



UNIVERSITE  
Abdelhamid Ibn Badis  
MOSTAGANEM

**UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS MOSTAGANEM**  
**FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE**  
**DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES**

N° D'ORDRE : M.... /2011

# **MEMOIRE**

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MAGISTER

**SPECIALITE:** Génie des procédés

**Option :** Elaboration et valorisation des matériaux

Par

**MOKHTAR DJAMILA**

## **VALORISATION DU BITUME ALGERIEN**

Soutenu le 03/05/2012 devant la commission d'examen: à 11 H 00

M. DJENNAD	Maître de Conférences	Université de Mostaganem	Président
A. CHOUIAH	Maître de Conférences	Université de Mostaganem	Examinateur
A. FEDDAG	Maître de Conférences	Université de Mostaganem	Examinateur
A. BENEDDRA	Maître de Conférences	Université de Mostaganem	Directeur de mémoire

## **Remerciement**

*Arrivé au bout de ce travail effectué au sein des laboratoires de la raffinerie d'Arzew et des travaux publics du port de Mostaganem. je tiens à exprimer ma sincère reconnaissance à l'ensemble des personnes qui m'ont permis de le mener à terme.*

*Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse Mr. Beneddra, de m'avoir intégré à son équipe au sein du laboratoire, pour m'avoir mis le pied à l'étrier pour toutes les parties de ce travail, de m'avoir fait bénéficier aussi bien de ses conseils et compétences scientifiques que ses qualités humaines, et me donner toute l'autonomie nécessaire pour mener à bien ce projet et sans qui ce manuscrit ne serait pas ce qu'il est, ainsi pour ses réponses à mes nombreuses « petites questions ». Merci à ma sœur amis et Co-encadreur Medjahdi Malika, que dieu l'accepte dans son paradis.*

*J'adresse ma profonde reconnaissance à **Monsieur Feddag Ahmed, Chouiah Abdelkader et Djanned M'hamed**, pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de bien vouloir participer à ce jury de soutenance.*

*Sans oublier mes collègues du magister surtout Meriem, j'ai beaucoup apprécié leur joie de vivre, les nombreuses pauses et discussions notamment leur soutien. Ces deux années sont pour moi inoubliables.*

*Je ne saurais exprimer tout l'amour et la reconnaissance que j'ai pour mes parents, mes frères, et mes sœurs, pour la Paine qui l'ont pris pour moi, ainsi que le soutien qu'ils m'ont apporté, pour m'avoir donné leurs moyens, leur patience et sacrifice depuis le début de réaliser mon devoir et ma passion.*

*Enfin un merci affectueux à mon marie **HOUARI** qui est le pilier indispensable de ma vie.*

*A mon père*

*A ma mère*

*A mes frères*

*A tous ceux qui me sont chers*

*Je dédie ce modeste travail*

*« Il est plus difficile sans doute, mais il est peut-être plus courageux, et il est coup sûr plus juste, d'essayer de comprendre, avant de juger »*

*Paul van TIEGHEM*

## ***Résumé :***

Le pétrole algérien est un pétrole léger dont le résidu de la distillation atmosphérique ne peut donner un bitume qui répond aux spécifications internationales. L'Algérie y est obligée jusqu'à l'heure actuelle d'importer du brut réduit pour remédier à ce problème.

La durabilité et les performances des chaussées dépendent principalement des matériaux dont les caractéristiques ne sont pas constantes, mais évoluent avec le temps comme toutes autres substances organiques. Ils sont soumis à des changements notables dus aux conditions environnementales durant leurs différentes phases d'utilisation.

Les bitumes sont soumis, en effet à des phénomènes de vieillissement qui entraînent des modifications de leurs paramètres mécaniques et rhéologiques et de leur structure chimique. Dans le but de prédire l'évolution de leurs propriétés, aussi précisément que possible de quelques types de tests tels que la pénétrabilité, point de ramollissement, point d'éclair, viscosité, ductilité, densité de bitumes routiers purs et modifiés afin de mieux comprendre le comportement du revêtement dans les conditions réelles d'exploitation des chaussées.

A cet effet, des essais classiques et rhéologiques ont été effectués sur trois bitumes, un bitume pur (bitume témoin) et deux bitumes modifiés dans les laboratoires de la raffinerie d'Arzew et des travaux publics du port de Mostaganem.

Les essais rhéologiques effectués sur un rhéomètre en mode dynamique ont montré que le comportement des bitumes varie considérablement avec la concentration et la nature des additifs utilisés.

***Mots clés :*** bitumes, pénétrabilité, ramollissement, ductilité, viscosité.

Résumé .....	01
Liste des tables .....	02
Liste des figures.....	03
Abréviations .....	05
Introduction générale	
Contenu de mémoire .....	08

## **Partie théorique**

### Chapitre I : Présentation de la raffinerie d'Arzew.

I. Le raffinage du pétrole.....	09
II. La raffinerie d'Arzew.....	09
II.1 Historique.....	09
II.2 L'objectif.....	09
II.3 Capacité de traitement.....	10
II.4 Les principales zones du complexe.....	10
II.5 Capacité annuelle de production.....	13
III. La zone 10 production des bitumes.....	14
-Production des bitumes.....	14
IV. L'unité 14 : le procédé de distillation sous vide.....	14
- Le procédé d'obtention du bitume routier .....	15

### Chapitre II : Généralités sur les bitumes.

Introduction.....	18
I. Les bitumes.....	18
I.1 Définition et origine des bitumes.....	18
I.2 Procédés industrielles de Fabrication des bitumes.....	20
I.3 Composition et caractérisation physico-chimique.....	22
I.3.a. composition.....	22

I.2.b Caractérisation chimique des quatre grandes familles de constituants du bitume .....	24
II. Modélisation de la structure du bitume.....	30
II.1 Association des asphaltènes au sein des bitumes.....	30
II.2 Nature colloïdale des bitumes.....	33
II.3 Influence de la composition du bitume et de la température sur sa structure « colloïdale ».....	35
II.3.a Structure de type SOL.....	35
II.3.b Structure de type GEL.....	35
II.3.c Structure de type SOL-GEL.....	36
III. Propriétés générales du bitume.....	38
III.1 Les caractéristiques physiques.....	39
III.1.a La mesure de pénétrabilité.....	39
III.1.b La Température de ramollissement Bille et Anneau (TBA).....	39
III.1.c Point d'éclair .....	40
III.1.d La densité .....	40
III.1.e Ductilité.....	41
III.2 Les caractéristiques chimiques .....	41
III.3 Les caractéristiques mécaniques .....	43
III.4 Relations entre composition chimique et rhéologie.....	43
III.5 L'influence des paramètres de production sur la qualité des bitumes....	44
III.5.a La qualité de la charge.....	44
III.5.b La température de soufflage.....	45
III.5.c Le vide appliqué.....	45
III.5.d La température de flash.....	46
III.5.e Le débit d'air.....	46
III .6 Les produits bitumineux.....	46
III.6.a Bitumes purs.....	47
III.6.b Bitumes modifiés.....	49

III.6.c Bitumes fluidifiés.....	49
III.6.d Bitumes fluxés.....	50
III.6.e Emulsions de bitume.....	50
III.6.f Bitumes industriels.....	50
III.6.g Bitumes spéciaux.....	51
III.7 Applications.....	52
III.7.a Applications routières .....	52
III.7.b Applications hydrauliques .....	53
III.7.c Applications industrielles .....	53
III.7.d Autres applications.....	54
III.8 Le traitement des bitumes.....	55

### Chapitre III : Bitumes modifiés, généralités.

I. Introduction.....	57
II. Bitume modifié.....	57
III. Nécessité de modification des liants bitumineux .....	57
IV. propriétés.....	58
V. Les additifs .....	59
V. Les types de modifications par polymères .....	64
V.1 Les liants modifiés plastomères .....	64
V.2 Les liants modifiés élastomères.....	64
VI. Compatibilité Bitume-Polymère .....	66

### Chapitre IV : Les polymères, plastomère et élastomère.

I. Introduction.....	70
II. Généralités sur les polymères.....	70
II.1 Définition du polymère.....	71
II.2 La formation des polymères.....	71

II.3 Polymérisation.....	72
II.4 Les modes d'obtention des polymères.....	72
II.5 Différents types de polymères.....	73
II.5.a Les homopolymères .....	73
II.5.b Les copolymères.....	75
II.6 Caractérisation d'un polymère.....	76
II.7 Comportement thermique.....	78
II.8 Utilisation.....	79
II.8.a Type d'usage.....	79
II.8.b Le domaine d'application .....	79
A. Les élastomères.....	80
- Le caoutchouc .....	80
1. Les propriétés physico-chimiques de caoutchouc.....	81
2. Le caoutchouc synthétique.....	82
3. La fabrication .....	82
4. Formulation et vulcanisation .....	82
5. Vulcanisation du caoutchouc .....	84
6. Utilisations .....	85
B. Les plastomères .....	86
- Polystyrène .....	87
1. Caractéristiques.....	87
2. Synthèse.....	89
3. Les classifications.....	89
4. Utilisation .....	90
5. propriétés .....	90

## Chapitre V : Etude comparative du comportement des mélanges bitumineux.

Introduction .....	92
I.1 Les essais.....	95
I. 1.a Prise d'échantillon.....	95
I.2. b Tests.....	95
II. Présentation des matériaux .....	101
III. Méthodologie expérimentale.....	102
III.1 La préparation .....	102
III.2 Résultats et discussion .....	104
III.2.a Résultats des essais pour le bitume- polystyrène.....	104
III.2.b Résultats des essais pour le bitume- caoutchouc.....	106
III.2.c La représentation graphique des résultats .....	108
III.2.d L'interprétation des résultats.....	111
III.2.e Calcul de la viscosité dynamique.....	112
III.2.f Calcul de l'indice de pénétrabilité.....	114
III.2.g Classement des mélanges obtenus .....	116
III.2.g.a selon la nature physico-chimique.....	116
III.2.g.b selon leurs susceptibilités thermiques.....	116
V. Conclusion.....	117

