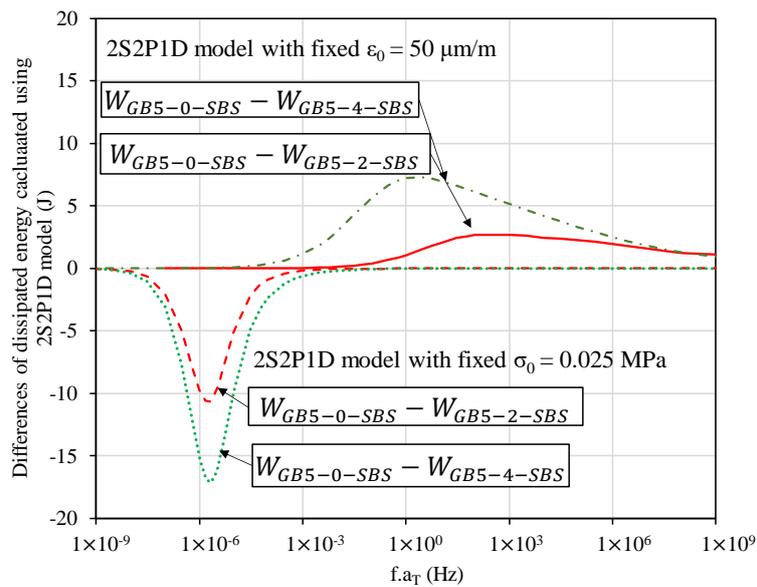


Figure 6-15 : Différences d'énergie dissipée obtenues à partir du modèle 2S2P1D entre l'enrobé de référence GB5-0-SBS et les enrobés GB5-SBS contenant 2% et 4% de caoutchouc, à amplitude de déformation constante (50  $\mu\text{m/m}$ ) et amplitude de contrainte constante (0.025 MPa)

Concernant les enrobés avec du bitume pur GB5-3550 (Figure 6-16 et Figure 6-17), pour une amplitude de déformation imposée et pour une amplitude de contrainte imposée, les enrobés contenant des granulats de caoutchouc semblent dissiper moins d'énergie par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc sur toute la gamme de fréquences étudiées (Figure 6-16). En effet,

pour une amplitude de déformation imposée, la Figure 6-16 montre une différence d'environ 1.4 J (resp. 5.4 J) entre les valeurs maximales de l'enrobé sans granulats de caoutchouc et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc. Cela correspond à une diminution de l'énergie dissipée de 5% (resp. 19%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport à la valeur de l'énergie dissipée de l'enrobé de référence sans caoutchouc. Encore une fois, cette différence dans l'énergie dissipée peut être expliquée par la diminution de la rigidité des granulats de caoutchouc ajouté (Tableau 1-2) car la même observation que pour les enrobés GB5-SBS peut être faite pour le module vitreux  $E_0$ , qui diminue de 5% (resp. 19%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport au  $E_0$  de l'enrobé de référence sans caoutchouc.

Pour une amplitude de contrainte imposée, une différence d'environ 40 J (resp. 56 J) est trouvée entre les valeurs maximales de l'enrobé de référence sans caoutchouc et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc. Cela correspond à une diminution de l'énergie dissipée de 36% (resp. 47%) pour l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc par rapport à la valeur de l'énergie dissipée de l'enrobé de référence sans caoutchouc.

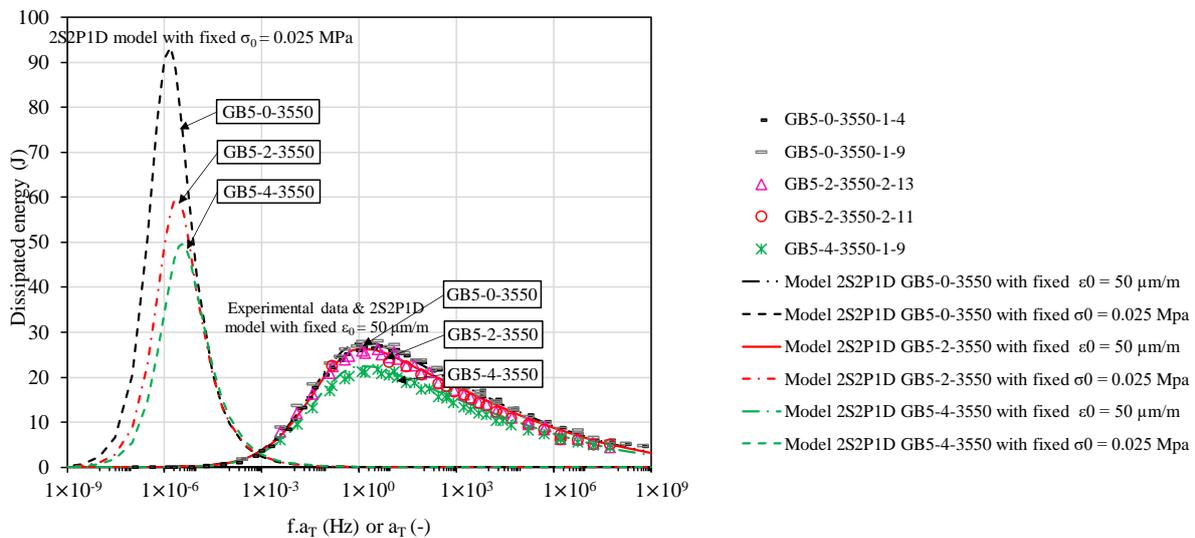


Figure 6-16 : Courbes maitresses de l'énergie dissipée obtenues des essais de module complexe réalisés sur les enrobés GB5-3550 à amplitude de déformation constante (50  $\mu\text{m/m}$ ) et amplitude de contrainte constante (0.025 MPa)

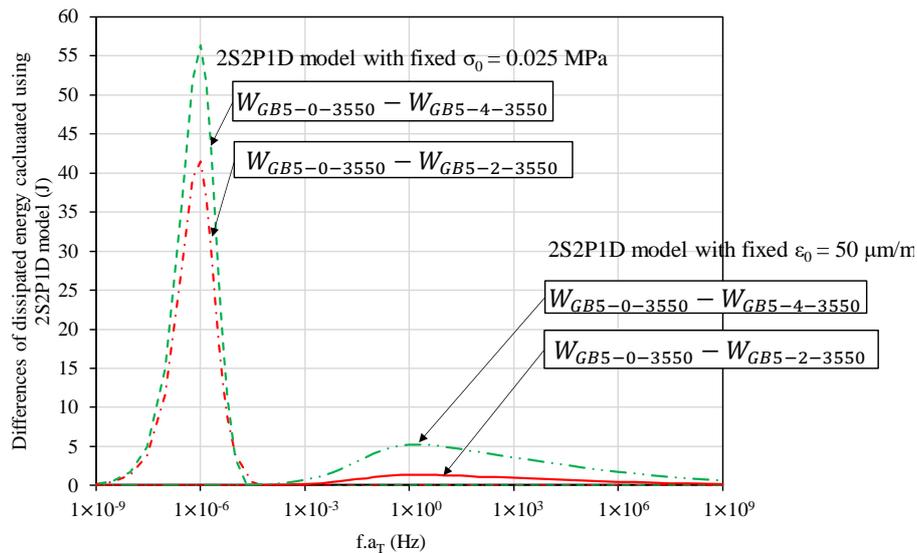


Figure 6-17 : Différences d'énergie dissipée obtenues à partir du modèle 2S2P1D entre l'enrobé de référence GB5-0-3550 et les enrobés GB5-3550 contenant 2% et 4% de caoutchouc, à amplitude de déformation constante (50  $\mu\text{m/m}$ ) et amplitude de contrainte constante (0.025 MPa)

Les résultats présentés précédemment permettent d'estimer l'énergie dissipée durant les essais de module complexe et d'étudier l'influence de l'ajout de caoutchouc sur la dissipation d'énergie durant les essais. Cependant, du fait de la géométrie des éprouvettes, il n'est pas possible de se prononcer sur l'influence de l'ajout de caoutchouc sur la dissipation d'énergie à l'échelle d'une chaussée. Pour cela, la section suivante présente les modélisations réalisées permettant l'estimation de l'énergie dissipée sur une structure de chaussée simplifiée.

### 6.3.2 Modélisation numérique de l'énergie dissipée (logiciel éléments finis Comsol®)

Afin d'estimer la dissipation d'énergie dans une chaussée soumise à un chargement cyclique, des simulations numériques aux éléments finis ont été réalisées. Comme présenté dans la Figure 6-18, la structure de chaussée considérée comporte seulement deux couches et une géométrie axisymétrique a été utilisée afin de réduire les temps de calculs.

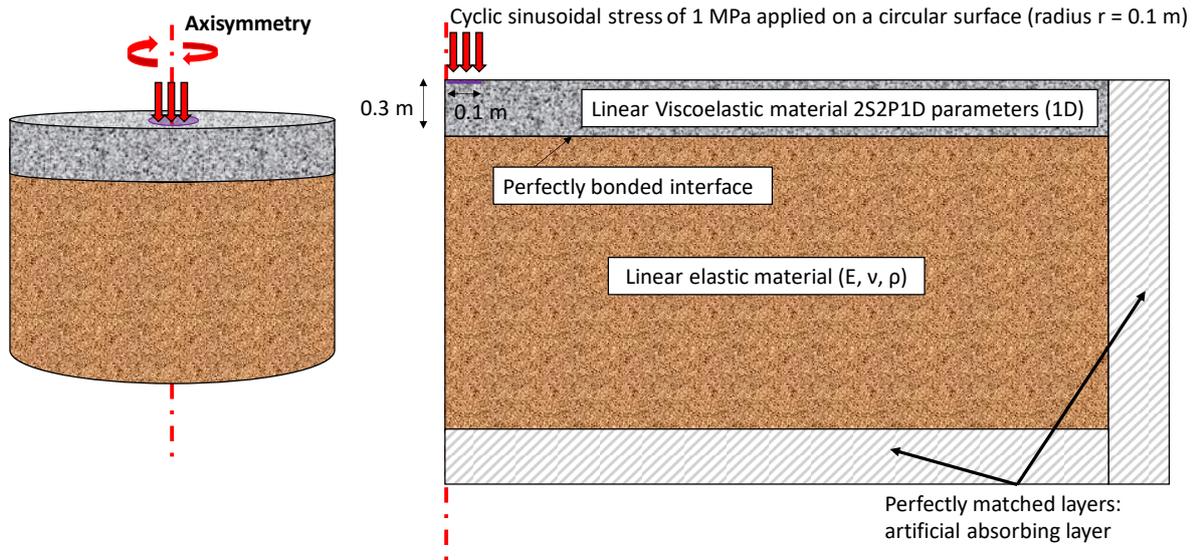


Figure 6-18 : Structure de chaussées simplifiée en ne considérant que deux couches : un couche d'enrobé viscoélastique linéaire et une couche de sol élastique infini

Une première couche de 0,3 m d'épaisseur représente les couches de surfaces et les couches d'assises en matériaux bitumineux de la chaussée. Son comportement est supposé viscoélastique linéaire et ses propriétés thermomécaniques (module complexe) sont obtenues à partir du modèle 2S2P1D ajustées sur les données expérimentales du module complexe obtenues des six enrobés testés précédemment présentées.

La deuxième couche représente le sol. Elle est considérée comme ayant un comportement élastique linéaire, avec un module d'Young de 200 MPa.

Pour la simulation numérique, le coefficient de Poisson a été considéré constant pour les deux couches, égal à 0,35. La même densité de 250 kg/m<sup>3</sup> a été utilisée pour les deux couches.

Un chargement sinusoïdal a été imposé comme une contrainte uniforme cyclique avec une amplitude de 1 MPa sur une zone circulaire de 0,1 m de rayon (force totale appliquée égale à 31,4 kN). La simulation numérique a été réalisée dans le domaine fréquentiel en tenant compte des effets dynamiques. Des couches absorbantes imitant un domaine infini ouvert et non réfléchissant et permettent ainsi d'éliminer les réflexions des ondes ont été utilisées. L'énergie dissipée  $W_{\text{cycle}}$  a été calculée pendant un cycle dans le volume total de la couche supérieure (équation 6-4).

$$W_{\text{cycle}} = \iiint \sin(\varphi_{E^*}) \pi \varepsilon_{0ij} \sigma_{0ij} \cdot dV \quad 6-4$$

avec  $\varepsilon_{0_{ij}}$  (resp.  $\sigma_{0_{ij}}$ ) l'élément  $ij$  du tenseur des déformations (resp. des contraintes),  $\varphi_{E^*}$  l'angle de phase du module complexe et  $V$  le volume de la couche considérée.

La méthode française de conception et dimensionnement des structures de chaussée définit le chargement standard par l'essieu de référence de 130 kN. Chaque demi-essieu est définie par un jumelage à roue simples représenté par deux charges appliquant une valeur de 65 kN sur deux zones circulaires de 0,125 m de rayon (chaque zone est donc chargée avec une amplitude de contrainte de 0,662 MPa). Pour correspondre à cette norme, les valeurs d'énergie dissipée obtenues (lorsque la force totale appliquée est de 31,4 kN) ont été multipliées par le rapport au carré entre la charge standard (65 kN) et la force précédente de 31,4 kN, soit 4,4.

Les Figure 6-19 à Figure 6-22 présentent les résultats obtenus. La Figure 6-19 présente l'énergie dissipée en fonction de la fréquence, en utilisant les modélisations 2S2P1D des différents types d'enrobés testés. La Figure 6-20 et la Figure 6-21 présentent les différences d'énergie dissipées entre les enrobés de référence sans CR et les enrobés contenant des granulats de caoutchouc. Enfin, la Figure 6-22 présente les différences d'énergie dissipée entre les enrobés GB5-SBS et les enrobés GB5-3550, à même teneur en granulats de caoutchouc (0%, 2% et 4%).

Les résultats des simulations par éléments finis sont en accord avec les observations de la modélisation 2S2P1D des données expérimentales. Pour les enrobés avec du bitume pur 35/50, une diminution de la dissipation d'énergie est trouvée pour les enrobés avec granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc. En particulier, une différence maximale d'environ 666 J (resp. 896 J) est observée entre l'enrobé sans granulats de caoutchouc et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc.