Conclusion générale

Lexique

Annexes

  Annexe A

  Annexe B

Références bibliographique

**Les tableaux :**

<i>II.1. Les caractéristiques des bitumes purs.....</i>	<i>48</i>
<i>V.1. Les caractéristiques de bitume routier 40/50.....</i>	<i>101</i>
<i>V.2. Les valeurs de la pénétrabilité de bitume- polystyrène.....</i>	<i>104</i>
<i>V.3. Les valeurs du ramollissement de bitume- polystyrène.....</i>	<i>104</i>
<i>V.4. Les valeurs de la densité de bitume- polystyrène.....</i>	<i>105</i>
<i>V.5. Les valeurs de la ductilité de bitume- polystyrène.....</i>	<i>105</i>
<i>V.6. Les valeurs des points de flash de bitume- polystyrène.....</i>	<i>105</i>
<i>V.7. Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume- polystyrène.....</i>	<i>106</i>
<i>V.8. Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-caoutchouc.....</i>	<i>106</i>
<i>V.9. Les valeurs du ramollissement de bitume- caoutchouc.....</i>	<i>106</i>
<i>V.10. Les valeurs de la densité de bitume- caoutchouc.....</i>	<i>107</i>
<i>V.11. Les valeurs de la ductilité de bitume- caoutchouc.....</i>	<i>107</i>
<i>V.12. Les valeurs des points de flash de bitume- caoutchouc.....</i>	<i>107</i>
<i>V.13. Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume- caoutchouc.....</i>	<i>108</i>
<i>V.14. Résultats de calcul de la viscosité dynamique de bitume caoutchouc.....</i>	<i>113</i>
<i>V.15. Résultats de calcul de la viscosité dynamique de bitume polystyrène.....</i>	<i>113</i>
<i>V.16. Résultats de calcul de l'indice de pénétrabilité pour le bitume caoutchouc.....</i>	<i>115</i>
<i>V.17. Résultats de calcul de l'indice de pénétrabilité pour le bitume polystyrène.....</i>	<i>115</i>

## *Les figures :*

<i>I.1.Représentation graphique de la capacité de production annuelle.....</i>	<i>13</i>
<i>II.1. Schéma général de la fabrication industrielle des bitumes.....</i>	<i>21</i>
<i>II.2. Structures pour la fraction saturée des bitumes (Harlin).....</i>	<i>25</i>
<i>II.3. Structures pour la fraction aromatique des bitumes (Harlin).....</i>	<i>26</i>
<i>II.4. Structures pour la fraction des résines des bitumes (Barth).....</i>	<i>27</i>
<i>II.5. Structure hypothétique des asphaltènes des bitumes, a) : d'après Yen, b) : d'après Groenzin et Mullins.....</i>	<i>27</i>
<i>II.6. Chromatographie d'adsorption d'après Corbett.....</i>	<i>29</i>
<i>II.7. Coupe transversale d'un modèle de micelle d'asphaltènes (Yen).....</i>	<i>31</i>
<i>II.8. Macrostructure des asphaltènes (Yen, 1972).....</i>	<i>32</i>
<i>II.9: Formes possibles des micelles d'asphaltène.....</i>	<i>34</i>
<i>II.10: Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume routier (d'après Brule).....</i>	<i>34</i>
<i>II.11 : Représentation schématique des deux types de structure.....</i>	<i>36</i>
<i>III.1 : Effet de la modification polymère sur la structure colloïdale du bitume .</i>	<i>68</i>
<i>IV.1 : L'empêche de latex pour prendre en masse avec l'ajoute quelques gouttes d'ammoniaque.....</i>	<i>81</i>
<i>VI.2 : Le polystyrène expansé utilisé comme matériau d'emballage.....</i>	<i>91</i>
<i>V.1 : Bain thermostatique pour maintenir les produits à la température de 25 °C.....</i>	<i>95</i>
<i>V.2 : Le pénétrromètre.....</i>	<i>96</i>
<i>V.3 : Les anneaux et les billes.....</i>	<i>96</i>
<i>V.4. Support des anneaux et appareillage de mesure.....</i>	<i>96</i>
<i>V.5. Appareillage de mesure du point de flash.....</i>	<i>97</i>
<i>V.6 : Pycnomètre vide.....</i>	<i>98</i>
<i>V.7 : Pycnomètre rempli à moitié du produit.....</i>	<i>98</i>
<i>V.8 : Viscosimètre d'Ostwald à tube capillaire.....</i>	<i>99</i>

<i>V.9 : Appareil de mesure de la ductilité.....</i>	<i>100</i>
<i>V.10 : Le moule .....</i>	<i>100</i>
<i>V.1.Etuve pour chauffer les produits.....</i>	<i>103</i>
<i>V.2.Variation du la pénétrabilité des deux bitume en fonction du pourcentage des additifs. ....</i>	<i>108</i>
<i>V.3.Variation du ramollissement des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.....</i>	<i>109</i>
<i>IV.4.Variation da la densité des deux bitume en fonction du pourcentage des Additifs.....</i>	<i>109</i>
<i>IV.5.Variation da la ductilité des deux bitume en fonction du pourcentage des additifs.....</i>	<i>110</i>
<i>IV.6.Variation des points de flash des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.....</i>	<i>110</i>
<i>IV.7.Variation da la viscosité cinématique des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.....</i>	<i>111</i>
<i>IV.8.Classement des bitumes obtenus selon l'indice de pénétrabilité.....</i>	<i>116</i>

## *Abréviations*

BRA	brut réduit atmosphérique.
GPL	Gaz pétrolier liquéfié.
BRI	brut réduit importé.
U.14, 15	unités de production des bitumes.
E	échangeur.
F	four.
C	colonne de distillation.
D	ballon.
ASTM	American Society for testing and materials.
C1, C2, C3, C4	Méthane, Ethane, Propane, Butane.
BMP	bitume modifié par polymère.
HLB	Hydrophilic Lipophilic Balance.
MPa	méga pascale.
PE	polyéthylène.
PS	polystyrène
$K_{uop}$	facteur de caractérisation.
Pds	poids.
IP	intellectual property.
RSV	résidu sous vide.
Z	zone.
P	pénétrabilité.
R	point de ramollissement.
Duc	ductilité.
d	densité.
v	viscosité.
P.F	point de flash ou d'éclair.
Caou	caoutchouc.
Grade 40/50	bitume de pénétrabilité comprise entre 40 et 50 (1/10 mm).
NR	Natural Rubber (Caoutchouc naturel).
SBR	Caoutchouc butadiène-styrène (Caoutchouc artificiel).
EPDM	Ethylene-Propylene Diene Rubber (Caoutchouc synthétique spécial)

## **Introduction générale :**

*Le développement des liants bitumineux nécessite une étude approfondie des propriétés physico-chimique et rhéologiques ; propriétés qui influencent directement le comportement et la durabilité des revêtements.*

*Comme partout au monde le revêtement routier est soumis aux contraintes dues à la rigueur du climat et au trafic routier sans cesse croissant.*

*Le premier problème est à l'origine des fissurations qui sont dues, soit à l'effet des charges imposées par le trafic routier sur le revêtement, soit à des changements importants de températures, ou encore à la combinaison des deux.*

*Le second problème peut engendrer le phénomène d'orniérage et de désenrobage. L'orniérage est généralement dû à la perte de consistance des matériaux à des températures élevées, tandis que le désenrobage se manifeste par la perte d'adhésion entre le granulat et le bitume qui peut être provoquée par l'infiltration de l'eau entre le film asphaltique et la surface du granulat.*

*La fissuration de l'orniérage et le désenrobage engendrent aux agences de transport des coûts de réparation et d'entretien très élevés.*

*Pour réduire la portée de ces phénomènes, diverses techniques ont été entreprises; parmi lesquelles, la modification des liants avec des polymères s'avère une technique prometteuse. Cette opération permet d'améliorer les performances des liants bitumineux et de réduire la fréquence de réparation des routes. La modification des bitumes peut-être réalisée par les procédés de raffinage (oxydation, désasphaltage, soufflage) ou par ajouts d'additifs (polymères, pneus recyclés, produits chimiques et autres). L'utilisation industrielle routière de bitumes modifiés par des copolymères thermoplastiques comme les élastomères tel que le styrène-butadiène-styrène (SBS) ou les plastomères tel que l'éthylène acétate de vinyle (EVA); polystyrène (PS) dans les enrobes spéciaux remonte au début des années 70 [5].*

*Après une revue générale des problèmes étudiés, voici le contenu de cette étude :*

## **Contenu du mémoire :**

*Ce mémoire de thèse est constitué de deux parties :*

➤ *La première partie est entièrement consacrée à une étude bibliographique au long de quatre suivants chapitres :*

▪ *Le premier chapitre s'intéresse à la description générale de la raffinerie d'Arzew.*

▪ *Le deuxième chapitre expose une généralité sur les bitumes tels que l'origine, la fabrication, la composition chimique, la structure, les types, les propriétés, et les applications des bitumes.*

▪ *Le troisième chapitre présente brièvement les bitumes modifiés, les additifs qui peuvent ajouter au bitume pour changer les caractéristiques et le comportement.*

▪ *Le quatrième chapitre s'emploie à étudier les polymères, le phénomène de polymérisation, la caractérisation d'un polymère, ses utilisations, et pour plus de détails on présente les deux grandes familles de polymères :*

○ *les élastomères, et plus précisément le caoutchouc ;*

○ *les plastomères, et on met en valeur le polystyrène.*

➤ *La deuxième partie présente l'étude expérimentale complète d'une série des tests effectués sur un bitume pur et l'incorporation des additifs (chapitre cinq).*

*Enfin, une conclusion générale réunit et reprend tous les résultats acquis et discutés séparément dans chacun des chapitres précédents.*

# CHAPTER I

## Présentation de la raffinerie d'Arzew

## ***I. Le raffinage du pétrole***

Le raffinage du pétrole consiste à transformer le pétrole brut en une gamme importante de diverses variétés de produits finis ou semi-finis au moyen de différents procédés tels que le craquage et la distillation [1].

## ***II. La raffinerie d'Arzew:***

### ***II.1 Historique :***

L'implantation de l'usine a été réalisée sur un site d'une superficie de 150 ha située sur le plateau d'EL MOHGOUN de la daïra d'Arzew, à 40 km de la ville d'Oran.

- La construction du complexe fut confiée à la société japonaise JGC (Japan Gasoline Corporation)

- La pose de la première pierre aura lieu le 19 juin 1970.

- le démarrage des unités a été lancé, par la mise en exploitation des utilités, à partir du mois de juillet 1972.

- L'ensemble des unités de la raffinerie était en service en mars 1973

- La raffinerie a connu une évolution importante :

- ❖ En 1975, pour répondre à la demande du marché, les travaux d'extension des unités de production de bitumes ont été lancés.

### ***II.2 L'objectif :***

La raffinerie a été conçue pour :

- Valoriser le pétrole brut de Hassi Messaoud par son traitement local

- Satisfaire les besoins de la consommation en carburants pour la région Ouest et en lubrifiants et bitumes pour le marché national.

- Permettre des rentrées devises grâce à l'exportation des produits excédentaires (naphta, kérosène, fioules).

### ***II.3 Capacité de traitement :***

La raffinerie traite 2,75 millions de tonnes par an de pétrole brut saharien et de 280 000 tonnes par an de brut réduit importé le BRI pour la production des bitumes.

### ***III.4 Les principales zones du complexe :***

Le complexe est constitué de plusieurs zones ayant comme activités spécifiques suivantes :

#### **Parking : Zone1**

#### **Station de veille : Zone2**

#### **Production :**

Des zones de production divisées:

–**Production 1** : zones: 03, 04, 06,07 et 10 ;

–**Production 2** : zone : 05, 19 et 3000.

#### **Utilités :**

**Zones 3 et 19** : Les utilités constituent assurent la production de la vapeur, l'électricité, air service et instrument et de l'eau distillée.

Les zones 3 ,19 comprennent les mêmes unités

### **Carburants :**

**Zone 4 :** Elle est constituée de 03 unités pour la production des Essences, Gasoil, Kérosène et les Gaz de pétrole liquéfié GPL (propane et butane).

### **Lubrifiants :**

#### **a- Huiles de base :**

**Zone 7 et 5 :** Ces deux zones ont pour but d'obtenir des huiles de base considérées comme matière première pour la fabrication des lubrifiants à partir du BRA qui est un composé pétrolier lourd et visqueux recueilli au fond du topping.

La chaîne de fabrication est composée de 5 unités.

#### **b- Huiles Finies :**

**Zone 06 / unités 3000 :** mélange et conditionnement pour obtenir des huiles finies.

### **Bitume :**

**Zone 10 :** Cette zone est destinée à la fabrication des bitumes de pétrole brut réduit importé, elle comprend deux unités pour la Fabrication du bitume routier et oxydé

### **Stockage :**

**Zones 8A, 8B :** stockage intermédiaire des huiles de base

**Zone 9 :** Stockage du brut et résidus

**Zone 11, 12,13 :** Stockage du brut provenant de « HASSI-MESSAOUD ».

**Zone 16 :** Stockage du NAPHTA et stockage d'eau brut pour incendie

**Zone 17 :** Stockage du kérosène et stockage de l'essence de la première distillation.

**Zone 18 :** Stockage du fuel pour mélange et stockage du slop.

**Zone 22 et 23:** Stockages des carburants

**Zone 24 :** Stockage du gas-oil.

**Zone 25 :** Stockage du fuel.

**Zone 26 :** Stockage GPL.

**Zone 29 :** Stockage du BRI.

**Zone 14 :** Administration générale

**Zone 15 :** Laboratoire

**Zone 20 :** Réception et approvisionnement des produits chimiques et pièces de rechanges.

**Zone 27 :** Stations de traitement des eaux usées.

**Zone 28 :** Zone d'expédition : essences, gas-oil, kérosène et propane butane.

**Administration générale : Zone 14**

**Laboratoire : Zone 15**

**Réception et approvisionnement des produits chimiques et pièces de rechanges : Zone 20.**

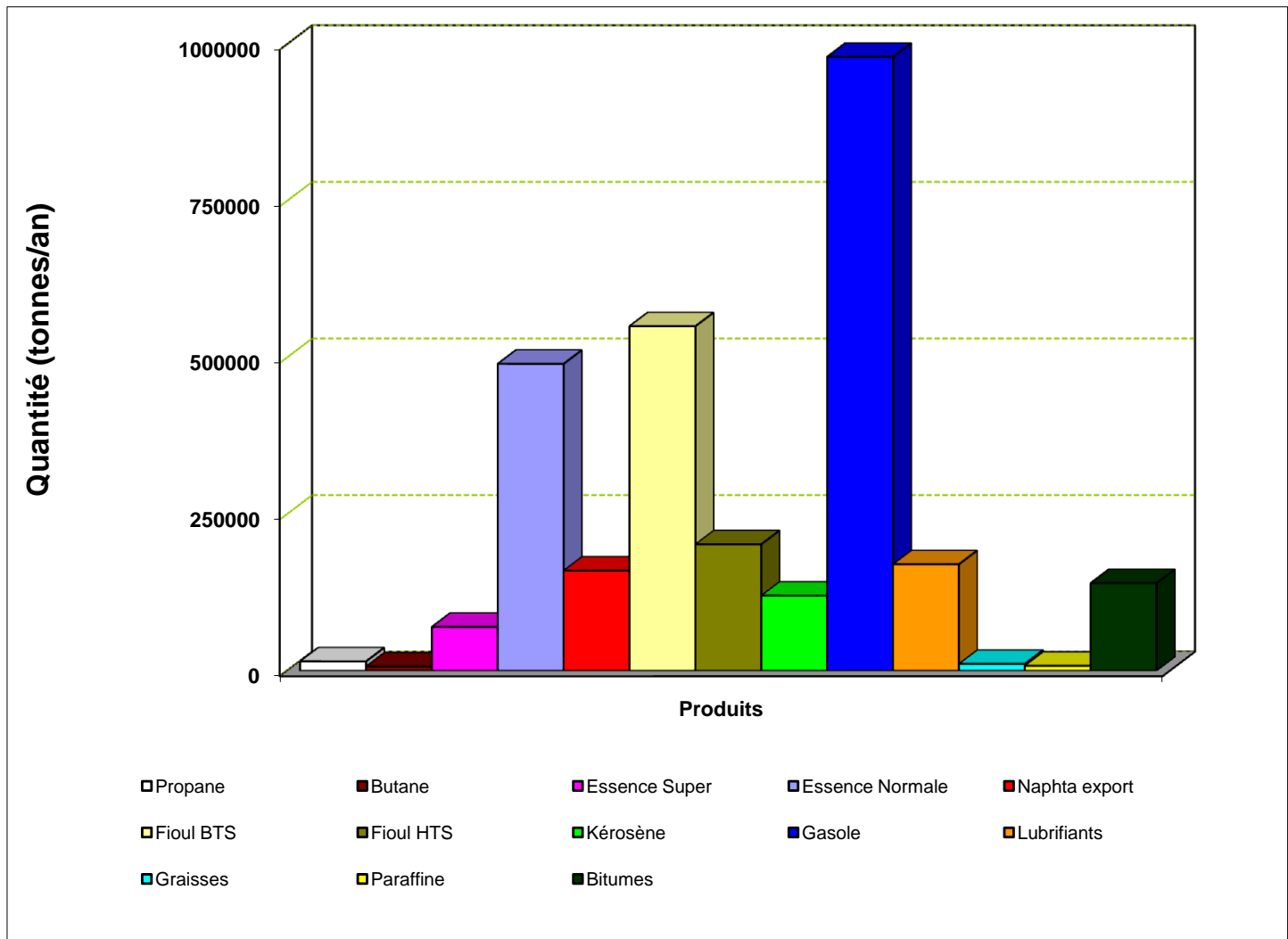
**Stations de traitement des eaux usées PPI/API : Zone 27.**

**Zone d'expédition : essences, gas-oil, kérosène et propane butane :**

**Zone 28.**

**III.5 Capacité annuelle de production:**

La production de la raffinerie est très diversifiée et se présente dans la figure ci-dessous :



*Figure I.1 : représentation graphique de la capacité de production annuelle.*

### III. La zone 10 production des bitumes:

La capacité des unités de production de bitumes directs (routiers) et oxydés fut augmentée respectivement de 65 000 T/An et 5 000 T/An à 20 000 T/An.

#### ▪ Production des bitumes :

##### • *Unité de flash sous vide (U.14) : production des bitumes routiers*

Le brut réduit importé est fractionné en gasoil sous vide et en produit visqueux obtenu en fond de colonne lequel est traité dans la section de soufflage à l'air pour obtenir du bitume pur (direct) communément appelé bitume routier

Les asphaltes provenant des unités de dé-asphaltages au propane sont mélangés au bitume direct pour obtenir les bitumes routiers.

Une ligne réchauffée électriquement relie la raffinerie au port à cet effet.

↪ La capacité de production est de 120.000 tonnes/an ;

↪ Le stockage est de 10.000 tonnes /an

##### Les performances :

- Utilisé dans les applications routières.
- Les ventes sont réalisées par camions, citernes, ou navires [2].

##### • *Unité de bitume oxydé (U.15) : production des bitumes oxydés.*

Du bitume direct mélangé avec du gazole sous vide constitue la charge de cette unité ou Blow stock.

Le bitume oxydé est obtenu par oxydation poussée avec de l'air.

↩ La capacité de production est de 20.000 tonnes/an ;

↩ Le stockage est de 800 tonnes /an.