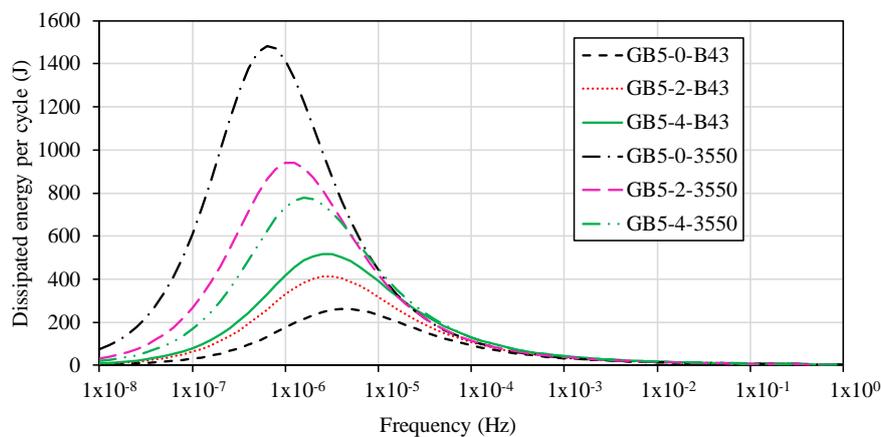


Figure 6-19 : Energie dissipée calculée par simulation numérique à amplitude de contrainte constante de 2,1 MPa (ce qui correspond à appliquer une charge de 65 kN sur une surface cylindrique de 0,1 m de diamètre)

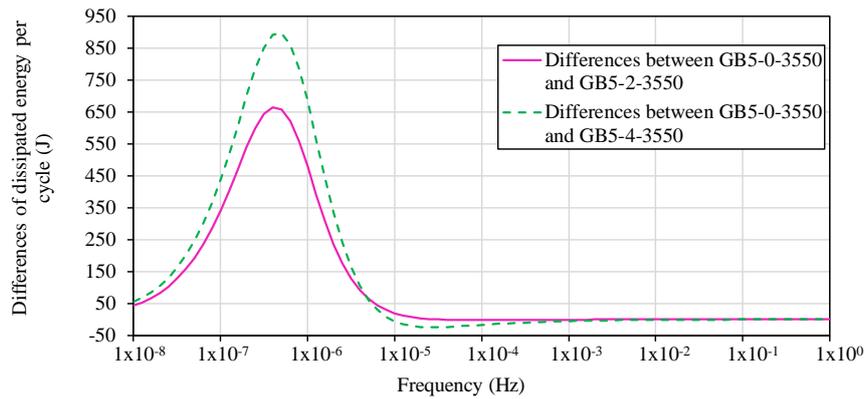


Figure 6-20 : Différence d'énergie dissipée entre l'enrobé de référence GB5-3550 sans caoutchouc (GB5-0-3550) et les enrobés GB5-3550 avec granulats de caoutchouc (GB5-2-3550 et GB5-4-3550), calculée par simulation numérique à amplitude de contrainte constante de 2,1 MPa (ce qui correspond à appliquer une charge de 65 kN sur une surface cylindrique de 0,1 m de diamètre)

Concernant les enrobés GB5-SBS, les résultats montrent une augmentation de la dissipation d'énergie pour les enrobés contenant des granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc. Une différence maximale d'environ 170 J (resp. 274 J) est trouvée entre l'enrobé de référence et l'enrobé avec 2% (resp. 4%) de granulats de caoutchouc.

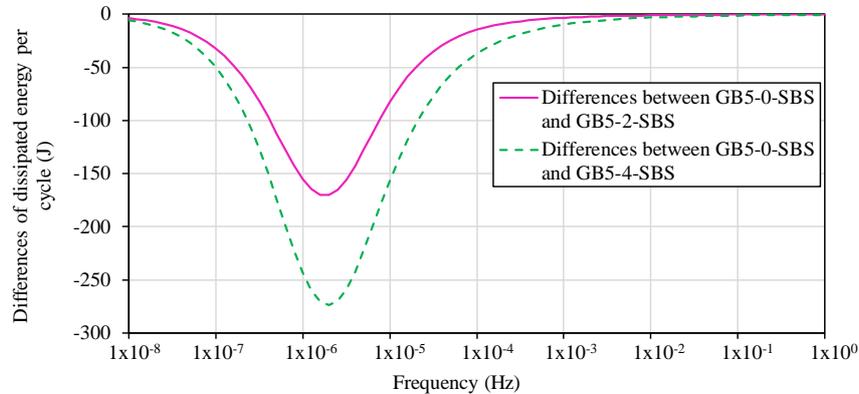


Figure 6-21 : Différence d'énergie dissipée entre l'enrobé de référence GB5-SBS sans caoutchouc (GB5-0-SBS) et les enrobés GB5-SBS avec granulats de caoutchouc (GB5-2-SBS et GB5-4-SBS), calculée par simulation numérique à amplitude de contrainte constante de 2,1 MPa (ce qui correspond à appliquer une charge de 65 kN sur une surface cylindrique de 0,1 m de diamètre)

Enfin, il semble que les enrobés GB5-3550 contenant du bitume pur 35/50 dissipent plus d'énergie que les enrobés GB5-SBS contenant du bitume modifié aux polymères, indépendamment de la teneur en granulats de caoutchouc. Cependant, cette différence tend à diminuer avec l'ajout de caoutchouc et avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc.

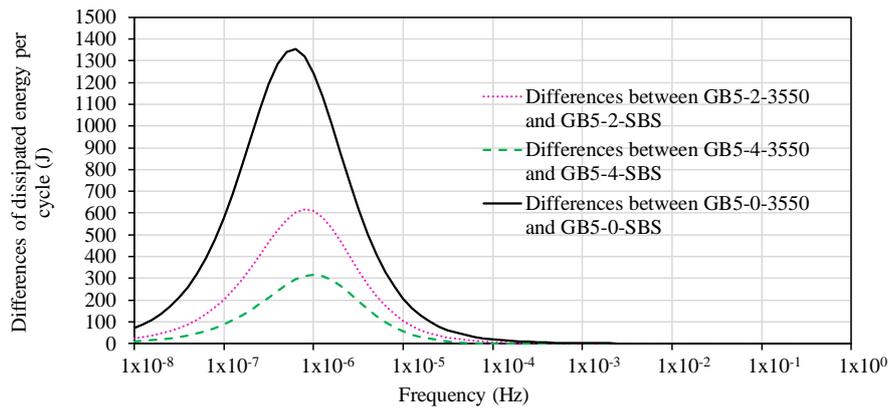


Figure 6-22 : Différence d'énergie dissipée entre les enrobés GB5-3550 (GB5-0-3550, GB5-2-3550 et GB5-4-3550) et les enrobés GB5-SBS (GB5-0-SBS, GB5-2-SBS et GB5-4-SBS), calculée par simulation numérique à amplitude de contrainte constante de 2,1 MPa (ce qui correspond à appliquer une charge de 65 kN sur une surface cylindrique de 0,1 m de diamètre)

## 6.4 Conclusion du chapitre 6

Ce chapitre présente les résultats des essais de module complexe et coefficient de Poisson complexe réalisés sur les différents enrobés et sur le caoutchouc BR.

Les principales conclusions sont présentées par la suite.

Le principe d'équivalence temps-température est validé pour tous les enrobés indépendamment de la teneur en caoutchouc ou du type de bitume utilisé. Ce résultat démontre que l'ajout de caoutchouc n'influe pas sur cette propriété classique des matériaux bitumineux. De plus, la même équation WLF et des coefficients de translations similaires ont été utilisés pour construire les courbes maitresses à la température de référence de 15 °C.

Concernant la norme du module complexe, des valeurs décroissantes sont observées avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, à hautes températures et basses fréquences, indépendamment du type de liant utilisé. Cependant, à hautes températures/basses fréquences, des tendances différentes ont été observées selon le type de bitume et la teneur en granulats de caoutchouc. Pour les enrobés avec bitume modifié SBS, des valeurs décroissantes de la norme du module complexe sont observées avec une teneur en granulats de caoutchouc croissante, mais pour les enrobés avec bitume pur 35/50, des valeurs croissantes de la norme du module complexe sont observées avec une teneur en caoutchouc croissante.

Pour l'angle de phase du module complexe, des résultats similaires sont obtenus pour les enrobés avec du bitume modifié aux polymères SBS sur toute la gamme des températures/fréquences considérées, indépendamment de la teneur en caoutchouc.

A basses températures/hautes fréquences, toutes les courbes d'angle de phase se superposent indépendamment de la teneur en caoutchouc et du bitume utilisé. A hautes températures/basses fréquences, pour les enrobés avec bitume pur 35/50, les valeurs d'angle de phase décroissent avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc mais restent plus élevées par rapport aux valeurs obtenues pour les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS.

Toutes les données expérimentales, modules complexes comme coefficients de Poisson complexes, ont été modélisées avec succès par le modèle analogique 2S2P1D et l'évolution des constantes 2S2P1D est en accord avec les observations faites sur les données expérimentales.

Concernant les enrobés avec bitume modifiés aux polymères SBS, les mêmes valeurs des constantes 2S2P1D ont été utilisées. La même observation peut être faite pour les enrobés avec du bitume pur 35/50 (sauf pour la valeur de la constante  $h$ , qui est légèrement différente).

Les valeurs normalisées du module complexe et du coefficient de Poisson complexe présentent une courbe unique entre les asymptotes élastiques, indépendamment de la teneur en caoutchouc.

L'influence de la teneur en vides et l'influence de la teneur en caoutchouc sur les résultats de module complexe et coefficient de Poisson ont été étudiés. Il a été observé des corrélations linéaires entre l'évolution des valeurs de modules (norme du module complexe à 15 °C, module vitreux et module statique) et la teneur en vides des enrobés.

Les essais de module complexe ont également été effectués sur une éprouvettes en caoutchouc BR en utilisant la même procédure (mais une amplitude de déformation plus importante). Les résultats ont montré que le principe d'équivalence temps-température s'avère valide et les courbes maîtresses de la norme et de l'angle de phase du module complexe ont été tracées à une température de référence de 15°C. La norme du module complexe montre des valeurs d'environ quelques dizaines de MPa, ce qui extrêmement faibles par rapport aux valeurs obtenues pour les enrobés bitumineux. L'angle de phase du module complexe semble être plutôt constant, égal à 6°. Une version simplifiée du modèle 2S2P1D, composée de seulement deux ressorts et d'un élément parabolique 2S1P (les constantes  $k$  et  $\delta$  ont été imposées égales à 0, tandis qu'une valeur extrêmement élevée a été choisie pour la constante  $\beta$ ), a été utilisée pour modéliser avec succès les données expérimentales.

Le modèle 2S2P1D a également permis de calculer l'énergie dissipée au cours des essais de module complexe réalisés sur les enrobés, à la fois pour une amplitude de contrainte constante et pour une amplitude de déformation constante. Pour une amplitude de contrainte constante, les résultats montrent une augmentation de l'énergie dissipée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc pour les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS et une diminution de l'énergie dissipée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc pour les enrobés avec bitume pur 35/50. Pour une amplitude de déformation constante, les résultats montrent une diminution de l'énergie dissipée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, pour tous les enrobés, indépendamment du type de liant.

La dissipation d'énergie a également été estimée pour une structure de chaussée simplifiée à l'aide du logiciel Comsol<sup>®</sup> utilisant les éléments finis, pour une amplitude de contrainte constante (2,1 MPa, correspondant à 65 kN sur une surface circulaire de 0,1 m). Concernant les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS, une augmentation de l'énergie dissipée est observée pour les deux enrobés avec granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc. Concernant les enrobés avec bitume pur 35/50, une diminution de l'énergie dissipée est observée pour les deux enrobés avec granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc.

Les enrobés contenant du bitume pur 35/50 dissipent plus d'énergie que les enrobés contenant du bitume modifié aux polymères SBS. La différence devient moins importante lorsque la teneur en granulats de caoutchouc augmente.



# **7. Etude expérimentale en grandes déformations et à la rupture**

Ce chapitre présente la caractérisation du comportement en grandes déformations et à la rupture des matériaux présentés dans le chapitre 3.

Les résultats des essais de traction directe menés à trois températures (5 °C, 10 °C et -15 °C) à la vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min et des essais de retrait thermique empêché (TSRST) réalisés sur des éprouvettes en enrobé (avec et sans caoutchouc) sont présentés.

## **7.1 Essais de traction directe**

### **7.1.1 Récapitulatif des essais réalisés**

Cette section présente l'ensemble des éprouvettes testées en traction directe au laboratoire de l'ENTPE. Pour tous les enrobés GB5-SBS et pour les enrobés GB5-0-3550 et GB5-2-3550, au moins trois éprouvettes par matériau ont été testées pour chaque condition d'essai afin de vérifier la répétabilité de l'essai. Pour les enrobés GB5-4-3550, trois éprouvettes ont été testées à 10 °C, mais seulement deux éprouvettes à 5 °C et une seule à -15 °C, pour des raisons logistiques. Au total, 53 éprouvettes ont été testées. Les teneurs en vides des éprouvettes (déterminées par la méthode géométrique présentée dans le chapitre 3) sont également présentées dans le Tableau 6-1 pour les enrobés GB5-SBS et le Tableau 7-2 pour les enrobés GB5-3550. Pour rappel, le rapport du volume de granulats (minéraux et caoutchouc) sur le volume de liant total (bitume neuf d'apport et bitume issu des AE) a été calculé et est identique pour toutes les éprouvettes et égale à 7,6.

Tableau 7-1 : Récapitulatif des éprouvettes d'enrobés GB5-SBS testées, avec leur teneur en vides et la température lors de l'essai de traction directe

<b>% CR</b>	<b>Eprouvettes testées</b>	<b>Teneur en vides</b>	<b>Température de l'essai</b>	
0%	GB5-0-SBS-1-10	4,2%	10°C	
	GB5-0-SBS-2-9	4,3%		
	GB5-0-SBS-1-6	3,0%		
	G55-0-SBS-3-1-1	GB5-0-SBS-3-1-1	4,7%	5°C
		GB5-0-SBS-2-1	4,5%	
		GB5-0-SBS-2-10	4,5%	
	GB5-0-SBS-2-7	GB5-0-SBS-2-7	3,8%	-15°C
		GB5-0-SBS-2-12	5,6%	
		GB5-0-SBS-2-9	5,8%	
2%	GB5-2-SBS-1-3	2,1%	10°C	
	GB5-2-SBS-2-6	2,3%		
	GB5-2-SBS-2-7	2,1%		
	G55-2-SBS-1-7	G55-2-SBS-1-7	2,5%	5°C
		GB5-2-SBS-1-5	2,4%	
		GB5-2-SBS-1-2	2,6%	
	GB5-2-SBS-2-10	GB5-2-SBS-2-10	1,5%	-15°C
		GB5-2-SBS-2-4	3,6%	
		GB5-2-SBS-2-8	1,8%	
GB5-2-SBS-2-9	GB5-2-SBS-2-9	3,9%		
	4%	GB5-4-SBS-1-4	6,6%	10°C
		GB5-4-SBS-2-9	5,9%	
GB5-4-SBS-2-7		5,2%		
GB5-4-SBS-1-1	GB5-4-SBS-1-1	5,7%	5°C	
	GB5-4-SBS-1-3	6,0%		
	GB5-4-SBS-2-6	5,9%		
GB5-4-SBS-1-9	GB5-4-SBS-1-9	4,9%	-15°C	
	GB5-4-SBS-1-10	4,7%		
	GB5-4-SBS-2-8	4,8%		

Tableau 7-2 : Récapitulatif des éprouvettes d'enrobés GB5-3550 testées, avec leur teneur en vides et la température lors de l'essai de traction directe

<b>% CR</b>	<b>Eprouvettes testées</b>	<b>Teneur en vides</b>	<b>Température de l'essai</b>
0%	GB5-0-3550-2-4	3,6%	10°C
	GB5-0-3550-1-10	3,8%	
	GB5-0-3550-1-2	3,6%	
	5°C	GB5-0-3550-1-12	4,9%
		GB5-0-3550-2-1	4,8%
		GB5-0-3550-1-1	4,3%
	-15°C	GB5-0-3550-1-7	2,7%
		GB5-0-3550-2-3	3,3%
		GB5-0-3550-1-3	3,6%
2%	GB5-2-3550-1-4	4,6%	10°C
	GB5-2-3550-1-10	4,5%	
	GB5-2-3550-1-8	4,5%	
	5°C	GB5-2-3550-2-6	3,6%
		GB5-2-3550-2-7	4,4%
		GB5-2-3550-2-8	3,6%
		GB5-2-3550-1-1	4,8%
	-15°C	GB5-2-3550-1-6	4,4%
		GB5-2-3550-2-10	5,0%
		GB5-2-3550-1-4	4,6%
4%	GB5-4-3550-1-12	4,9%	10°C
	GB5-4-3550-1-1	5,0%	
	GB5-4-3550-1-8	4,8%	
	5°C	GB5-4-3550-1-11	4,0%
		GB5-4-3550-2-4	3,6%
	-15°C	GB5-4-3550-1-6	2,7%

### 7.1.2 Résultats et analyse des essais

La Figure 7-1 présente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale pour tous les essais de traction directe réalisés sur les enrobés GB5-SBS à la vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min. Cette vitesse de déformation est identique à celle choisie dans le cadre d'une étude antérieure et permettra d'effectuer une comparaison des résultats obtenues. Pour des soucis de clarté, les données à  $-15\text{ °C}$  ont également été tracées dans la Figure 7-2.