Les performances :

- Utilisé dans les travaux d'étanchéités.
- Le conditionnement se fait dans des sacs plastiques de 25 Kg et dans des fûts de 200 litres [2].

**IV. l'unité 14 : le procédé de distillation sous vide :**

Dans cette étude, je m'intéresse aux bitumes routiers et pour ce but nous sélectionnons cette unité.

▪ **Le procédé d'obtention du bitume routier [3] :**

Le BRI est aspiré par une pompe de charge et est refoulé dans une batterie d'échangeurs 14 E (1, 2,11et3A B C) pour chauffer progressivement le BRI à 245°C par échange de chaleur avec les produits de soutirages latéraux.

Puis Le BRI pénètre dans un four 14 F1 à une température de 245°C pour être réchauffé à une température variable suivant le brut réduit importé, à la sortie du four le produit subit une injection de vapeur de dilution qui à pour rôle d'activer la vitesse du BRI et sort du four entre 360-375°C.

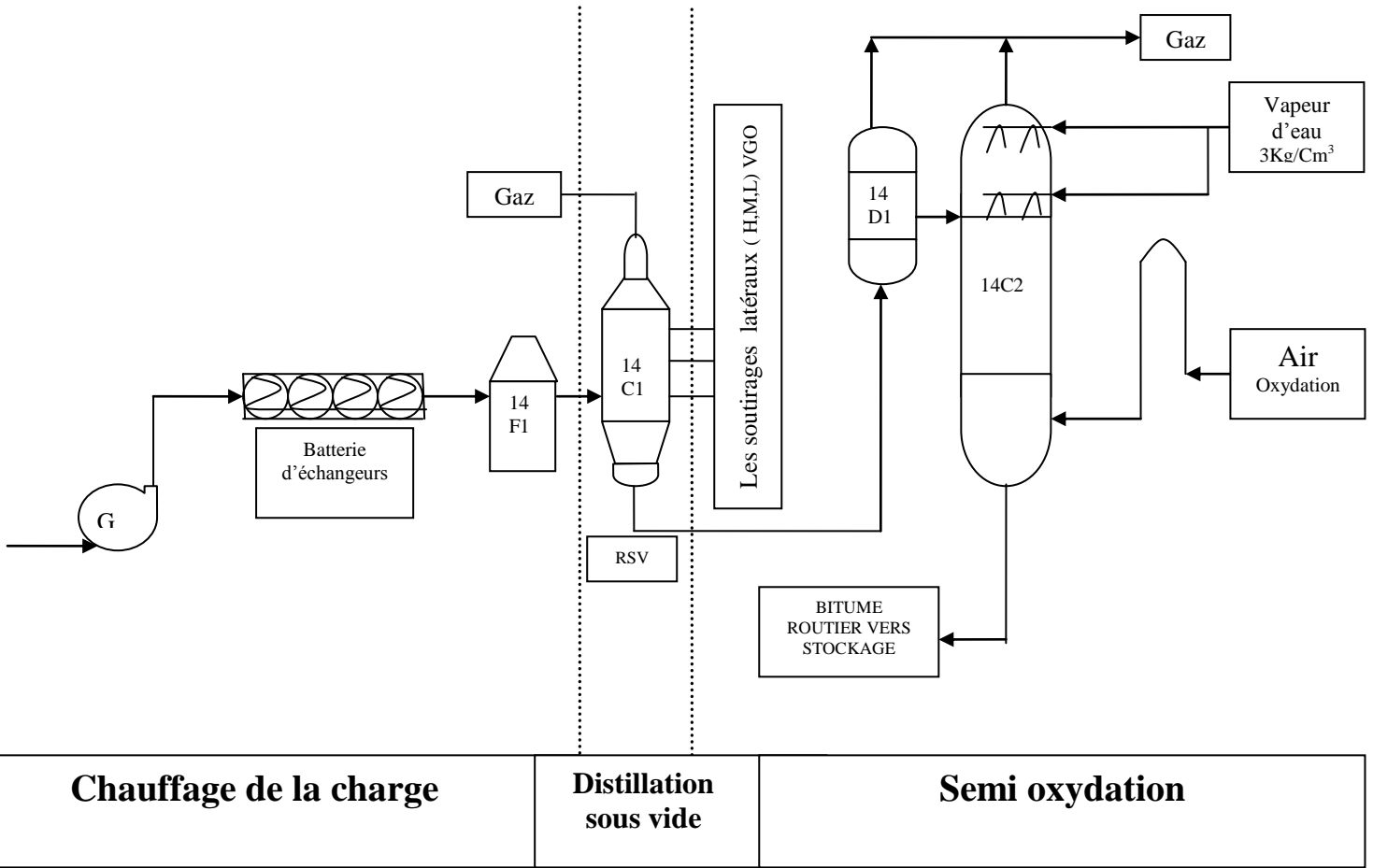
La charge provenant du four pénètre en zone de flash de la colonne sous vide en deux phases, les gaz s'acheminent vers le haut et le liquide se dirige vers le fond de la colonne 14C1.

- Le fond C1 est un mélange bitume + gaz oil très lourd aspiré par une pompe et est traverse les échangeurs côté calandre/ BRI côté faisceaux, puis

entre dans le ballon 14D1 (amortisseur) et s'écoule dans la colonne d'oxydation 14C2, cette charge provenant du fond de la sous vide servira pour l'obtention des bitumes routiers.

Les coupes latérales sont soutirées des plateaux suivants:

- Gaz oil léger (LVGO) plateau N°6.
- Gaz oil moyen (MVGO) plateau N°12.
- Gaz oil lourd (HVGO) plateau N°18.



Procédé de production des bitumes routiers 40 /50 unité 14 zone 10 -Raffinerie d'Arzew

# == CHAPTER

## Généralités sur les bitumes

## ***Introduction:***

Une revue bibliographique détaillée sur la composition des bitumes, leur caractérisation et les méthodes de modification fera l'objet de ce chapitre.

### ***I. Les bitumes:***

#### ***I.1 Définition et origine des bitumes :***

Les liants hydrocarbonés, qui jouent un rôle important dans la technique routière moderne, sont connus et utilisés depuis longtemps. Les bitumes naturels et les asphaltes ont été déjà utilisés en 3800 avant J.C. dans la vallée de l'Euphrate en Mésopotamie [2]. Le nom "liant" peut être défini comme substance qui sert à rassembler de façon durable, des particules généralement solides. L'adjectif "hydrocarboné" désigne ce qui est constitué de carbone et d'hydrogène. La substance, qui, additionnée de particules solides (granulats), développe au sein d'un mélange des forces de cohésion assurant une rigidité, une résistance à la déformation en traction, une résistance à la compression et une résistance au cisaillement est appelée "liant hydrocarboné".

En Amérique du Nord, le mot "asphalt" (contraction de l'expression officielle d'asphalte ciment) désigne le bitume, tandis que le mot "bitumen" désigne la fraction du bitume et du goudron soluble dans la tétrahydropyridine de carbone. Le goudron ayant une constitution chimique également hydrocarbonée est obtenu à partir de la houille d'origine végétale.

Les bitumes sont extraits des gisements naturels ou du pétrole. Le bitume se trouve dans les gisements sous forme de mélange avec de fines minéraux. Le bitume pétrolier est obtenu par raffinage à partir des pétroles bruts.

-Il existe trois types de liants hydrocarbonés:

- ✓ Les Liants naturels, qui se trouvent dans la nature et qui sont utilisés depuis des temps très anciens. C'est la roche asphaltique telle qu'elle se présente dans le gisement et qui, après broyage est dénommée asphalte.

✓ Les bitumes de pétrole, qui sont obtenus par raffinage des pétroles bruts et des Résidus pétroliers.

✓ Les goudrons, qui proviennent de la pyrogénéation à l'abri de l'air, de la lignite, de la tourbe et du bois.

Ayant des origines et des constitutions chimiques différentes, les bitumes et les goudrons sont des liants de base utilisés séparément ou en mélange dans la technique routière. Les bitumes purs, tels que produits, sont trop visqueux pour être manipulés et mélangés avec des granulats.

Pour réduire leur viscosité on procède généralement de deux manières:

- **Mise en émulsion:** cette opération vise à réaliser une dispersion fine de bitume dans l'eau à l'aide d'un émulsifiant et d'un appareil développant une énergie mécanique importante. Après rupture de cette émulsion au contact des granulats ou de la chaussée, le liant résiduel est très voisin du liant d'origine.

- **fluidification:** ce processus consiste à ajouter des diluants ou des coupes appropriées provenant de la distillation du pétrole ou de la houille.

### ***1.2 Procédés industrielles de Fabrication des bitumes :***

Il existe Plusieurs procédés de fabrication des bitumes à partir des pétroles bruts, dont deux conduisent à la majorité des bitumes commerciaux, à savoir :

#### ***✓ Les bitumes de distillation directe :***

Ils sont issus directement de la distillation atmosphérique du pétrole brut ou, selon les bruts utilisés et les caractéristiques souhaitées du bitume, d'une distillation sous vide qui suit la distillation atmosphérique.

#### ***✓ Les bitumes soufflés ou oxydés :***

Lorsque la distillation directe ne permet pas d'obtenir des bitumes aux caractéristiques requises – ce qui est le cas pour certains bruts ou encore suivant la nature des unités de distillation dont on dispose – on peut être amené à pratiquer sur la fraction sous-vide la plus lourde un semi-soufflage à l'air (appelé aussi rectification à l'air). Que ce soit par distillation ou par soufflage, il

est possible de produire, à partir des résidus atmosphériques classiques les différents grades de bitumes. Cependant, nombre de raffineries les produisent par mélange d'une base molle avec une base dure, cette dernière ayant éventuellement été obtenue par soufflage. Suivant les conditions d'emploi et les propriétés recherchées, le bitume peut être utilisé pur ou en association avec d'autres composants. Il existe également des bitumes fluidifiés (par addition de solvants), des bitumes fluxés (mélange de bitume avec des huiles de houille et des dérivés pétroliers) et des bitumes modifiés par ajout de polymères. Les différents procédés de fabrication, qui viennent de faire l'objet d'une présentation très sommaire, permettent d'obtenir une gamme variée de produits tous désignés par l'appellation bitume.