A partir de ces courbes, les pics de contrainte (valeur maximale de la contrainte) et la déformation axiale correspondante ont été obtenus. La Figure 7-3 présente ces valeurs moyennées sur les trois essais répétés en fonction de la teneur en caoutchouc et de la température d'essai. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types calculés par rapport aux moyennes obtenues.

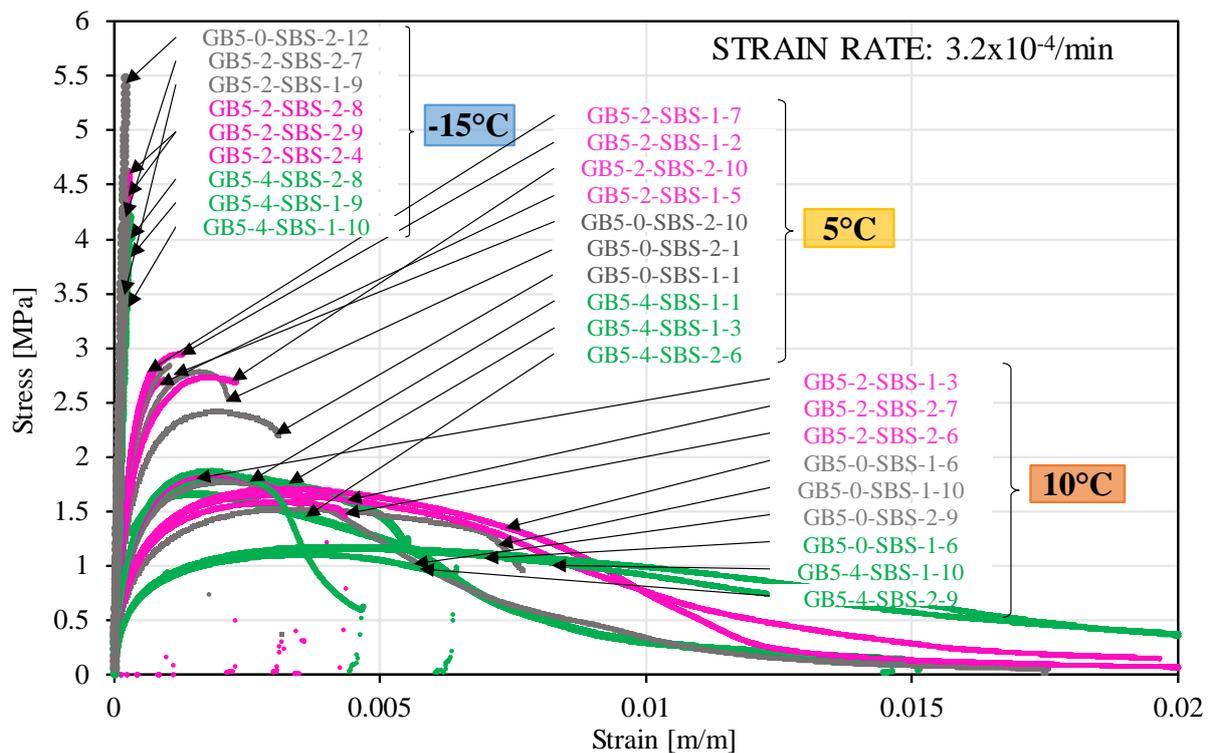


Figure 7-1 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale durant les essais de traction menés à trois températures et une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min sur les enrobés GB5-SBS

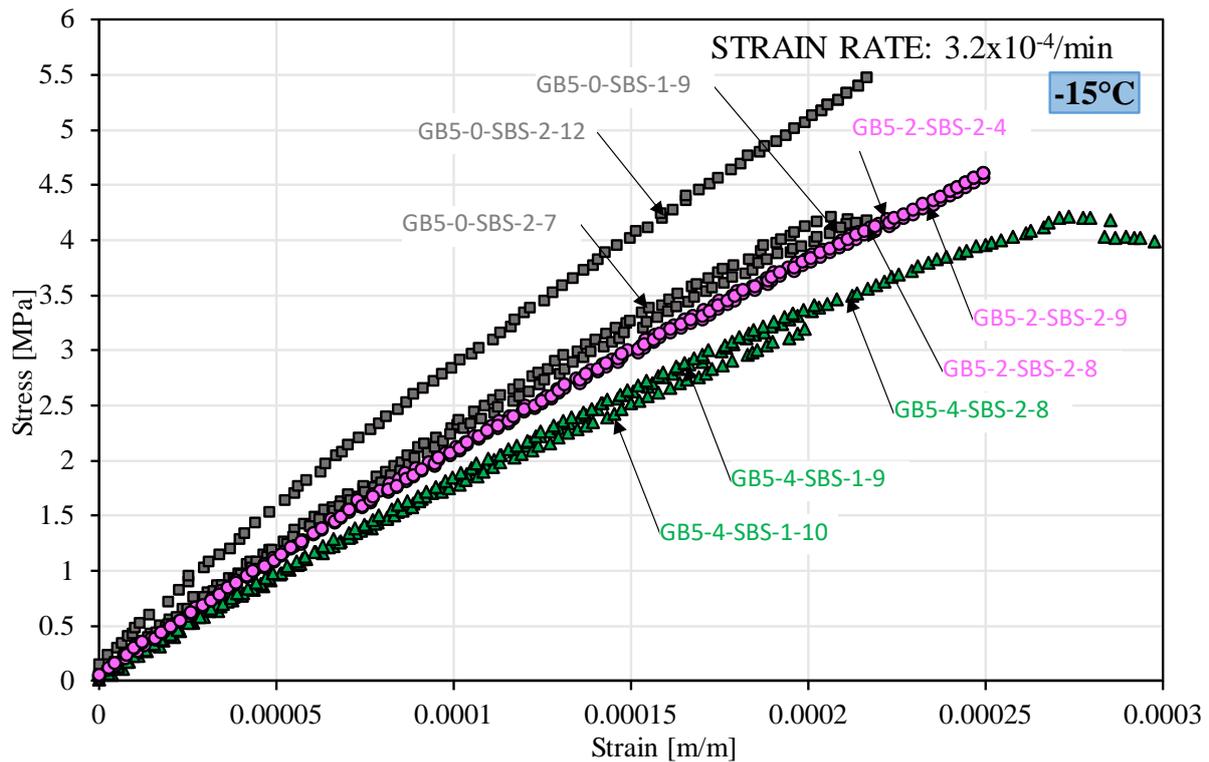


Figure 7-2 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale durant les essais de traction menés à  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  et à une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}/\text{min}$  sur les enrobés GB5-SBS

Les données obtenues montrent qu'il n'y a pas de différence significative entre le pic de contrainte moyen de l'enrobé contenant 2% de caoutchouc (GB5-2-SBS) et celui de l'enrobé de référence sans caoutchouc (GB5-0-SBS), pour les trois températures testées. Ainsi, à la température de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , le pic de contrainte moyen atteint pour ces deux enrobés est de 1,7 MPa. A  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , il est de 2,7 MPa, et enfin à  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la valeur moyenne de 4,5 MPa est obtenue. Ces résultats montrent donc que l'ajout de 2% de caoutchouc n'influe pas sur la résistance à la traction de l'enrobé.

Pour 4% de caoutchouc ajouté, une diminution du pic de contrainte est cependant visible par rapport à l'enrobé de référence sur toutes les températures testées. Ainsi, à la température de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , le pic de contrainte moyen atteint pour l'enrobé GB5-4-SBS est de 1,2 MPa. A  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , il est de 1,8 MPa, et enfin à  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la valeur moyenne de 3,6 MPa est obtenue.

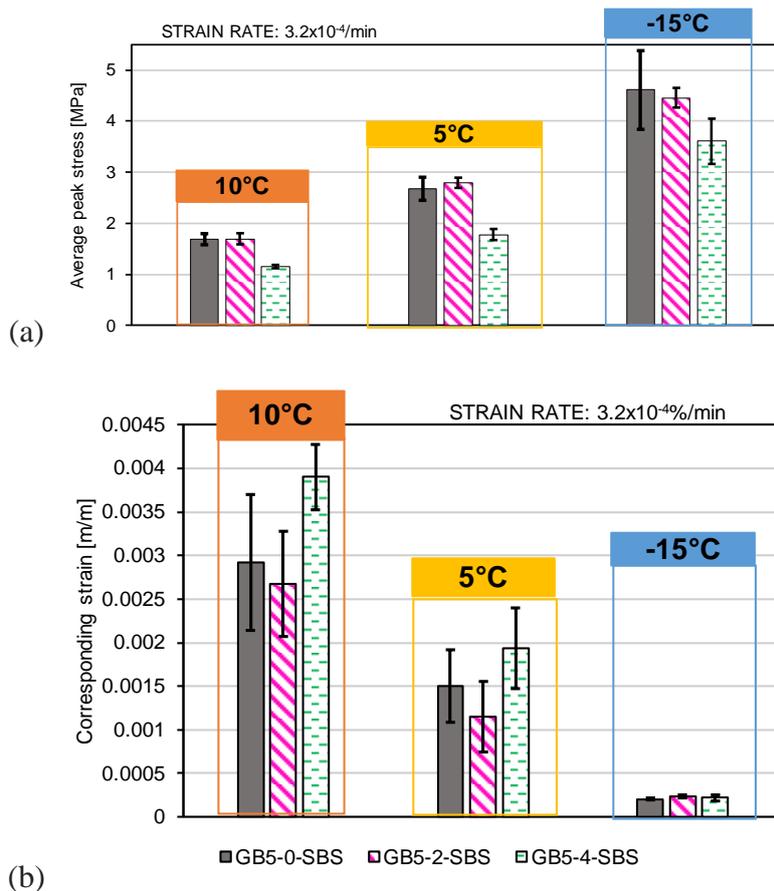


Figure 7-3 : (a) Moyennes des pics de contrainte et (b) moyennes des valeurs de déformation axiale correspondant aux pics de contrainte, obtenus lors des essais de traction menés à trois températures et une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$  /min sur les enrobés GB5-SBS. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types calculés par rapport aux moyennes obtenues

Cela correspond à une diminution de 32 % à 10 °C, de 34 % à 5 °C et de 22 % à -15 °C par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc et à l'enrobé GB5-2-SBS contenant 2% de caoutchouc.

Concernant la déformation atteinte lors du pic de contrainte, il n'est pas observé de différences significatives entre les différents enrobés pour une même température d'essai. A 10 °C, il est observé une déformation d'environ 300  $\mu\text{m}/\text{m}$ . A 5 °C, il est observé une déformation d'environ 150  $\mu\text{m}/\text{m}$ . Enfin, à -15 °C, il est observé une déformation d'environ 20  $\mu\text{m}/\text{m}$ .

Ainsi, pour tous les enrobés GB5-SBS, une augmentation de la température entraîne une diminution du pic de contrainte et une augmentation de la déformation correspondante à ce pic, en passant d'un comportement fragile à un comportement ductile.

La Figure 7-4 présente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale de tous les essais de traction réalisés sur les éprouvettes de GB5-3550. Pour des soucis de clarté, les données à -15 °C ont également été tracées dans la Figure 7-5. La Figure 7-6 présente en (a) les moyennes des pics de contrainte et en (b) les moyennes des valeurs de déformation axiale correspondant aux pics de contrainte, en fonction de la température et de la teneur en caoutchouc pour les enrobés GB5-3550. Ces moyennes sont calculées pour les résultats des trois essais répétés pour chaque modalité sauf pour le matériau GB5-4-3550 pour lequel certaines répétitions font défaut. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types calculés par rapport aux moyennes obtenues.

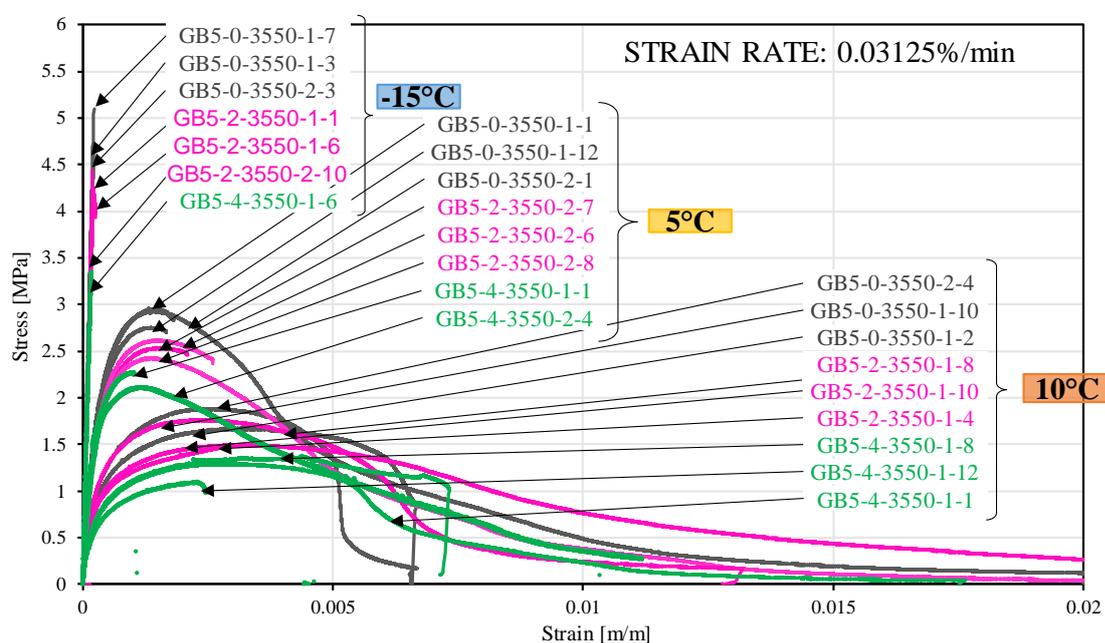


Figure 7-4 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale durant les essais de traction menés à trois températures et une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min sur les enrobés GB5-3550

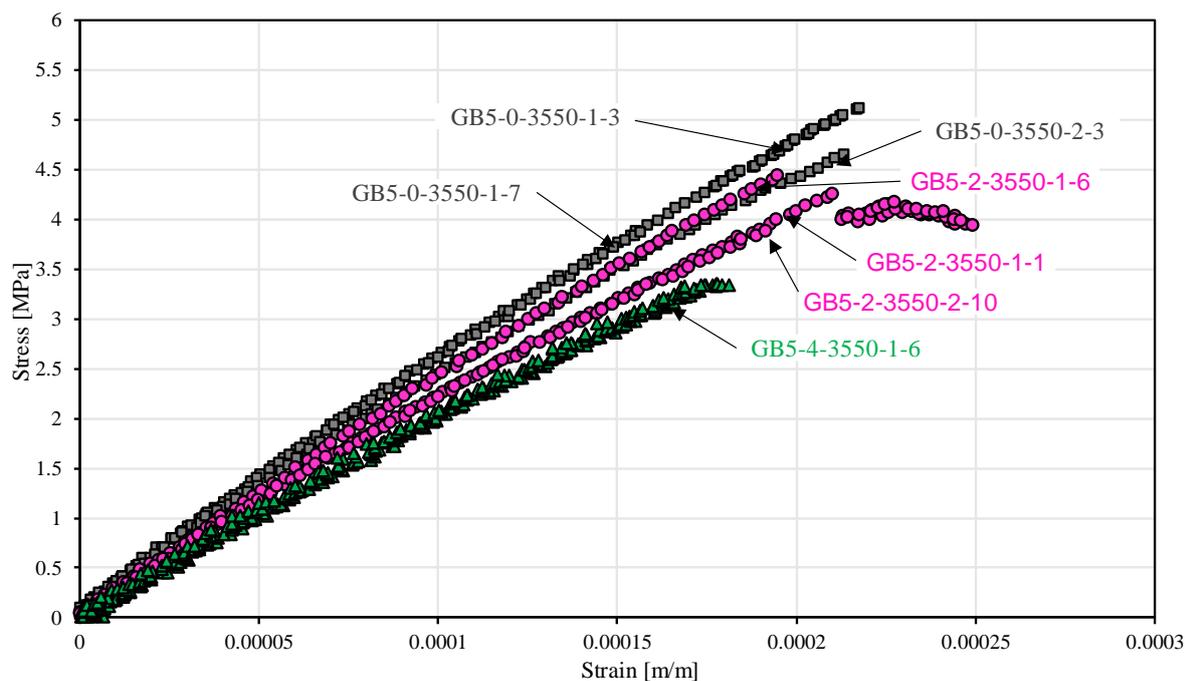


Figure 7-5 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale durant les essais de traction menés à -15 °C et à une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min sur les enrobés GB5-3550

Concernant l'enrobé de référence GB5-0-3550 sans caoutchouc, le pic de contrainte moyen atteint à la température de 10 °C est de 1,8 MPa. A 5 °C, il est de 2,9 MPa, et enfin à -15 °C, la valeur moyenne de 5,0 MPa est obtenue. Pour l'enrobé GB5-2-3550 avec 2% de caoutchouc, le pic de contrainte moyen atteint à la température de 10 °C est de 1,6 MPa. A 5 °C, il est de 2,5 MPa, et enfin à -15 °C, la valeur moyenne de 4,3 MPa est obtenue. Concernant l'enrobé avec 4% de caoutchouc GB5-4-3550, le pic de contrainte moyen atteint à la température de 10 °C est de 1,3 MPa. A 5 °C, il est de 2,2 MPa (calculé pour 2 essais), et enfin à -15 °C, un seul essai donne la valeur de 3,3 MPa.

Ainsi, pour une température de 10 °C, il est observé que l'ajout de 2% (resp. 4%) de caoutchouc entraîne une diminution du pic de contrainte de 11 % (resp. 29%) par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc. Pour une température de 5 °C, l'ajout de 2% (resp. 4%) de caoutchouc entraîne une diminution du pic de contrainte de 13 % (resp. 24%) par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc. Enfin, pour une température de -15 °C, il est observé que l'ajout de 2% (resp. 4%) de caoutchouc entraîne une diminution du pic de contrainte de 13% (resp. 32%) par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc.

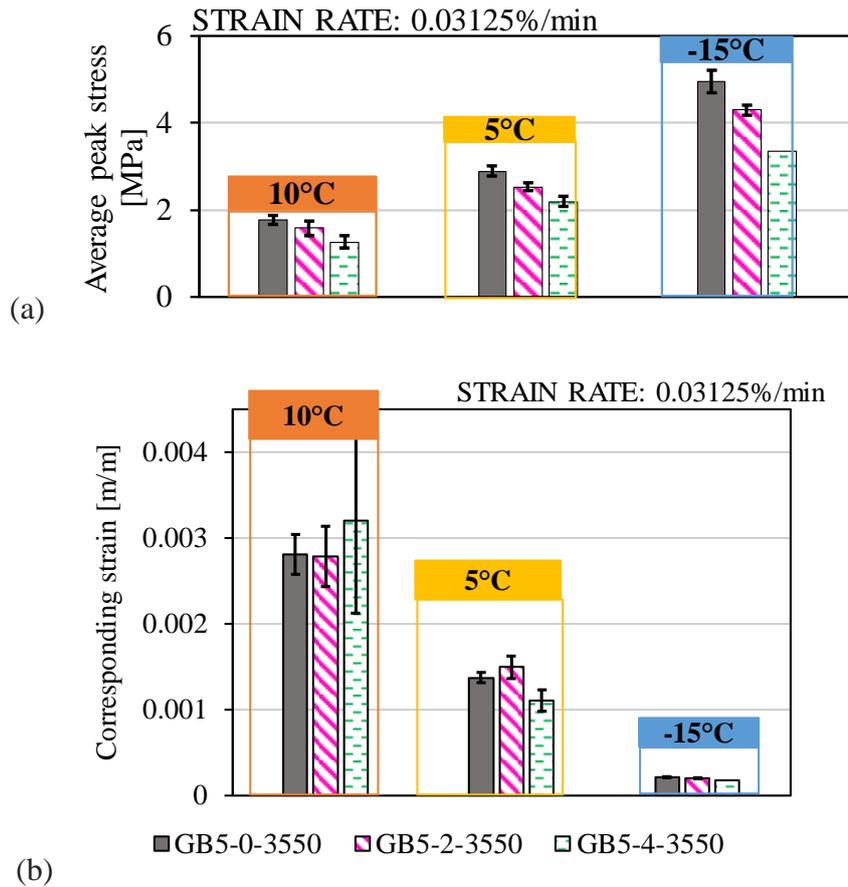


Figure 7-6 : (a) Moyennes des pics de contrainte et (b) moyennes des valeurs de déformation axiale correspondant aux pics de contrainte, obtenus lors des essais de traction menés à trois températures et une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-4}$ /min sur les enrobés GB5-3550. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types calculés par rapport aux moyennes obtenues

Similairement aux enrobés GB5-SBS, il n'est pas observé de différence significative pour la déformation axiale atteinte au pic de contrainte entre les différents enrobés à 10 °C et à -15 °C. A 10 °C, il est observé une déformation d'environ 300 µm/m pour tous les enrobés GB5-3550, indépendamment de la teneur en caoutchouc. A -15 °C, il est observé une déformation d'environ 20 µm/m, également pour tous les enrobés GB5-3550.

A 5 °C, la déformation correspondante au pic de contrainte est très similaire pour tous les enrobés GB5-3550, avec une valeur d'environ 140 µm/m pour les enrobés GB5-0-3550 et GB5-2-3550, et de l'ordre de 110 µm/m pour l'enrobé GB5-4-3550.

Ainsi, pour tous les enrobés GB5-3550, une augmentation de la température entraîne également une diminution du pic de contrainte et une augmentation de la déformation correspondante à ce pic.

Concernant l'influence du type de liant utilisé, il n'y a pas de différence significative pour les enrobés de référence sans caoutchouc. Avec 2% de caoutchouc, une légère diminution du pic de contrainte est observée pour l'enrobé contenant du bitume pur 35/50 par rapport à l'enrobé avec bitume modifié aux polymères SBS, et cela pour les trois températures testées. Avec 4% de caoutchouc, des résultats similaires sont obtenus mais pour les températures plus basses (5 et -15°C), une légère diminution du pic de contrainte est observée pour l'enrobé GB5-4-3550 par rapport à l'enrobé GB5-4-SBS.

Cependant, aucune influence du type de bitume n'est observée quant aux déformations correspondantes aux pics de contraintes.

### 7.1.3 Etude des faciès de rupture

Les faciès de rupture de quelques éprouvettes de GB5-3550 testées en traction directe ont été photographiés avec l'objectif d'étudier les zones de fragilité ayant pu entraîner la rupture.

Les photographies des éprouvettes GB5-0-3550-1-12 et GB5-2-3550-1-1, testées à 5 °C, sont présentées ci-dessous dans la Figure 7-7 et la Figure 7-8. Le reste des photographies prises sont disponibles en annexe.

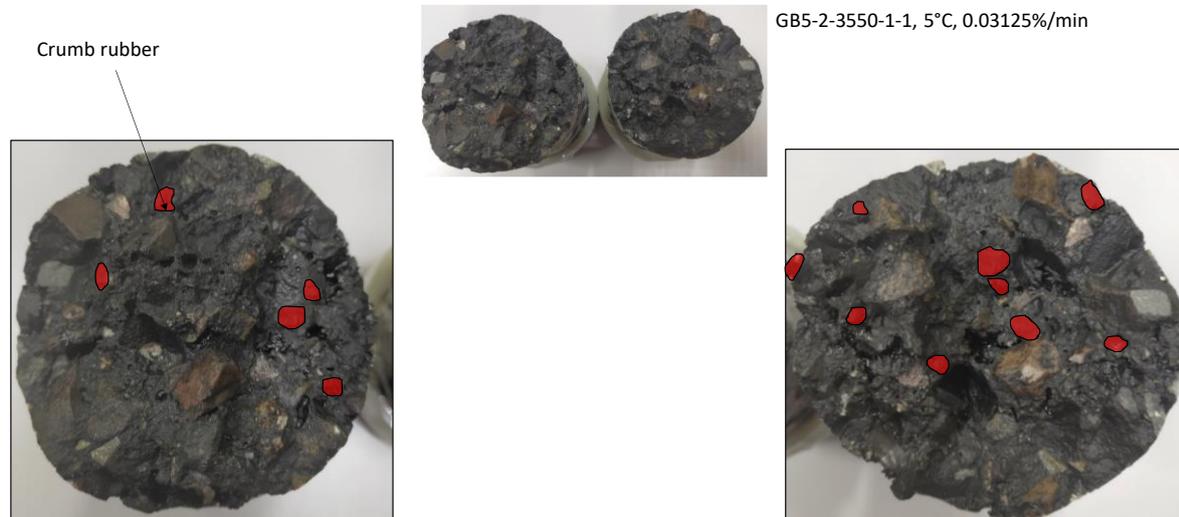


Figure 7-7 : Photographies des interfaces de rupture de l'éprouvette GB5-2-3550-1-1, testée en traction directe à 5 °C et pour une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-2} \%$ /min



Figure 7-8 : Photographies des interfaces de rupture de l'éprouvette GB5-0-3550-1-12, testée en traction directe à 5 °C et pour une vitesse de déformation de  $3,2 \times 10^{-2} \%$ /min

L'interface de rupture de l'éprouvette GB5-0-3550-1-12 de référence montre que la rupture se fait à la fois dans les granulats et à l'interface granulats/liant (les granulats sont presque à « nus ». La rupture de l'enrobé de référence est donc à la fois cohésive (rupture dans les grains) et à la fois adhésive (rupture à l'interface granulats/liant).

Concernant l'enrobé avec 2% de caoutchouc, l'étude de l'interface de rupture de l'éprouvette GB5-2-3550-1-1 montre que tout comme l'enrobé de référence, la rupture est à la fois cohésive et adhésive. Pour la rupture adhésive, elle est observée à l'interface granulats minéraux et liant mais aussi à l'interface granulats de caoutchouc et liant. Il n'a pas été observée de rupture dans les granulats de caoutchouc, bien qu'il ait été relativement peu aisé de distinguer les granulats de caoutchouc recouverts par la couche de bitume (qui sont donc considérés comme intacts) de ceux qui auraient éventuellement rompu sous l'effet de la sollicitation en traction.

Ainsi, si l'adhésion entre le liant et les granulats de caoutchouc est moindre qu'avec des granulats minéraux, la diminution de résistance à la traction pourrait être expliquée en partie.

Les propriétés d'adhésion du bitume sur les granulats de caoutchouc n'ont pas fait l'objet d'une étude durant ce travail de thèse, bien que les résultats pourraient permettre de discuter de l'influence de l'adhésion du liant aux granulats de caoutchouc sur les résultats de traction directe présentés précédemment.

## 7.2 Essais de retrait thermique empêché (TSRST)

### 7.2.1 Récapitulatif des essais réalisés

Cette section présente l'ensemble des éprouvettes testées par les essais de TSRST réalisés au laboratoire de l'ENTPE. Pour tous les enrobés GB5-SBS, au moins trois éprouvettes par matériau ont été testées pour vérifier la répétabilité de l'essai. Pour les enrobés GB5-3550, seulement deux éprouvettes ont été testées. Au total, les résultats de 16 éprouvettes sont présentés. Les teneurs en vides des éprouvettes (déterminées par la méthode géométrique présentée dans le chapitre 3) sont également présentées dans le Tableau 7-3 pour les enrobés GB5-SBS et le Tableau 7-4 pour les enrobés GB5-3550. Pour rappel, le rapport du volume de granulats (minéraux et caoutchouc) sur le volume de liant total (bitume neuf d'apport et bitume issu des AE) a été calculé et est identique pour toutes les éprouvettes et égal à 7,6.

Tableau 7-3 : Récapitulatif des éprouvettes d'enrobés GB5-SBS testées à l'essai de retrait thermique empêché (TSRST), avec leur teneur en vides et les résultats obtenus

% CR	Eprouvettes testées	Teneur en vides	Contrainte de rupture $\sigma_f$ (MPa)	température à la rupture $T_f$ (°C)
0%	GB5-0-SBS-3-1	5,4%	3,8	-18,9
	GB5-0-SBS-3-2	4,4%	3,9	-18,6
	GB5-0-SBS-3-3	4,2%	3,9	-18,7
2%	GB5-2-SBS-3-4	4,7%	3,6	-19,3
	GB5-2-SBS-3-3	4,0%	3,6	-20,1
	GB5-2-SBS-3-4	3,5%	3,9	-21,2
4%	GB5-4-SBS-3-2	4,0%	3,6	-23,3
	GB5-4-SBS-3-1	4,3%	3,1	-22,3
	GB5-4-SBS-2-1	6,1%	3,3	-22,8

Tableau 7-4 : Récapitulatif des éprouvettes d'enrobés GB5-3550 testées à l'essai de retrait thermique empêché (TSRST), avec leur teneur en vides et les résultats obtenus

% CR	Eprouvettes testées	Teneur en vides	Contrainte de rupture $\sigma_f$ (MPa)	température à la rupture $T_f$ (°C)
0%	GB5-0-3550-2-6	3,0%	4,0	-17,3
	GB5-0-3550-2-7	2,8%	3,9	-17,6
2%	GB5-2-3550-2-2	5,1%	3,3	-17,4
	GB5-2-3550-2-5	6,5%	3,5	-18,4
4%	GB5-4-3550-2-8	4,1%	3,2	-20,1
	GB5-4-3550-2-6	4,4%	2,9	-19,1

## 7.2.2 Résultats et analyses des essais

Les Figures Figure 7-9 à Figure 7-12 présentent les résultats obtenus des essais TSRST menés sur les différents enrobés.