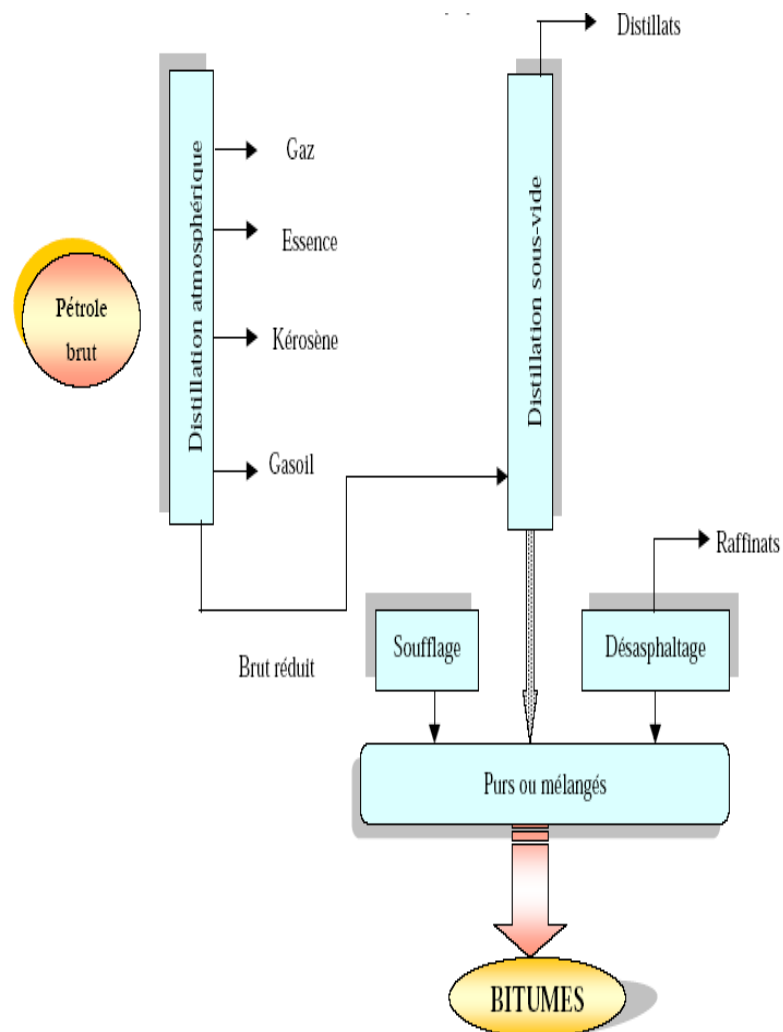


Figure II.1: Schéma général de la fabrication industrielle des bitumes

### ***1.3 Composition et caractérisation physico-chimique :***

#### ***1.3.a Composition :***

Le bitume se présente, à température ambiante, sous l'aspect d'un corps visqueux, plus ou moins viscoélastique, de couleur noire. Il est liquide à des températures supérieures à 100°C.

L'analyse élémentaire d'un bitume met en évidence des atomes de carbone (80 à 87 % en masse) et d'hydrogène (8 à 12 %). En outre, des hétéroatomes tels que le soufre (1-9 %), l'azote (0 à 1,5 %) et l'oxygène (0,5 à 1,5 %) sont présents. On trouve également dans les bitumes des métaux (essentiellement vanadium (10-2000 ppm) ou nickel (20-200 ppm) mais aussi aluminium, silicium, chrome, cuivre, zinc, plomb, ...) à l'état de traces.

La composition élémentaire d'un bitume dépend essentiellement de l'origine de son brut et d'une manière moindre, des techniques de raffinage [5].

Le bitume est un mélange de composés hydrocarbonés de masses molaires et de structures chimiques variées, appartenant en majorité aux groupes aliphatiques et naphéniques.

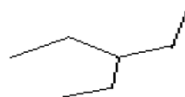
Les molécules des composés des bitumes sont constituées de motifs hydrocarbonés de quatre types :

#### ***-paraffiniques saturés linéaires ou ramifiés (chaînes linéaires sans cycle) :***

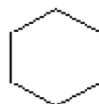
 Chaîne linéaire



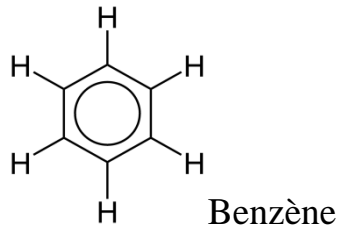
 Ramifié



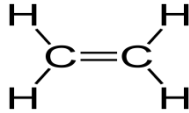
#### ***-Naphéniques saturés cycliques (cycles à liaisons simples) :***



#### ***-aromatiques présence d'au moins un cycle avec doubles liaisons de type benzène :***



***-oléfines chaînes contenant une ou plusieurs doubles liaisons :***



Toutefois, rares sont les molécules constituées d'un seul de ces motifs. Ainsi il est possible de trouver des molécules constituées de cycles aromatiques et/ou naphthéniques sur lesquels sont greffées des chaînes saturées plus ou moins longues et ramifiées.

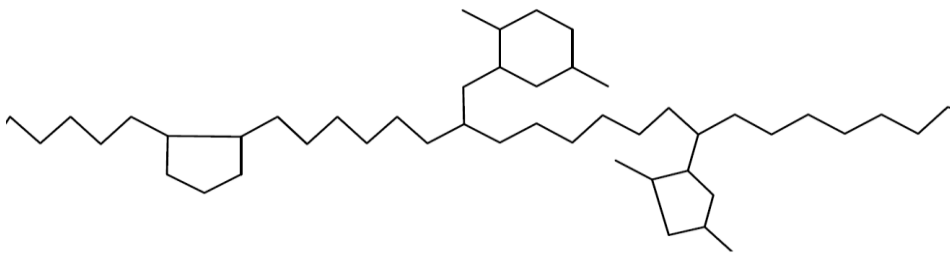
***1.2.b Caractérisation chimique des quatre grandes familles de constituants du bitume :***

La diversité et le grand nombre de molécules présentes dans les bitumes rendent la détermination exacte de leur composition délicate à déterminer. Aussi, pour décrire globalement les divers constituants des bitumes, une approche « réductionniste » fondée sur la caractérisation chimique des « fractions » de bitumes a été développée. La stratégie consiste à séparer (extraction par des solvants, séparations chromatographiques,...) les constituants du bitume en « fractions » plus ou moins irréductibles, puis à les étudier séparément pour ensuite remonter aux propriétés observées. Cette approche comporte néanmoins des limites car la réactivité d'un système est toujours différente de la somme des réactivités des éléments qui le composent [6].

En suivant ce concept de fractionnement, l'identification chimique d'un bitume passe donc par la détermination qualitative et quantitative de ses constituants principaux que l'on peut regrouper en deux groupes génériques séparables :

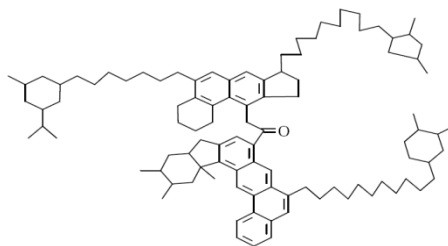
✓ Le premier groupe constitue les Maltènes et rassemble trois familles citées ci dessous (saturés, aromatiques et résines) :

**Les saturés** : ce sont des huiles incolores ou légèrement jaunâtres composées principalement de molécules paraffiniques et de cycles naphténiques. Elles représentent généralement moins de 10% d'un bitume. Leur masse moléculaire est de 300 à 2000 g/mole. Représentent généralement moins de 10% d'un bitume. Leur masse moléculaire est de 300 à 2000 g/mole.



*Figure II.2: structures pour la fraction saturée des bitumes (Harlin) [7].*

**Les aromatiques** : ce sont des huiles visqueuses de couleur rouge-brun sombre, avec 30 % de leurs atomes de carbone inclus dans des cycles aromatiques. Elles représentent 50 à 70% de la composition d'un bitume. Leur masse moléculaire est du même ordre que celle des saturés.



*Figure II.3: structures pour la fraction aromatique des bitumes (Harlin) [7].*

**Les résines** : Ce sont des solides noirs qui fondent par chauffage et représentent environ 10% d'un bitume routier. Elles sont caractérisées par de nombreuses ramifications, ce sont des systèmes condensés de cycles aromatiques, naphténiques et hétérocycliques. Elles présentent une plus grande

proportion de composés aromatiques que les huiles. Leurs molécules sont plus grosses et la proportion des hétéroatomes est plus élevée. La courbe de distribution de leur masse moléculaire s'étale de 500 à 50 000 g.mol<sup>-1</sup>. Leur taille est comprise entre 1 et 5 nm.

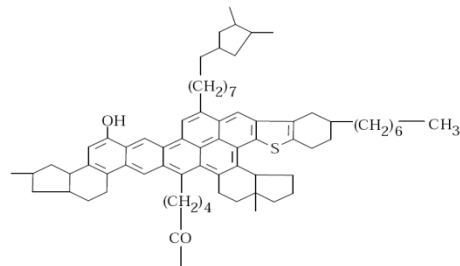


Figure II.4: structures pour la fraction des résines des bitumes (Barth) [8].

- ✓ Les asphaltènes constituent le deuxième groupe : ils sont définis comme les

Solides qui précipitent dans un pétrole brut ou un bitume après addition d'un solvant tel que l'heptane ou le pentane. Ils représentent généralement entre 5 et 30 % du bitume. Ce sont des composés à structure condensée, cyclique et aromatique.