La Figure 7-9 présente l'évolution de la contrainte en fonction de la température durant les essais TSRST menés sur les enrobés GB5-SBS. Les résultats obtenus montrent la bonne répétabilité des essais, les courbes des trois éprouvettes testées pour un même matériau étant très proches les unes des autres. Il est observé que la contrainte est globalement plus faible tout au long de l'essai pour les enrobés contenant des granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc et que cette réduction augmente avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. Cela peut s'expliquer par la rigidité plus faible à basse température des enrobés GB5-SBS contenant des granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc, comme présenté dans le chapitre 6.

La Figure 7-10 (a) et (b) présente respectivement la contrainte de rupture moyenne  $\sigma_f$  et la température à la rupture moyenne  $T_f$ , calculée toutes les deux sur les trois répétitions, en fonction de la teneur en granulat de caoutchouc des enrobés. Les barres d'erreurs représentent les écarts-types par rapport à la moyenne. Une diminution linéaire des valeurs de la contrainte de rupture  $\sigma_f$  est observée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, avec un coefficient de corrélation  $R^2$  égal à 0,99. En effet, lorsque la rupture apparaît, on observe une diminution moyenne de la contrainte de 3,6% pour chaque point de pourcentage de granulats ajoutés. Une diminution de la température moyenne de rupture est également perceptible avec

l'augmentation de la teneur en caoutchouc, avec une diminution moyenne de 1,4°C (respectivement 4.0°C) pour l'enrobé avec 2% (respectivement 4%) de granulats de caoutchouc, par rapport au matériau de référence. Ce résultat intéressant montre que le caoutchouc peut permettre à l'enrobé bitumineux de résister à des températures plus basses en maintenant une contrainte plus faible. Ainsi, on peut affirmer que l'ajout de granulats de caoutchouc par voie sèche dans un enrobé bitumineux diminue la température de rupture de 1 °C pour chaque point de pourcentage de granulats de caoutchouc ajoutés et diminue également la contrainte de rupture d'environ 140 kPa.

La Figure 7-10 (c) présente la contrainte de rupture moyenne  $\sigma_f$  en fonction de la température de rupture moyenne  $T_f$  pour les enrobés GB5-SBS.

Les données obtenues dans la Figure 7-10 pourraient également être utilisées pour prédire le comportement des enrobés contenant des teneurs en granulats de caoutchouc différentes de celles testées durant ce travail de thèse, à condition de rester dans l'intervalle des teneurs étudiées . On peut envisager de choisir une teneur « optimale » en fonction des exigences de performance souhaitées en ce qui concerne la sensibilité à la fissuration à basses températures de l'enrobé.

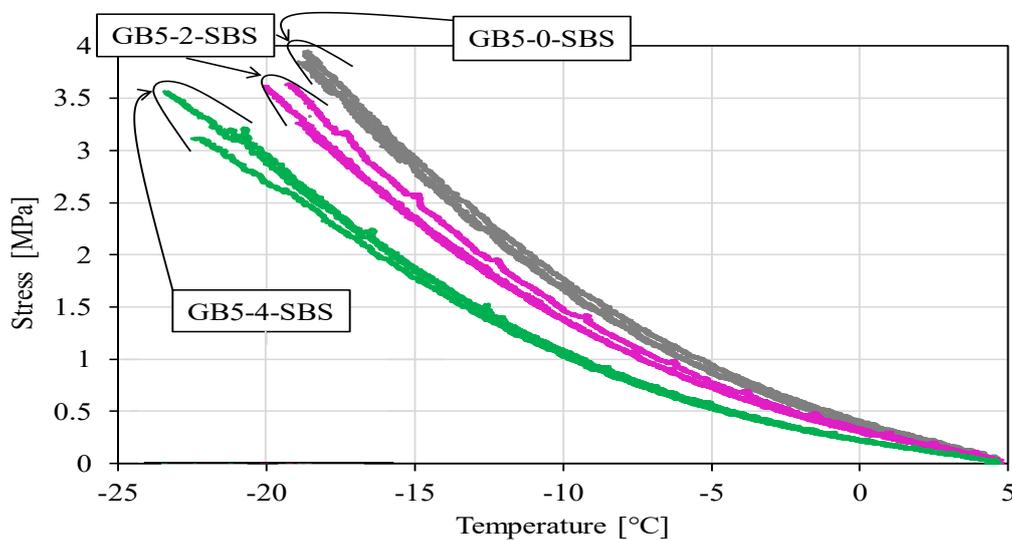


Figure 7-9 : Evolution de la contrainte en fonction de la température durant les essais TSRST menés sur les enrobés GB5-SBS (3 répétitions par matériau)

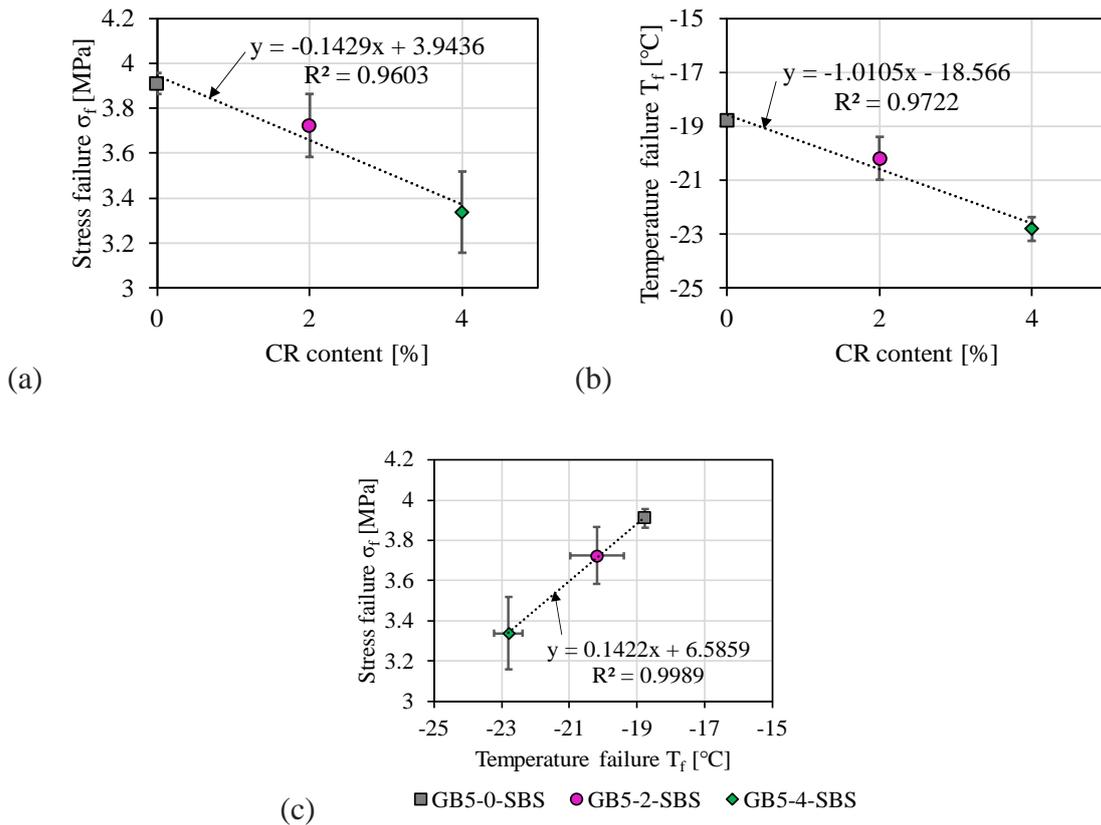


Figure 7-10 : Résultats des essais TSRST menés sur les enrobés GB5-SBS (3 éprouvettes testées par matériau) : (a) les contraintes à la rupture moyennes en fonction de la teneur en caoutchouc, (b) les températures à la rupture moyennes en fonction de la teneur en caoutchouc et (c) les contraintes à la rupture moyennes en fonction des températures à la rupture moyennes. Les barres d'erreurs correspondent aux écarts-types.

Concernant l'influence des teneurs en vides sur les résultats obtenus, la dispersion présente sur les teneurs en vides des éprouvettes de GB5-4-SBS est bien trop importante pour pouvoir l'étudier. Cette importante disparité peut par ailleurs expliquer la dispersion obtenue pour les paramètres obtenus à la rupture de ces matériaux.

La Figure 7-11 présente l'évolution de la contrainte en fonction de la température durant les essais TSRST menés sur les enrobés GB5-3550.

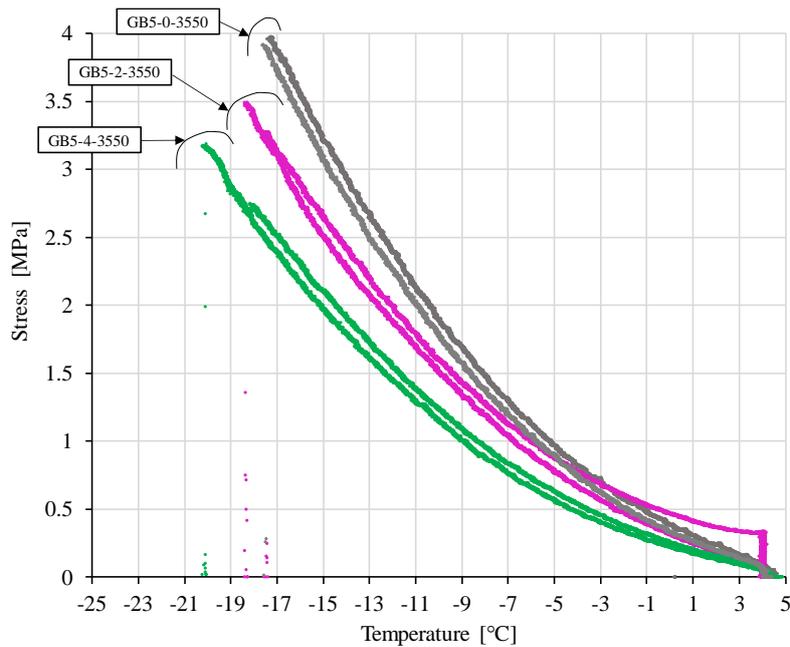


Figure 7-11 : Evolution de la contrainte en fonction de la température lors des essais TSRST menés sur les éprouvettes de GB5-3550, avec granulats de caoutchouc (2 répétitions) et sans (3 répétitions)

Les résultats obtenus montrent la bonne répétabilité des essais réalisés sur les enrobés de GB5-3550 (malgré un souci expérimental au début de l'essai sur l'éprouvette GB5-2-3550-2-2). Bien fait que seulement deux éprouvettes aient été testées, les résultats obtenus montrent la bonne répétabilité des essais, les courbes des deux éprouvettes testées pour un même matériau étant très proches les unes des autres. Comme pour les enrobés GB5-SBS, il est observé que la contrainte est globalement plus faible tout au long de l'essai pour les enrobés contenant des granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc et que cette réduction augmente avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. Cela peut encore une fois s'expliquer par la rigidité plus faible à basse température des enrobés GB5-3550 contenant des granulats de caoutchouc par rapport à l'enrobé de référence sans caoutchouc, comme présenté dans le chapitre 6.

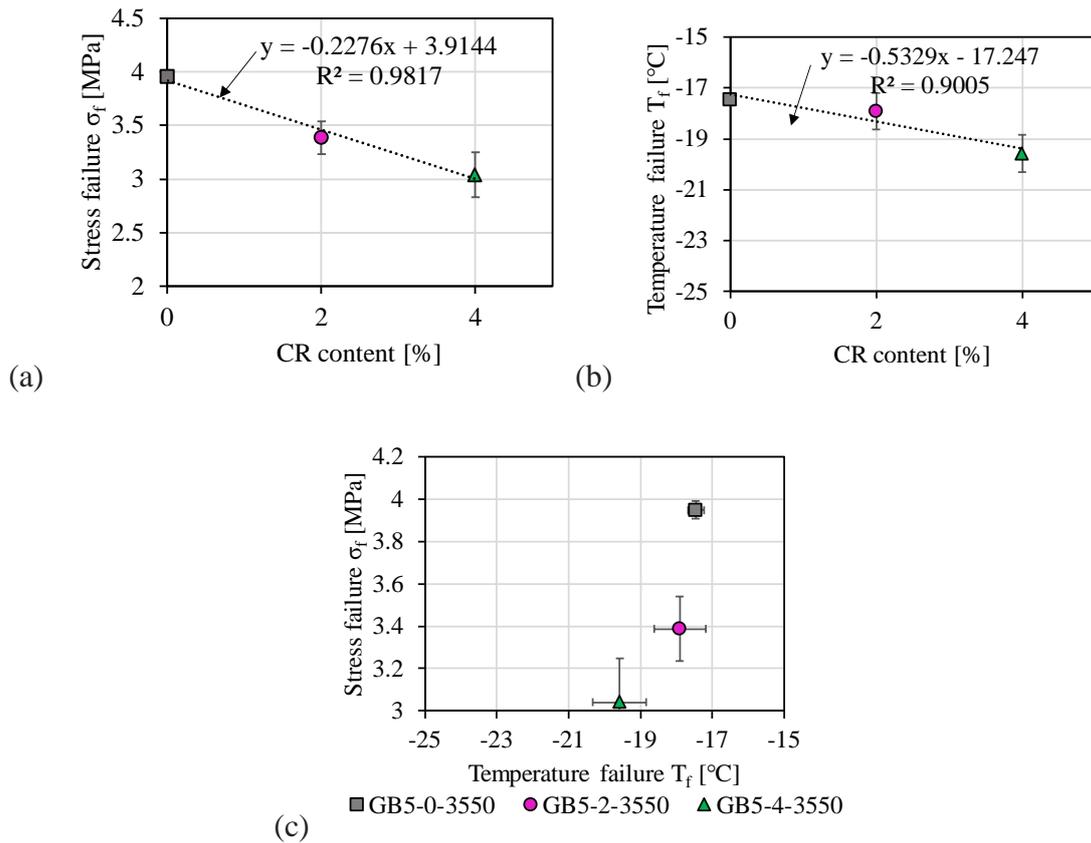


Figure 7-12 : Résultats des essais de TSRST menés sur les enrobés GB5-3550 (2 éprouvettes par matériau): (a) les contraintes à la rupture moyennes en fonction de la teneur en caoutchouc, (b) les températures à la rupture moyennes en fonction de la teneur en caoutchouc et (c) les contraintes à la rupture moyennes en fonction des températures à la rupture moyennes. Les barres d'erreurs correspondent aux écarts-types

La Figure 7-12 (a) et (b) présente respectivement la contrainte moyenne de rupture  $\sigma_f$  et la température moyenne à la rupture  $T_f$  en fonction de la teneur en granulat de caoutchouc des enrobés. Comme pour les enrobés GB5-SBS, une diminution linéaire des valeurs de la contrainte de rupture  $\sigma_f$  est observée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, avec un coefficient de corrélation  $R^2$  de 0,97. En effet, lorsque la rupture apparaît, on observe une diminution moyenne de la contrainte de 5,8 % pour chaque point de pourcentage de granulats ajoutés. L'ajout de caoutchouc dans le cas des enrobés contenant du bitume pur induit donc une diminution de la contrainte de rupture plus importante vis-à-vis de l'enrobé de référence que pour les enrobés contenant du bitume modifié aux polymères.