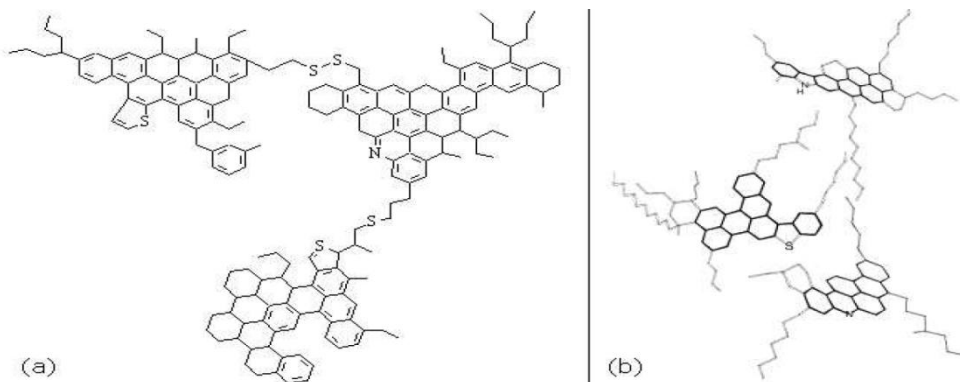


Figure II.5: Structure hypothétique des asphaltènes des bitumes, a) : d'après Yen, b) : d'après Groenzin et Mullins [10]

Le rapport carbone/ hydrogène (C/H) est souvent supérieur à 0,8 et la proportion des hétéroatomes est importante (jusqu'à 10%). Ils se présentent sous forme de solides noirs, cassants et brillants, et représentent la fraction de plus

haut poids moléculaire (1000 à 100 000 g.mol<sup>-1</sup> dans la majorité des cas) et la plus aromatique du bitume. Leur taille varie de 5 à 30 nm.

Ces deux groupes rassemblent les quatre grandes familles de constituants du bitume qui sont séparées par leur différence de solubilité dans les solvants organiques: les asphaltènes précipitent dans le n-heptane (NF T 60-115 : Détermination de la teneur en asphaltènes [11]), alors que les maltènes y sont solubles. Ces derniers sont ensuite séparés par Chromatographie Liquide à Haute Performance sur gel d'alumine (Corbett, 1969 [12]). Trois fractions génériques sont ainsi obtenues (saturés, aromatiques et résines), en fonction de leur solubilité dans des solvants de polarité et aromaticité croissante : n-heptane, toluène, et un mélange toluène/méthanol 50/50.

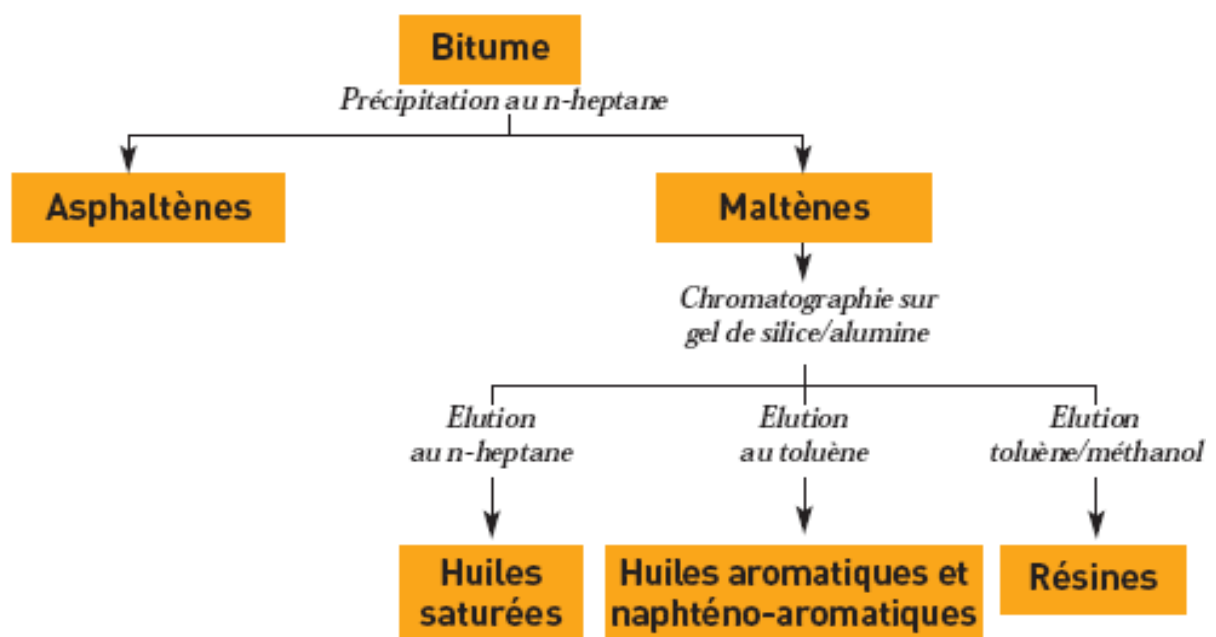


Figure II.6 : Chromatographie d'adsorption d'après Corbett [13].

Toutefois, en fonction des conditions expérimentales choisies (température à laquelle est effectuée la séparation, choix de la phase stationnaire,...), le taux et la nature des différentes familles ne sont pas les mêmes.

Aussi, les séparations entre les fractions génériques SARA (Saturés, Aromatiques, Résines, Asphaltènes) du bitume dépendent des limites opérationnelles, c'est-à-dire de la solubilité dans des solvants différents, et il n'y a donc pas de distinction claire entre les composés de ces fractions. Les quatre fractions génériques du bitume sont donc considérées comme ne présentant pas de discontinuité entre elles (théorie du continuum). Le bitume doit être considéré comme un continuum chimique avec une augmentation progressive de la masse molaire, du degré d'aromaticité et de polarité, des saturés aux asphaltés. Il est à noter que les proportions des différentes familles dépendent également de l'origine, du mode de fabrication et du grade (ou dureté) du bitume étudié.

Une fois la composition chimique du bitume connue, il est tout aussi impératif de savoir apprécier la façon dont ces molécules vont s'associer pour former un édifice spatial tridimensionnel qui donne au bitume ses propriétés physiques et rhéologiques.

### ***I. Modélisation de la structure du bitume :***

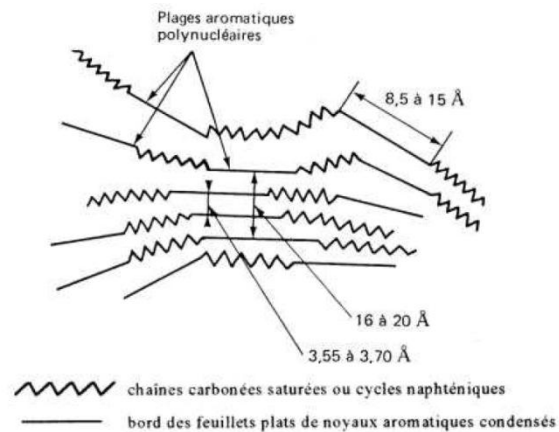
Après avoir décrit la composition du bitume et de ses quatre fractions génériques, il est nécessaire de préciser la structure de ce matériau. Plusieurs auteurs ont cherché à comprendre comment toutes les espèces présentes dans le bitume, de polarité et d'aromaticité différentes, s'organisent dans ce milieu. Cette compréhension de la structure du bitume est importante car elle va notamment influencer sur les propriétés rhéologiques du matériau.

#### ***II.1 Association des asphaltènes au sein des bitumes :***

Le modèle généralement accepté pour rendre compte des propriétés physiques du bitume est le modèle de YEN [14]. Il considère le bitume comme un mélange hétérogène, un milieu colloïdal complexe, où des agglomérats dispersés de molécules (les asphaltènes) ou micelles sont distribués dans une phase continue (les maltènes).

A la suite d'observations en diffusion des rayons X aux grands et petits angles, un mode d'association des molécules d'asphaltènes a été proposé par Yen (1972) [14].

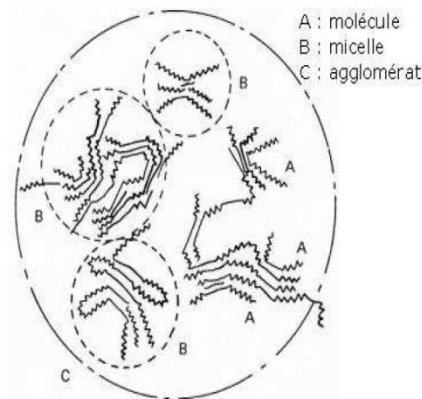
La microstructure de ces molécules est représentée par un empilement de feuillets élémentaires (cf. figure 7) dont la cohésion est assurée par des interactions entre les électrons p des plages aromatiques polynucléaires [15, 16].



*Figure II.7: Coupe transversale d'un modèle de micelle d'asphaltènes (Yen).*

Cette structure en feuillets, serait constituée de 4 à 6 zones polyaromatiques [09, 17]. De tels feuillets d'asphaltènes semblent être régulièrement empilés en structures lamellaires. En dispersion dans un solvant, ces feuillets unitaires peuvent s'associer pour former des micelles. La cohésion de l'ensemble de la micelle est assurée par les interactions entre les électrons  $\pi$  des plages aromatiques condensées.

Le modèle de Yen ne se limite pas à la formation de micelles, il admet également la possibilité de création d'édifices complexes formés par association de plusieurs micelles en véritables agglomérats comme celui représenté sur la figure 8 [14,18]. La formation de ces agglomérats serait liée à des interactions intermoléculaires.



*Figure II.8: Macrostructure des asphaltènes (Yen, 1972) [14]*

La macrostructure des asphaltènes à une taille comprise entre 40 et 2000 Å. Yen a donc introduit le concept de l'existence simultanée de trois entités sensiblement distinctes que sont la molécule, la micelle et l'agglomérat. Selon leur degré d'interaction, ces différentes entités définissent la structure colloïdale du bitume.

## **II.2 Nature colloïdale des bitumes :**

Selon le modèle de YEN (modèle le plus répandu) [14], les bitumes, tout au moins les bitumes de distillation directe, sont décrits comme des suspensions colloïdales de nanoparticules d'asphaltènes peptisées par les résines dans la phase malténique. En effet, les différents constituants du bitume ne forment pas un simple mélange mais un ensemble organisé avec des interactions très marquées des éléments entre eux. Les asphaltènes ne sont pas solubles dans les huiles. Cependant, les résines, dont la masse moléculaire et surtout la structure chimique sont intermédiaires entre celles des huiles et asphaltènes, enveloppent les asphaltènes d'une couche protectrice (couche de solvation) qui leur permet de rester en suspension dans la phase maltène sans flocculer. Storm et ses collaborateurs [19] ont démontré que l'épaisseur de la couche de solvation des résines autour des micelles d'asphaltènes évolue avec la température.

Les asphaltènes, peptisés par les résines, forment ainsi des corpuscules complexes (micelles) en suspension dans la phase continue visqueuse des

maltènes [09, 20] (voir figure 10). Espinat [21] a montré à l'aide de techniques de diffusion que le meilleur modèle pour décrire la morphologie des micelles d'asphaltènes en solution est le disque. Cependant, plusieurs autres expériences ont également démontré que les asphaltènes pouvaient se présenter sous trois formes différentes: sphère, cylindre ou bien disque (figure 9) [31-33].

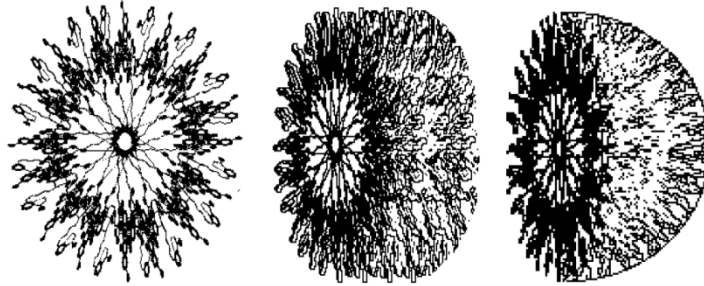


Figure II.9: Formes possibles des micelles d'asphaltènes

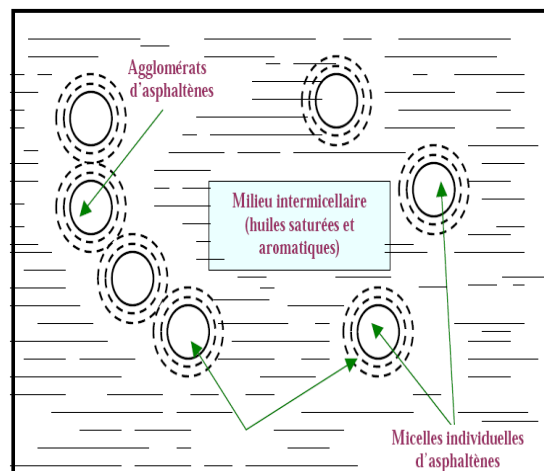


Figure II.10: Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume routier (d'après Brule)

### II.3 Influence de la composition du bitume et de la température sur sa structure « colloïdale » :

La structure d'un bitume est très complexe et dépend de la nature du bitume, de la Température et de la composition générique de ce bitume.

Trois types de structure se distinguent en fonction de la proportion relative des différentes familles génériques [22].

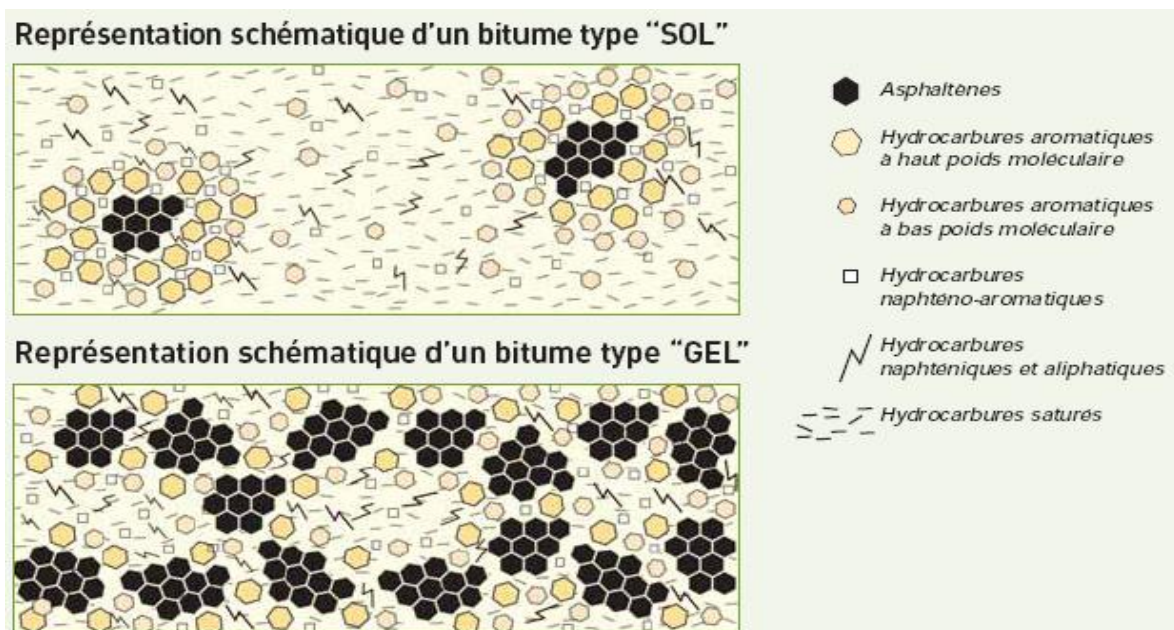
### **II.3.a Structure de type SOL :**

C'est une suspension diluée d'asphaltènes dans un milieu fortement structuré par les résines (figure 11). Dans ce cas, les asphaltènes ne sont pas en interaction. Cette structure présente les caractéristiques des liquides newtoniens (comportement visqueux). Elle se rencontre dans les bitumes à phase maltène riche en aromatiques, et lorsque la concentration et la masse moléculaire des asphaltènes sont faibles.

### **II.3.b Structure de type GEL :**

L'édifice structural est assuré par un squelette d'asphaltènes (figure 12). A température ambiante, ces asphaltènes conduisent à une structuration du bitume par l'intermédiaire de leurs groupements polaires.

Le milieu dispersant est faiblement structuré par les résines. Ces bitumes sont riches en asphaltènes, présentent une phase maltène pauvre en hydrocarbures aromatiques. Cette structure présente les caractéristiques des liquides newtoniens (comportement élastique).



*Figure II.11 : Représentation schématique des deux types de structure [7].*

### ***II.3.c Structure de type SOL-GEL :***

C'est une structure intermédiaire entre SOL et GEL caractérisée par des agglomérats de micelles d'asphaltènes baignant dans un milieu dispersant structuré par les résines. La plupart des bitumes routiers possèdent cette structure intermédiaire et présentent un comportement viscoélastique.

Il est à noter que les bitumes soufflés ou oxydés, qui ont subi une déshydrogénation et une polymérisation des asphaltènes et des résines, sont plutôt du type gel.

La structure « colloïdale » du bitume est donc le résultat de divers équilibres thermodynamiques :

- ✓ pouvoir peptisant des résines vis-à-vis des asphaltènes ;
- ✓ solubilité des résines plus ou moins polaires dans les aromatiques ;
- ✓ équilibre entre les résines adsorbées sur les asphaltènes et les résines restantes dans la solution.

Or, ces équilibres dépendent de la température et de la pression, ce qui implique qu'il est indispensable lorsque l'on qualifie un état colloïdal de sol, sol-gel ou gel de préciser les conditions de température et de pression correspondant à cet état. En effet, cette structure évolue d'un type gel à un type sol-gel ou d'un type sol-gel à un type sol lorsque l'on augmente la température (figure 11) [23].

Ainsi, il apparaît qu'un bitume sol a un comportement de bitume gel dès que la température est suffisamment faible et inversement. Ce modèle colloïdal a été en particulier formulé pour relier la composition chimique d'un bitume à ses propriétés rhéologiques [24-25]. En effet, suivant le caractère sol ou gel, les propriétés rhéologiques des bitumes diffèrent [09]. C'est ainsi que les bitumes sol présentent une excellente résistance aux sollicitations rapides. En contrepartie, ils sont plus sensibles que les bitumes gel aux sollicitations lentes ainsi qu'aux variations de température. Néanmoins, entre ces deux

comportements extrêmes, il existe toutes les variantes intermédiaires, les propriétés évoluant entre celles d'une structure de type sol et celles d'une structure de type gel.

## ***II. Propriétés générales du bitume :***

Le bitume confère à l'enrobé sa flexibilité et sa capacité à résister à certaines dégradations causées par plusieurs facteurs dont le trafic, les conditions climatiques du site, etc. A température de service élevée, le bitume doit demeurer suffisamment visqueux afin d'éviter que ne se produise le phénomène d'orniérage. A l'opposé, à basse température, le bitume doit conserver une certaine élasticité pour éviter le phénomène de fissuration par retrait thermique et la fragilisation de l'enrobé. Aux températures intermédiaires, il doit être résistant à la fatigue sous l'effet du trafic répété.

Le bitume est un matériau visco-élastique dont la souplesse d'emploi et les propriétés essentielles d'adhérence, de plasticité, d'élasticité, d'insolubilité dans l'eau et d'inertie à de nombreux agents chimiques lui ont valu un développement important dans la construction routière et industrielle.

### ***III.1 Les caractéristiques physiques :***

Les bitumes sont capables d'évacuer de l'eau et d'amortir les bruits, les bitumes à haute cohésion résistent à de fortes contraintes mécaniques (comme le passage des poids lourds) [26].

Ils sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques [27] dont les cinq plus utilisés sont la densité, ductilité, la pénétration, le point de ramollissement et le point de flash. D'autres tests comprennent viscosité en fusion, poids moléculaire, Fraas, point de rupture, l'indice de pénétrabilité, et les pertes de chauffage.