Bien que les enrobés de référence GB5-0-3550 et GB5-0-SBS présentent peu de différences de contrainte moyenne de rupture, l'enrobé GB5-2-3550 (resp. GB5-4-3550) présente une diminution de 9 % par rapport à l'enrobé GB5-2-SBS (resp. GB5-4-SBS).

Concernant la température moyenne de rupture, il est plus ardu de définir une tendance du fait de la dispersion des résultats obtenus pour l'enrobé de référence GB5-0-3550. Ainsi, en moyenne, peu de différences sont obtenues entre l'enrobé de référence GB5-0-3550 et l'enrobé GB5-2-3550 contenant 2% de caoutchouc. Cependant, avec 4% de caoutchouc, il est observé une nette diminution de la température à la rupture, avec une moyenne de 2,1 °C de moins obtenus par rapport à l'enrobé de référence GB5-0-3550.

Ainsi, comme pour l'enrobé GB5-SBS, il est montré que l'ajout de 4% de caoutchouc peut permettre à l'enrobé bitumineux de résister à des températures plus basses en maintenant une contrainte plus faible.

Concernant l'influence du type de liant, il est montré qu'il y a peu de différence de température moyenne à la rupture entre les enrobés de référence GB5-0-3550 et GB5-0-SBS mais que l'enrobé GB5-2-3550 (resp. GB5-4-3550) présente une diminution 2,3 °C (resp. 3,2 °C) par rapport à l'enrobé GB5-2-SBS (resp. GB5-4-SBS).

La Figure 7-12 (c) présente la contrainte de rupture moyenne  $\sigma_f$  en fonction de la température de rupture moyenne  $T_f$  pour chaque enrobé. Du fait de la dispersion de la température moyenne à la rupture obtenue pour l'enrobé GB5-0-3550, aucune tendance d'évolution n'est observée.

Concernant l'influence des teneurs en vides sur les résultats obtenus, comme pour les enrobés GB5-SBS, le nombre d'éprouvettes testées ne permet pas de pouvoir l'étudier.

Il est également possible de déterminer deux autres paramètres à partir des essais TSRST qui sont la pente d'évolution de la contrainte en fonction de la température lors de la phase linéaire et la température de transition (qui délimite cette zone linéaire à basse température). Pour cela, une régression linéaire est réalisée sur la partie linéaire de la courbe d'évolution de la contrainte en fonction de la température.

Les valeurs moyennes de ces paramètres pour chaque enrobé (2 ou 3 répétitions) sont présentés dans le Tableau 7-5. La pente d'évolution (en valeur absolue) et la température de transition diminuent avec l'ajout et l'augmentation de la quantité de caoutchouc dans l'enrobé, indépendamment du type de liant utilisé.

Il est également observé que les enrobés GB5-3550 présentent des pentes d'évolution plus faible et des températures de transition plus élevées que les enrobés GB5-SBS, à même teneur en caoutchouc.

Tableau 7-5 : Pentas d'évolution de la contrainte en fonction de la température lors de la phase linéaire et températures de transition des enrobés testés en TSRST (valeurs moyennes calculées pour les 2 ou 3 essais répétés pour chaque matériau)

Enrobés testés	Pente d'évolution de la contrainte en phase linéaire [MPa/°C]	Température de transition [°C]
GB5-0-SBS	-0,26	-12,4
GB5-2-SBS	-0,25	-13,7
GB5-4-SBS	-0,20	-14,2
GB5-0-3550	-0,29	-10,5
GB5-2-3550	-0,24	-12,0
GB5-4-3550	-0,19	-13,0

### 7.2.3 Etude des faciès de rupture

Comme pour les essais de traction directe, les faciès de rupture de quelques éprouvettes de GB5-3550 testées en TSRST ont été photographiés avec l'objectif d'étudier les zones de fragilité ayant entraîné la rupture.

Les photographies des éprouvettes GB5-0-3550-2-6, GB5-2-3550-2-5 et GB5-4-3550-2-6, sont présentées ci-dessous dans les figures 1-11 à 1-13. Le reste des photographies prises sont disponibles en annexe.

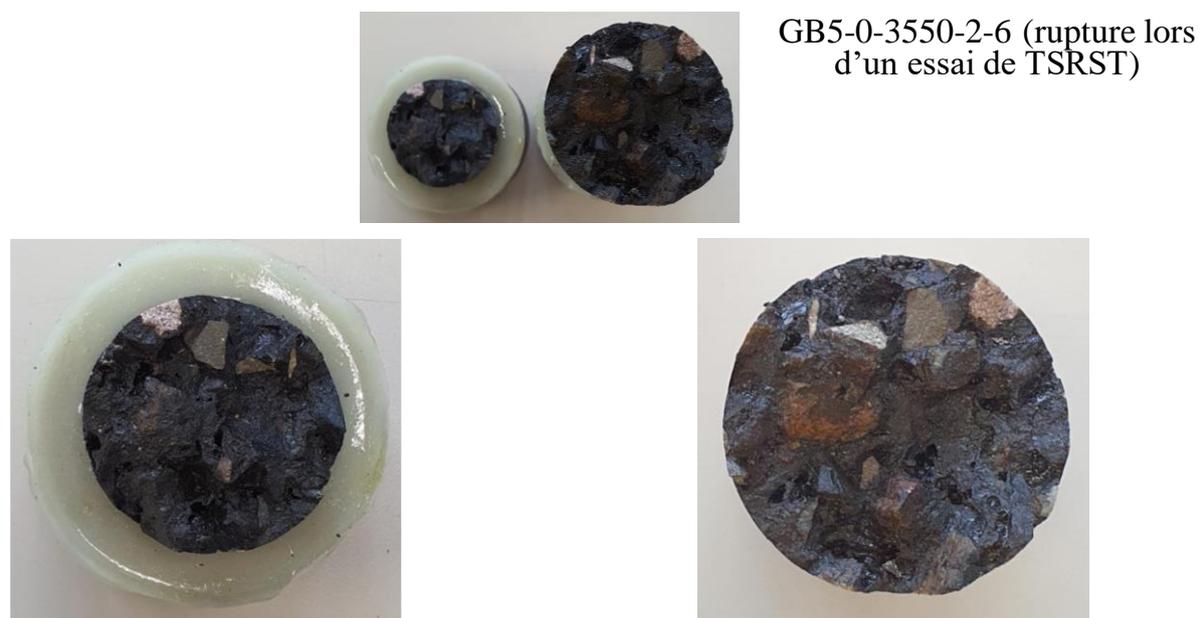


Figure 7-13 : Photographies des surfaces de rupture de l'éprouvette GB5-0-3550-2-6, testée en TSRST

GB5-2-3550-2-5 (rupture lors d'un essai de TSRST)



Figure 7-14 : Photographies des surfaces de rupture de l'éprouvette GB5-2-3550-2-5, testée en TSRST (les granulats de caoutchouc sont mis en évidence par un remplissage en rouge)

GB5-4-3550-2-6 (rupture lors d'un essai de TSRST)



Figure 7-15 : Photographies des surfaces de rupture de l'éprouvette GB5-4-3550-2-6, testée en TSRST (les granulats de caoutchouc sont mis en évidence par un remplissage en rouge)

Les mêmes conclusions que celles tirées des essais de traction directe peuvent être faites. Pour toutes les éprouvettes, les ruptures sont à la fois cohésives (rupture dans les grains) et adhésive (rupture à l'interface granulats/liant et rupture à l'interface granulats de caoutchouc et liant dans le cas des enrobés qui contiennent du caoutchouc). Une fois de plus, il n'a pas été observée de rupture dans les granulats de caoutchouc. Il est également observé que plus la quantité de caoutchouc augmente dans l'enrobé, plus de granulats de caoutchouc sont visibles à l'interface de rupture.

### **7.3 Conclusion du chapitre**

Ce chapitre présente les résultats des essais de traction directe menés à trois températures (5 °C, 10 °C et -15 °C) et des essais de TSRST réalisés sur les enrobés GB5-SBS et GB5-3550.

Les résultats obtenus ont montré que l'ajout de 2% de caoutchouc n'induit pas de changement significatif dans la résistance à la traction des enrobés GB5-SBS, pour les trois températures testées. Avec 4% de caoutchouc, il est cependant visible une diminution du pic de contrainte par rapport à l'enrobé de référence sur toutes les températures testées, et donc une diminution de la résistance à la traction. Concernant la déformation atteinte lors du pic de contrainte, il n'est pas observé de différences significatives entre les différents enrobés.

Pour les enrobés GB5-3550 testés en traction directe, l'ajout de caoutchouc entraîne, pour toutes les températures testées, une diminution du pic de contrainte. Similairement aux enrobés GB5-SBS, il n'est pas observé de différence significative de déformation atteinte lors du pic de contrainte entre les différents enrobés.

Concernant l'influence du type de liant utilisé, il est montré que les enrobés avec bitume modifié aux polymère SBS et contenant des granulats de caoutchouc présente de meilleurs résultats de résistance à la traction, à savoir un pic de contrainte supérieur. Cependant, aucune influence du type de bitume n'est observée quant aux déformations correspondantes aux pics de contrainte.

Quant aux résultats des essais de TSRST, il est observé que la contrainte est globalement plus faible tout au long de l'essai pour les enrobés contenant des granulats de caoutchouc par rapport au enrobé de référence sans granulats de caoutchouc et que cette tendance s'accroît avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. Ce résultat est indépendant du type de liant utilisé.

Pour les enrobés GB5-SBS et GB5-3550, une diminution linéaire des valeurs de la contrainte de rupture est observée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, par rapport au matériau de référence. Une diminution de la température moyenne de rupture est également

perceptible avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. Ce résultat montre que le caoutchouc peut permettre à l'enrobé bitumineux de résister à des températures plus basses en maintenant une contrainte plus faible. Il est également remarquable de constater l'évolution linéaire des données expérimentales avec la teneur en caoutchouc.

Concernant l'influence du type de liant, il n'y a pas de différences pour les enrobés sans caoutchouc. Cependant, les enrobés contenant du bitume modifié aux polymères présentent une température à la rupture plus faible que les enrobés avec bitume pur, pour une même teneur en caoutchouc. Ainsi, l'ajout de caoutchouc dans les enrobés améliore la résistance aux basses températures par rapport à un enrobé identique sans caoutchouc et l'utilisation d'un liant modifié aux polymères SBS permet d'obtenir des résultats encore meilleurs que dans le cas de l'utilisation d'un bitume pur.

Les faciès de rupture des éprouvettes ont été étudiés pour les enrobés GB5-3550. Pour toutes les éprouvettes, les ruptures sont à la fois cohésives (rupture dans les grains) et adhésive (rupture à l'interface granulats/liant et rupture à l'interface granulats de caoutchouc et liant dans le cas des enrobés qui contiennent du caoutchouc). Il n'a pas été observée de rupture dans les granulats de caoutchouc. Il est également observé que plus la quantité de caoutchouc augmente dans l'enrobé, plus il est visible de granulats de caoutchouc à l'interface de rupture.



## **8. Conclusion et perspectives de l'étude**

Ce chapitre présente les principales conclusions découlant des résultats présentés tout au long de ce mémoire de thèse.

### **Résumé des travaux réalisés**

Ce travail de thèse s'est concentré sur la caractérisation du comportement thermomécaniques d'enrobé bitumineux contenant du caoutchouc ajouté par voie sèche. Des enrobés avec granulats de caoutchouc ont été produits à partir de deux formules de référence GB5<sup>®</sup> sans caoutchouc contenant soit un bitume pur 35/50 soit un bitume modifié aux polymères SBS, le Biprène 43<sup>®</sup>. Deux teneurs en caoutchouc sont choisies : 2,0% et 4,0% en masse (sur la masse totale d'enrobé). Six enrobés différents et neuf éprouvettes en caoutchouc BR ont été fabriqués et testés. La formulation de ces enrobés a nécessité la réalisation de travaux de caractérisation et quantification des phénomènes d'interaction entre le liant bitumineux et les granulats de caoutchouc. Un grand nombre d'essais thermomécaniques ont été effectués. Les conclusions principales tirées à partir des analyses et modélisation réalisées sur les résultats expérimentaux obtenus sont présentées ci-dessous.

### **Caractérisation des interactions bitume/caoutchouc**

Trois types d'essais ont été menés pour évaluer les propriétés de gonflement et d'absorption des granulats de caoutchouc, afin d'anticiper les phénomènes pouvant se produire lors de la production d'enrobés bitumineux avec granulats de caoutchouc ajoutés par voie sèche.

Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Les potentiels d'absorption et gonflement des granulats de caoutchouc dans des huiles (huile aromatique et Oleoflux<sup>®</sup>) ont été déterminés par des essais d'immersion. Une augmentation des taux de gonflement et d'absorption des granulats de caoutchouc avec le temps d'immersion et la température a été observée. Les essais menés avec de l'Oleoflux<sup>®</sup> ont notamment montré des taux plus importants que pour les essais menés avec l'huile aromatique.
- La courbe granulométrique des granulats de caoutchouc ne montre pas de variations significatives avec la température (entre température ambiante et 130°C), ce qui laisse exclure des variations de volume de ces matériaux dues uniquement à leur dilatation thermique lors de la production des enrobés bitumineux.

- Les essais de gonflement réalisés par mélange des granulats de caoutchouc et du bitume n'ont pas permis de mettre en évidence des phénomènes de la même importance que ceux observés lors des essais d'immersion des granulats de caoutchouc dans les huiles.
- Aucune variation significative d'épaisseur n'a été observée pendant 7 jours pour la plaque d'enrobé bitumineux contenant 2% de caoutchouc.
- Concernant l'intégration des phénomènes d'absorption et gonflement, compte tenu des résultats obtenus des essais d'absorption et de gonflement réalisés et de l'estimation négligeable de la diminution de la teneur en liant, il a été décidé que l'ampleur des phénomènes en question ne nécessitait pas de modifier significativement la formulation des enrobés pour prendre en considération le gonflement et l'absorption. Les résultats obtenus des essais d'immersion dans l'huile aromatique ont permis d'orienter le choix de la granulométrie des granulats de caoutchouc : L'absorption des huiles étant proportionnelle à la surface spécifique du caoutchouc, une granulométrie élevée de 4-8 mm a été choisie afin de diminuer la surface spécifique et ainsi minimiser les phénomènes d'interaction.

### **Comportement viscoélastique linéaire**

Les résultats des essais de module complexe et Poisson complexe menés sur les enrobés de la thèse ont montré que :

- Le principe d'équivalence temps-température est validé pour tous les enrobés indépendamment de la teneur en caoutchouc ou du type de bitume utilisé. Ce résultat démontre que l'ajout de caoutchouc n'influe pas sur cette propriété classique des matériaux bitumineux.
- Globalement, l'ajout de granulats de caoutchouc dans les enrobés entraîne une diminution de la rigidité de ceux-ci (excepté à hautes températures/basses fréquences les enrobés avec bitume pur 35/50).
- Pour l'angle de phase du module complexe, des résultats similaires sont obtenus pour les enrobés avec du bitume modifié aux polymères SBS sur toute la gamme des températures/fréquences considérées, indépendamment de la teneur en caoutchouc.
- A hautes températures/basses fréquences, pour les enrobés avec bitume pur 35/50, les valeurs d'angle de phase décroissent avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc ;
- Toutes les données expérimentales de module complexe et coefficient de Poisson complexe, ont été modélisées correctement par le modèle analogique 2S2P1D.

- Les valeurs normalisées du module complexe et du coefficient de Poisson complexe des enrobés présentent une courbe unique entre les asymptotes élastiques, indépendamment de la teneur en caoutchouc. Ce résultat indique que les particules de caoutchouc se comportent comme des granulats et que la présence de caoutchouc n'entraîne pas des interactions avec le liant ayant une influence sur son comportement viscoélastique linéaire. Un des objectifs de l'incorporation de granulats de caoutchouc par la voie sèche est que le caoutchouc se comporte comme un granulat. Cet objectif est donc atteint dans le cas des enrobés avec granulats de caoutchouc de cette thèse.

La dissipation d'énergie a été étudiée à partir des données expérimentales pour les matériaux.

- Concernant les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS, l'ajout de caoutchouc entraîne une augmentation de l'énergie dissipée par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc.
- Concernant les enrobés avec bitume pur 35/50, l'ajout de caoutchouc entraîne une diminution de l'énergie dissipée par rapport à l'enrobé de référence sans granulats de caoutchouc.
- Les enrobés contenant du bitume pur 35/50 dissipent plus d'énergie que les enrobés contenant du bitume modifié aux polymères SBS. La différence devient moins importante lorsque la teneur en granulats de caoutchouc augmente.

La dissipation d'énergie a également été estimée pour une structure de chaussée simplifiée à l'aide du logiciel Comsol<sup>®</sup> utilisant les éléments finis.

- Pour une amplitude de contrainte constante, une augmentation de l'énergie dissipée est obtenue avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc pour les enrobés avec bitume modifié aux polymères SBS et une diminution de l'énergie dissipée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc pour les enrobés avec bitume pur 35/50.
- Pour une amplitude de déformation constante, une diminution de l'énergie dissipée est obtenue avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, pour tous les enrobés, indépendamment du type de liant.

Les essais de module complexe ont également été effectués sur une éprouvette en caoutchouc BR. Les conclusions suivantes ont été tirées :

- Le principe d'équivalence temps-température est validé pour le caoutchouc BR

- La norme du module complexe montre des valeurs d'environ quelques dizaines de MPa, extrêmement faibles par rapport aux valeurs obtenues pour les enrobés bitumineux.
- L'angle de phase du module complexe est constant et égal à  $6^\circ$ .
- Une version simplifiée du modèle 2S2P1D, composée de seulement deux ressorts et d'un élément parabolique, 2S1P (les constantes  $k$  et  $\delta$  ont été imposées égales à 0, tandis qu'une valeur extrêmement élevée a été choisie pour la constante  $\beta$ ), a été utilisée pour modéliser avec succès les données expérimentales.

### **Résultats des essais normalisés**

Cinq essais correspondant aux 4 niveaux de formulation en France ont été menés : Compactage à la PCG, mesure de la sensibilité à l'eau, orniérage, détermination du module de rigidité et fatigue.

- Les résultats ont montré que l'ajout de 2% et 4% de caoutchouc par voie sèche dans les enrobés GB5<sup>®</sup> permet d'obtenir des propriétés tout à fait satisfaisantes au regard des normes françaises de mise en œuvre des enrobés en infrastructure routière.
- De manière général, l'ajout de caoutchouc entraîne une légère diminution des performances par rapport aux enrobés de référence sans caoutchouc. Cependant, les valeurs obtenues sont comparables à celles attendues des Enrobés à Module Elevé classe 2 (excepté pour le module de rigidité) et des Graves Bitumes (catégorie 4 ou 3).

### **Etude en grandes déformations et à la rupture**

Les conclusions suivantes ont été tirées des essais de tractions directes menés sur les enrobés de la thèse :

- L'ajout de 2% de caoutchouc n'induit pas de changement significatif dans la résistance à la traction des enrobés GB5-SBS, pour les trois températures testées.
- Avec 4% de caoutchouc, il est cependant visible une diminution du pic de contrainte par rapport à l'enrobé de référence sur toutes les températures testées, et donc une diminution de la résistance à la traction.
- Pour les enrobés GB5-3550 testés en traction directe, l'ajout de caoutchouc entraîne, pour toutes les températures testées, une diminution du pic de contrainte.
- Concernant la déformation atteinte lors du pic de contrainte, il n'est pas observé de différences significatives entre les différents enrobés.

- Concernant l'influence du type de liant utilisé, il est montré que les enrobés avec bitume modifié aux polymère SBS et contenant des granulats de caoutchouc présentent de meilleurs résultats de résistance à la traction, à savoir un pic de contrainte supérieure. Cependant, aucune influence du type de bitume n'est observée quant aux déformations correspondantes aux pics de contraintes.

Les conclusions suivantes ont été tirées des essais de TSRST menés sur les enrobés de la thèse :

- La contrainte est globalement plus faible tout au long de l'essai pour les enrobés contenant des granulats de caoutchouc par rapport au enrobé de référence sans granulats de caoutchouc et cette tendance s'accroît avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. Ce résultat est indépendant du type de liant utilisé.
- Pour tous les enrobés, une diminution linéaire des valeurs de la contrainte de rupture est observée avec l'augmentation de la teneur en granulats de caoutchouc, par rapport au matériau de référence.
- Pour tous les enrobés, une diminution de la température moyenne de rupture est également perceptible avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc. L'ajout de caoutchouc permet donc à l'enrobé bitumineux de résister à des températures plus basses en maintenant une contrainte plus faible.
- Concernant l'influence du type de liant, les enrobés contenant du bitume modifié aux polymères présentent une température à la rupture plus faible que les enrobés avec bitume pur, pour une même teneur en caoutchouc. Ainsi, l'ajout de caoutchouc dans les enrobés améliore la résistance aux basses températures par rapport à un enrobé identique sans caoutchouc et l'utilisation d'un liant modifié aux polymères SBS permet d'obtenir des résultats encore meilleurs que dans le cas de l'utilisation d'un bitume pur.
- Les faciès de rupture des éprouvettes ont été étudiés pour les enrobés GB5-3550. Pour toutes les éprouvettes, les ruptures sont à la fois cohésives (rupture dans les grains) et adhésives (rupture à l'interface entre granulats et liant). Dans les enrobés avec granulats de caoutchouc, la rupture intervient à toutes les interfaces (granulats minéraux/liant et granulats de caoutchouc/liant). Il n'a pas été observé de rupture cohésive dans les granulats de caoutchouc. Il est également observé que plus la quantité de caoutchouc augmente dans l'enrobé, plus il est visible de rupture à l'interface granulats de caoutchouc/liant. Ce résultat suggère des propriétés d'adhésion des granulats de caoutchouc au liant plus faible que pour les granulats minéraux.

## **Perspectives de l'étude**

Durant ce travail de thèse, le grand nombre d'essais réalisés a permis d'étudier l'influence de l'ajout de caoutchouc sur le comportement thermomécanique des enrobés ainsi que la faisabilité de mise en œuvre in situ. Cependant, la durabilité de ces enrobés n'a pas été étudiée et mériterait une attention particulière. Des essais de vieillissement en laboratoire sont donc envisageables. La réalisation sur des éprouvettes vieilles des essais menés au cours de cette thèse permettrait de comparer les résultats avec ceux obtenus sur les éprouvettes non vieilles, et donc de discuter de l'influence de l'ajout de caoutchouc sur la résistance aux vieillissement des enrobés.

Les travaux réalisés durant cette thèse ont été uniquement menés en laboratoire. Il serait également intéressant d'étendre cette étude en réalisant une planche expérimentale. En particulier, l'étude des dissipations d'énergie nécessiterait la réalisation d'essais à échelle réelle, et permettrait d'obtenir les propriétés dissipatives des enrobés avec granulats de caoutchouc, pour des applications possibles, entre autres, en infrastructures ferroviaires.

Des tendances prometteuses ont été obtenues vis-à-vis de l'influence combinée des teneurs en vides et des teneurs en caoutchouc sur les résultats de module complexe. Une étude statistique permettrait de comprendre la part de l'influence de chacun sur le comportement des enrobés. Pour cela, il serait nécessaire de réaliser un plus grand nombre d'essais, en choisissant soigneusement les teneurs en vides des éprouvettes.

Enfin, l'étude des faciès de rupture des éprouvettes testées traction directe soulève des questionnements vis-à-vis des propriétés d'adhésion des granulats de caoutchouc au liant. Ces propriétés pourraient être étudiées, afin d'évaluer l'influence de l'adhésion granulats de caoutchouc/liant sur la résistance en traction.



# Références bibliographiques

- Abdul Hassan, N., Airey, G. D., Md. Yusoff, N. I., Hainin, M. R., Putrajaya, R., Abdullah, M. E., & A. Aziz, Md. M. (2015). Microstructural characterisation of dry mixed rubberised asphalt mixtures. *Construction and Building Materials*, 82, 173–183.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.02.015>
- Abdul Hassan, N., Airey, G. D., Putra Jaya, R., Mashros, N., & A. Aziz, Md. M. (2014a). A Review of Crumb Rubber Modification in Dry Mixed Rubberised Asphalt Mixtures. *Jurnal Teknologi*, 70(4). <https://doi.org/10.11113/jt.v70.3501>
- Abdul Hassan, N., Airey, G. D., Putra Jaya, R., Mashros, N., & A. Aziz, Md. M. (2014b). A Review of Crumb Rubber Modification in Dry Mixed Rubberised Asphalt Mixtures. *Jurnal Teknologi*, 70(4). <https://doi.org/10.11113/jt.v70.3501>
- AFNOR. (2007). *NF EN 13108-1*.
- AFNOR. (2007). *NF EN 13108-1*.
- AFNOR. (2010). *NF P98-150-1*.
- AFNOR. (2015). *NF EN 12593*.
- AFNOR. (2017). *NF EN 12697-35*.
- AFNOR. (2018a). *NF EN 1426*.
- AFNOR. (2018). *NF EN 1427*.
- AFNOR. (2018b). *NF EN 12697-12*.
- AFNOR. (2018c). *NF EN 12697-24*.
- AFNOR. (2018d). *NF EN 12697-26*.
- AFNOR. (2019). *NF EN 12697-31*.
- AFNOR. (2019). *NF EN 12697-33*.
- AFNOR. (2020). *NF EN 12697-22*.

- Airey, G. D. (1999). Dynamic shear rheometry, fluorescent microscopy, physical and chemical evaluation of polymer modified bitumens. *In Proceedings of the 7th Conference on Asphalt Pavements for Southern Africa (CAPSA '99)*.
- Airey, G. D. (2017). *Viscosity, stiffness and deformation of bituminous materials*. 218–223.
- Airey, G. D., & Rahimzadeh, B. (2004). Combined bituminous binder and mixture linear rheological properties. *Construction and Building Materials*, 18(7), 535–548.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2004.04.008>
- Airey, G. D., Rahman, M. M., & Collop, A. C. (2003). Absorption of Bitumen into Crumb Rubber Using the Basket Drainage Method. *International Journal of Pavement Engineering*, 4(2), 105–119.  
<https://doi.org/10.1080/1029843032000158879>
- Bressi, S., Fiorentini, N., Huang, J., & Losa, M. (2019). Crumb Rubber Modifier in Road Asphalt Pavements: State of the Art and Statistics. *Coatings*, 9(6), 384.  
<https://doi.org/10.3390/coatings9060384>
- Burmister. (126 C.E.). The theory of stresses and displacements in layered systems and applications of the design of airport run ways,. *Proceedings of the Highway Research Board*, 23, 126–148.
- Caltrans. (2006). *Asphalt Rubber Usage Guide*. S.I.: State of California Department of Transportation, Materials Engineering and Testing Services.
- Cao, W. (2007). Study on properties of recycled tire rubber modified asphalt mixtures using dry process. *Construction and Building Materials*, 21(5), 1011–1015.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.02.004>
- Chen, S., Adhikari, S., & You, Z. (2019). Relationship of Coefficient of Permeability, Porosity, and Air Voids in Fine-Graded HMA. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 31(1), 04018359.  
[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002573](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002573)
- Cheriet, F., Carter, A., & Haddadi, S. (2020). Rheological and Chemical Properties of Bitumen Modified With Crumb Rubber in the Dry Process. *Canadian Journal of Civil Engineering*, cjce-2019-0206. <https://doi.org/10.1139/cjce-2019-0206>

- Coïc, A. (2006). La grande aventure du caoutchouc en Amazonie. *BOIS & FORETS DES TROPIQUES*, 61–66.
- Corté, J.-F., & Di Benedetto, H. (2004). *Matériaux routiers bitumineux* (Hermès science publications, Vol. 2).
- David C. Esh. (1982). *Construction and Benefits of Rubber-Modified Asphalt Pavements* [Report to Transportation Research Board].
- De Zélicourt, Y. (2015). *Caoutchoucs: Méthodes d'obtention et propriétés—Plastiques et Composites-Réfi ti100*.
- Delaporte, B., Di Benedetto, H., Chaverot, P., & Gauthier, G. (2009). Linear Viscoelastic Properties of Bituminous Materials Including New Products Made with Ultrafine Particles. *Road Materials and Pavement Design*, 10(1), 7–38. <https://doi.org/10.1080/14680629.2009.9690180>
- Delorme, de la Roche, & Wendling. (2007). *LPC Bituminous Mixtures Design Guide—The RST Working Group "Design of bituminous mixtures "*.
- Di Benedetto, H. (1990). Nouvelle approche du comportement des enrobés bitumineux: Résultats expérimentaux et formulation rhéologique. *Proceedings of the Fourth RILEM Symposium*.
- Di Benedetto, H., & Corté, J.-F. (2005). *Matériaux routiers bitumineux: Constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges* (Hermès science publications, Vol. 1).
- Di Benedetto, H., & de la Roche, C. (1998). *State of the Art of Stiffness Modulus and Fatigue of Bituminous Mixtures*. 137–180.
- Di Benedetto, H., Delaporte, B., & Sauzéat, C. (2007). Three-Dimensional Linear Behavior of Bituminous Materials: Experiments and Modeling. *International Journal of Geomechanics*, 7(2), 149–157. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)1532-3641\(2007\)7:2\(149\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)1532-3641(2007)7:2(149))
- Di Benedetto, H., Gabet, T., Grenfell, J., Perraton, D., Sauzéat, C., & Bodin, D. (2013). Mechanical Testing of Bituminous Mixtures. In M. N. Partl, H. U. Bahia, F. Canestrari, C. de la Roche, H. Di Benedetto, H. Piber, & D. Sybilski (Eds.), *Advances in Interlaboratory Testing and Evaluation*

- of Bituminous Materials* (Vol. 9, pp. 143–256). Springer Netherlands.  
[https://doi.org/10.1007/978-94-007-5104-0\\_4](https://doi.org/10.1007/978-94-007-5104-0_4)
- Di Benedetto, H., Olard, F., Sauzéat, C., & Delaporte, B. (2004a). Linear viscoelastic behaviour of bituminous materials: From binders to mixes. *Road Materials and Pavement Design*, 5(sup1), 163–202. <https://doi.org/10.1080/14680629.2004.9689992>
- Di Benedetto, H., Olard, F., Sauzéat, C., & Delaporte, B. (2004b). Linear viscoelastic behaviour of bituminous materials: From binders to mixes. *Road Materials and Pavement Design*, 5(sup1), 163–202. <https://doi.org/10.1080/14680629.2004.9689992>
- Dong, D., Huang, X., Li, X., & Zhang, L. (2012). Swelling process of rubber in asphalt and its effect on the structure and properties of rubber and asphalt. *Construction and Building Materials*, 29, 316–322. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.10.021>
- Duriez, M. (1962). *Nouveau traité de matériaux de construction*.
- Epps, J. A. (1994). *Uses of Recycled Rubber Tires in Highways—Synthesis of Highway Practice 198*.
- ETRMA. (2016). *End-of-life-tyre report*.
- Farouk, A. I. B., Hassan, N. A., Mahmud, M. Z. H., Mirza, J., Jaya, R. P., Hainin, M. R., Yaacob, H., & Yusoff, N. I. Md. (2017). Effects of mixture design variables on rubber–bitumen interaction: Properties of dry mixed rubberized asphalt mixture. *Materials and Structures*, 50(1).  
<https://doi.org/10.1617/s11527-016-0932-3>
- Hanson, Epps, & Hicks. (1996). *CONSTRUCTION GUIDELINES FOR CRUMB RUBBER MODIFIED HOT MIX ASPHALT* (Publication No. DTFH61-94-C-00035).
- Haopeng Wang, Apostolidis, P., Xueyan Liu, Erkens, S., & Scarpas, T. (2019). Study of Crumb Rubber Swelling in Bitumen with the Finite Element Method. *Unpublished*.  
<https://doi.org/10.13140/rg.2.2.20249.26722>
- Hassn, A., Aboufoul, M., Wu, Y., Dawson, A., & Garcia, A. (2016). Effect of air voids content on thermal properties of asphalt mixtures. *Construction and Building Materials*, 115, 327–335.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.106>

- Huang, J., & Sun, Y. (2020). Viscoelastic Analysis of the Damping Asphalt Mixtures (DAMs) Made with a High Content of Asphalt Rubber (AR). *Advances in Civil Engineering*, 2020, 1–12.  
<https://doi.org/10.1155/2020/8826926>
- Huet, C. (1963). *Etude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbons*. 6.
- IV. On the dynamical theory of gases. (1867, December 31). *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 49–88.
- Janin, C. (2017). *Caoutchouc naturel—Plastiques et Composites- Réf ti100*.
- J.H.M Pinheiro, & Soares, J. B. (2003). *The effect of crumb rubber gradation and binder-rubber interaction time on the asphalt-rubber mixture (dry process)*. 707–718.
- Kocak, S., & Kutay, M. E. (2017). Use of crumb rubber in lieu of binder grade bumping for mixtures with high percentage of reclaimed asphalt pavement. *Road Materials and Pavement Design*, 18(1), 116–129. <https://doi.org/10.1080/14680629.2016.1142466>
- Kök, B. V., Yılmaz, M., & Geçkil, A. (2013). Evaluation of Low-Temperature and Elastic Properties of Crumb Rubber– and SBS-Modified Bitumen and Mixtures. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 25(2), 257–265. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000590](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000590)
- Lo Presti, D. (2013). Recycled Tyre Rubber Modified Bitumens for road asphalt mixtures: A literature review. *Construction and Building Materials*, 49, 863–881.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.007>
- López-Moro, F. J., Moro, M. C., Hernández-Olivares, F., Witoszek-Schultz, B., & Alonso-Fernández, M. (2013). Microscopic analysis of the interaction between crumb rubber and bitumen in asphalt mixtures using the dry process. *Construction and Building Materials*, 48, 691–699.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.041>
- Mahmoudi, Y., Mangiafico, S., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., Pouget, S., & Faure, J.-P. (2020). Influence of Crumb Rubber Added by Dry Process on Linear Viscoelastic Properties and Tensile Strength of Bituminous Mixtures. In M. Pasetto, M. N. Partl, & G. Tebaldi (Eds.),

- Proceedings of the 5th International Symposium on Asphalt Pavements & Environment (APE)* (Vol. 48, pp. 174–182). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-29779-4\\_17](https://doi.org/10.1007/978-3-030-29779-4_17)
- Mangiafico, S. (2014). *Linear viscoelastic properties and fatigue of bituminous mixtures produced with Reclaimed Asphalt Pavement and corresponding binder blends*. ENTPE/Université de Lyon.
- Mangiafico, S., Babadopulos, L. F. A. L., Sauzéat, C., & Di Benedetto, H. (2018). Nonlinearity of bituminous mixtures. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 22(1), 29–49. <https://doi.org/10.1007/s11043-017-9350-3>
- Mangiafico, S., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., Pouget, S., Olard, F., & Planque, L. (2016). Prediction of LVE Behavior of Mixtures Containing RAP from Properties of Base Constituents. *Transportation Research Procedia*, 14, 3552–3561. <https://doi.org/10.1016/j.trpro.2016.05.328>
- Mangiafico, S., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., Pouget, S., Olard, F., & Planque, L. (2017). Complex modulus and fatigue performances of bituminous mixtures with reclaimed asphalt pavement and a recycling agent of vegetable origin. *Road Materials and Pavement Design*, 18(2), 315–330. <https://doi.org/10.1080/14680629.2016.1213509>
- R.543-137 et suivants du code de l'environnement*, (2015) (testimony of MINISTERE DE LA TRANSITION ECOLOGIQUE. Articles).
- Décret n° 2015-1003 relatif à la gestion des déchets de pneumatiques*, (2015) (testimony of MINISTERE DE LA TRANSITION ECOLOGIQUE ET SOLIDAIRE).
- Moreno, F., Rubio, M. C., & Martinez-Echevarria, M. J. (2012). The mechanical performance of dry-process crumb rubber modified hot bituminous mixes: The influence of digestion time and crumb rubber percentage. *Construction and Building Materials*, 26(1), 466–474. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.06.046>
- Moreno-Navarro, F., Rubio-Gámez, M. C., & Jiménez Del Barco-Carrión, A. (2015). TIRE CRUMB RUBBER EFFECT ON HOT BITUMINOUS MIXTURES FATIGUE-CRACKING BEHAVIOUR. *JOURNAL*

OF CIVIL ENGINEERING AND MANAGEMENT, 22(1), 65–72.

<https://doi.org/10.3846/13923730.2014.897982>

NF EN 12697-46 février 2020- Mélanges bitumineux—Méthodes d’essai—Partie 46: Fissuration et propriétés à basse température par des essais de traction uniaxiale.

Nguyen, Q. T., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., & Tapsoba, N. (2013). Time Temperature Superposition Principle Validation for Bituminous Mixes in the Linear and Nonlinear Domains. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 25(9), 1181–1188. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000658](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000658)

Nguyen, Q. T., Nguyen, M. L., Benedetto, H. D., Sauzéat, C., Chailleux, E., & Hoang, T. T. N. (2019). Nonlinearity of bituminous materials for small amplitude cyclic loadings. *Road Materials and Pavement Design*, 20(7), 1571–1585. <https://doi.org/10.1080/14680629.2018.1465452>

Olard, F. (2003). *COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE DES ENROBÉS BITUMINEUX À BASSES TEMPÉRATURES* [Mécanique [physics.med-ph]].

Olard, F. (2012). GB5 mix design: High-performance and cost-effective asphalt concretes by use of gap-graded curves and SBS modified bitumens. *Road Materials and Pavement Design*, 13(sup1), 234–259. <https://doi.org/10.1080/14680629.2012.657074>

Olard, F., & Di Benedetto, H. (2003). General 2S2P1D Model and Relation Between the Linear Viscoelastic Behaviours of Bituminous Binders and Mixes. *Road Materials and Pavement Design*, 4(2), 185–224. <https://doi.org/10.3166/rmpd.4.185-224>

Paje, S. E., Bueno, M., Terán, F., Miró, R., Pérez-Jiménez, F., & Martínez, A. H. (2010). Acoustic field evaluation of asphalt mixtures with crumb rubber. *Applied Acoustics*, 71(6), 578–582. <https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2009.12.003>

Pedraza, A., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., & Pouget, S. (2022). Properties at Low Temperatures of Asphalt Mixes Containing High Content of Multi-recycled RAP. *Journal of Testing and Evaluation*, 50(2), 20210209. <https://doi.org/10.1520/JTE20210209>

- Peralta, J., Silva, H. M. R. D., Machado, A. V., Pais, J., Pereira, P. A. A., & Sousa, J. B. (2010). Changes in Rubber Due to its Interaction with Bitumen when Producing Asphalt Rubber. *Road Materials and Pavement Design*, 11(4), 1009–1031. <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690317>
- Perraton, D., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Hofko, B., Graziani, A., Nguyen, Q. T., Pouget, S., Poulidakos, L. D., Tapsoba, N., & Grenfell, J. (2016). 3Dim experimental investigation of linear viscoelastic properties of bituminous mixtures. *Materials and Structures*, 49(11), 4813–4829. <https://doi.org/10.1617/s11527-016-0827-3>
- Pettinari, M., & Simone, A. (2015). Effect of crumb rubber gradation on a rubberized cold recycled mixture for road pavements. *Materials & Design*, 85, 598–606. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.139>
- Picado-Santos, L. G., Capitão, S. D., & Dias, J. L. F. (2019). Crumb rubber asphalt mixtures by dry process: Assessment after eight years of use on a low/medium trafficked pavement. *Construction and Building Materials*, 215, 9–21. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.129>
- Poiseuille, J.-L.-M. (1840). Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètres. *Comptes Rendus Des Séances de l'Académie Des Sciences*, 1041–1048.
- Pouget, S., Sauzéat, C., Benedetto, H. D., & Olard, F. (2012). Viscous Energy Dissipation in Asphalt Pavement Structures and Implication for Vehicle Fuel Consumption. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 24(5), 568–576. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000414](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000414)
- Pszczola, M., Jaczewski, M., Szydłowski, C., Judycki, J., & Dołycki, B. (2017). Evaluation of Low Temperature Properties of Rubberized Asphalt Mixtures. *Procedia Engineering*, 172, 897–904. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.02.098>
- Ramirez Cardona, D. A., Pouget, S., Di Benedetto, H., & Olard, F. (2015). Viscoelastic Behaviour Characterization of a Gap-graded Asphalt Mixture with SBS Polymer Modified Bitumen. *Materials Research*, 18(2), 373–381. <https://doi.org/10.1590/1516-1439.332214>

- Ramirez Cardona, D., Pouget, S., Di Benedetto, H., & Olard, F. (2021). Influence of Air Void Content and Loading Frequency on Fatigue Test Results of Bituminous Mixtures. *Journal of Transportation Engineering, Part B: Pavements*, 147(4), 04021059.  
<https://doi.org/10.1061/JPEODX.0000291>
- Riekstins, A., Baumanis, J., & Barbars, J. (2021). Laboratory investigation of crumb rubber in dense graded asphalt by wet and dry processes. *Construction and Building Materials*, 292, 123459.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123459>
- Salençon, J. (2009). *Viscoélasticité pour le calcul des structures* (Ecole Polytechnique).
- Sayegh. (1965). *Variations des modules de quelques bitumes purs et enrobés bitumineux [Modulus variations of some pure bitumens and bituminous mixtures]*. Université de Paris.
- Schwarzl, F., & Staverman, A. J. (1952). Time-Temperature Dependence of Linear Viscoelastic Behavior. *Journal of Applied Physics*, 23(8), 838–843. <https://doi.org/10.1063/1.1702316>
- Sebaaly, P. E., Gopal, V. T., & Epps, J. A. (2003). Low Temperature Properties of Crumb Rubber Modified Binders. *Road Materials and Pavement Design*, 4(1), 29–49.  
<https://doi.org/10.1080/14680629.2003.9689939>
- Serratrice, J.-F., & Soyeux, B. (199 C.E., July). Les essais de gonflement. *BULLETIN DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSÉES*, 204, 65–85.
- SETRA. (1994). *Conception et dimensionnement des structures de chaussées. Guide technique*.
- Shen, J., Li, B., & Xie, Z. (2017). Interaction between crumb rubber modifier (CRM) and asphalt binder in dry process. *Construction and Building Materials*, 149, 202–206.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.191>
- Takallou, H. (1988). *Development of improved mix and construction guidelines for rubber modified asphalt mixtures*.
- Tapsoba, N. (2012). *Comportement des enrobés bitumineux à base de matériaux recyclés et/ou fabriqués à température réduite*. ENTPE/Université de Lyon.

- Tapsoba, N., Baaj, H., Sauzéat, C., Di Benedetto, H., & Ech, M. (2016). 3D Analysis and Modelling of Thermal Stress Restrained Specimen Test (TSRST) on Asphalt Mixes with RAP and Roofing Shingles. *Construction and Building Materials*, 120, 393–402.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.092>
- Tapsoba, N., Sauzéat, C., Benedetto, H., Baaj, H., & Ech, M. (2012). Low-Temperature Cracking of Recycled Asphalt Mixtures. In A. Scarpas, N. Kringos, I. Al-Qadi, & L. A. (Eds.), *7th RILEM International Conference on Cracking in Pavements* (pp. 1261–1270). Springer Netherlands.  
[https://doi.org/10.1007/978-94-007-4566-7\\_120](https://doi.org/10.1007/978-94-007-4566-7_120)
- Tran, D. T. (2020). *Endommagement des enrobés bitumineux soumis à des cycles de gel/dégel*. ENTPE/Université de Lyon.
- Wang, H., Apostolidis, P., Xueyan, L., & Scarpas, T. (2018). *Modeling of Rubber Swelling in Bituminous Binders*.
- Wang, H., Liu, X., Apostolidis, P., Erkens, S., & Scarpas, T. (2019). Numerical investigation of rubber swelling in bitumen. *Construction and Building Materials*, 214, 506–515.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.144>
- Williams, M. L., Landel, R. F., & Ferry, J. D. (1955). The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 77(14), 3701–3707. <https://doi.org/10.1021/ja01619a008>
- Xie, Z., & Shen, J. (2016). Performance properties of rubberized stone matrix asphalt mixtures produced through different processes. *Construction and Building Materials*, 104, 230–234.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.063>