### ***III.1.a La mesure de pénétrabilité:***

La pénétrabilité représente la mesure de l'enfoncement d'une aiguille normalisée dans un bitume maintenu à une température donnée, au bout de 5 secondes sous une charge définie. Elle s'exprime en 1/10 mm. La pénétrabilité la plus utilisée est celle mesurée à 25 °C et avec un chargement de 100g. Ainsi, à une température donnée, plus un bitume est dur, plus sa valeur de pénétrabilité est faible [29] [Annexe B].

### ***III.1.b La Température de ramollissement Bille et Anneau (TBA) :***

C'est la température pour laquelle une bille d'acier s'enfonce à travers un disque de bitume contenu dans un anneau de métal dans des conditions définies de fabrication et d'essai. A cette température, le bitume présente une structure interne telle que les contraintes auxquelles il est soumis, par les conditions même de l'essai, sont suffisantes pour permettre une déformation irréversible, elle-même définie. Pour cela, une bille d'acier est placée sur un anneau de cuivre rempli préalablement de bitume ; l'ensemble est plongé dans un bain dont la température est élevée de 5°C par minute : la température de ramollissement est celle à laquelle la bille, entraînant la membrane de bitume, atteint un repère fixé. De bonnes corrélations existent entre la TBA et la résistance à l'orniérage pour les bitumes purs (conventionnels) [29] [Annexe B].

### ***III.1.c Point d'éclair :***

On appelle point d'éclair la température à laquelle les vapeurs d'un produit pétrolier, réchauffées dans des conditions standard, forment avec l'air au dessus de la surface du liquide ; un mélange susceptible de s'enflammer ou s'exploser lorsqu'on en approche une flamme [29] [Annexe B].

### ***III.1.d La densité :***

La densité : est la masse du liquide par unité de volume à une température déterminée. (ASTM D70).

La densité  $d_{t_1 t_2}$  : est le rapport d'un poids d'un volume d'échantillon à une température  $t_2$ , au poids de même volume d'eau à la température  $t_1$  [29] [AnnexeB].

### ***III.1.e Ductilité :***

C'est la capacité d'un asphalte à prolonger à une température généralement 25 ° C.

Sa valeur est déterminée comme l'allongement de l'asphalte avant rupture exprimée en centimètres (ASTM D113) [29,30] [Annexe B].

### ***III.2 Les caractéristiques chimiques :***

Le bitume peut être trouvé à l'état de dépôt naturel, mais il est beaucoup plus obtenu par les procédés de raffinage, ses propriétés chimiques sont les suivants :

- ✓ Le bitume est une masse composée essentiellement d'asphaltènes et de maltènes [31]
- ✓ Il est en grande partie non volatil et résiste à la plupart des acides, alcalis et des sels et à l'oxygène de l'air, dans l'eau il est complètement insoluble. Tout ceci lui donne une grande résistance aux influences climatiques [31].
- ✓ Le bitume est aussi souvent rendu fluide non par la chaleur, mais par un solvant hydrocarboné si ce solvant est le pétrole, on parle de cut-back ou de bitume fluidifié [15].
- ✓ Le bitume est un liquide viscoélastique de couleur sombre, durable imperméable, soluble dans le trichloréthylène [29].
- ✓ Le bitume peut être sous forme liquide visqueux ou solide, il se ramollit

progressivement quand il est chauffé [29].

✓ Il possède de très bonnes propriétés d'étanchéité [29].

✓ Le bitume possède un grand pouvoir agglomérant, car il adhère à la majorité

des matériaux usuels : pierre, bétons, bois, métal, verre [29].

✓ C'est un excellent isolant thermique. Il est léger, ductile et souple.

### ***III.3 Les caractéristiques mécaniques :***

De point de vue mécanique, il se comporte comme matériau plastique ou élastique [32]. Il est insoluble dans l'eau, mais l'on peut en obtenir des solutions dans de nombreux solvants organiques. Il est pratiquement inerte vis à vis de la plupart des agents chimiques usuels [29].

### ***III.4 Relations entre composition chimique et rhéologie [29] :***

Les propriétés rhéologiques d'un bitume dépendent de façon importante de sa teneur en asphaltènes et de la masse moléculaire de ces molécules. A température constante, la viscosité du bitume s'accroît lorsque la concentration en asphaltènes augmente dans une même matrice maltènes. De plus, l'accroissement en viscosité est significativement plus important que ce qui serait attendu si les asphaltènes étaient sphériques. En fait, les asphaltènes peuvent interagir entre eux ainsi qu'avec le milieu solvaté. Des études conduites à l'aide de la cryofracture suivie d'une observation au microscope électronique font apparaître la proportion des asphaltènes à se rassembler en feuillets.

Lorsque la température augmente, la viscosité diminue en même temps que les associations formées disparaissent. Inversement, lorsque la température décroît, les interactions se produisent et le bitume présente un caractère de plus en plus non-newtonien.

Lorsque le bitume est soumis à des efforts de cisaillement, ces associations se déforment ou se défont d'une façon qui n'est pas décrite convenablement

selon les concepts newtoniens classiques. Ainsi, aux températures ambiantes et intermédiaires, on conçoit que la rhéologie des bitumes est dominée par le degré d'association des asphaltènes et par la proportion relative des autres composants dans le système afin de stabiliser ces associations.

En maintenant constante la teneur en asphaltènes dans le bitume et en faisant varier les autres constituants, on constate que :

- l'accroissement de la teneur en saturés, pour un rapport résines sur aromatiques maintenu constant, ramollit le bitume,
- l'addition de résines durcit le bitume, accroît la viscosité mais réduit l'indice de pénétration et la susceptibilité au cisaillement.

### ***III.5 L'influence des paramètres de production sur la qualité des bitumes :***

#### ***III.5.a La qualité de la charge :***

La qualité des bitumes dépend de la composition chimique du brut réduit importé [33].

Les caractéristiques les plus importantes pour une charge de Brut Réduit Importé (BRI) sont [31]:

#### ***Viscosité à 50 C :***

La viscosité est une propriété rhéologique appréciée pour la qualité d'écoulement, et de pompabilité.

#### ***Teneur en soufre :***

Le soufre se présente sous forme de mercaptans et d'hydrogène sulfuré dans des résidus constitués de composés sulfurés acides qui provoquent la corrosion des équipements.

#### ***Teneur en sels, sédiments et eau (BSW) :***

L'eau représente un inconvénient d'ordre procès. Elle à un mauvais transfert de chaleur, elle provoque des perturbations au niveau de la colonne (système sous vide).

La présence des sels et sédiments provoque le bouchage en particulier celui de la batterie d'échange et donnent naissance à des composés acides sous l'effet des conditions thermodynamiques.

#### ***Teneur en Asphaltènes :***

Les asphaltènes constituent la partie lourde du BRI et attribuent à ce dernier la faculté de produire le bitume (ASPHALT).

La teneur en asphaltènes détermine la classe du BRI (riche ou faible en asphaltènes) et conditionne par ailleurs le rendement en bitume au niveau de la colonne sous vide.

#### ***III.5.b La température de soufflage :***

La réaction d'oxydation doit se faire à des températures comprise entre 250 et 280°C [29].

#### ***III.5.c Le vide appliqué :***

Il faut assurer un vide de 30mmHg en tête de la colonne sous vide et 50mmHg en zone de flash, cela permet de fractionner à une température moins élevée pour éviter le craquage des molécules [29].

#### ***III.5.d La température de flash :***

Elle est entre 320 et 380°C, c'est la température à la sortie du four ; elle dépend de la qualité de BRI (densité et viscosité). Cette variable est réglée en fonction de la pénétrabilité visée du bitume à produire [29].

#### ***III.5.e Le débit d'air :***

Il sert de régler la pénétration du bitume, mais le débit doit être au minimum possible à fin de ne pas altérer la ductilité [29].

#### ***III.6 Les produits bitumineux:***

Les bitumes sont fabriqués industriellement par la distillation des pétroles bruts. Ces bitumes peuvent être utilisés tels quels ou servir de base à l'élaboration de bitumes de classes intermédiaires. Certaines qualités sont fabriquées par soufflage ou rectification à l'air, d'autres par désasphaltage de

certaines bases au moyen d'un solvant sélectif. On peut aussi y ajouter des polymères ou des additifs pour en modifier les propriétés physico-chimiques. La combinaison de ces procédés permet d'obtenir une gamme très variée de produits pouvant répondre aux exigences d'utilisations très différentes.

### ***III.6.a Bitumes purs :***

Les plus communs des bitumes routiers sont obtenus en raffinerie par distillation directe, sauf les plus durs pour lesquels on peut faire appel à la rectification à l'air ou au désasphaltage (voir p. concernant le désasphaltage). La marge de pénétrabilité, qui caractérise la dureté, varie de 50/70 à 160/220 pour les bitumes considérés comme mous, et de 10/20 à 35/50 pour les bitumes appelés durs sur les chantiers (cette terminologie ne correspond pas exactement au classement retenu par les normes) [34].

Les dénominations usuelles sont les suivants :

C1 :180/220, C2 :80/100, C3 :40/50, C4 :20/30.

Ces bitumes peuvent être employés pour la fabrication d'enrobés à chaud.

Les caractéristiques des bitumes purs sont indiquées dans le tableau [2] ci-après:

**Tableau II.1:** Les caractéristiques des bitumes purs.

Caractéristiques	Unité	ASTM	Classes			
Pénétrabilité à 25°C	X <sub>0</sub> , 1mm	D5	20-30	40-50	80-100	180-220
Point de ramollissement	°C	D36	52-65	47-61	41-51	34-43
Densité		D70	1.00-1.1	1.00-1.1	1.00-1.07	1.00-1.07
Point d'éclair, mini	°C	D92	250	250	230	230
Teneur en paraffines, maxi	% (mm)	D66015	4,5	4,5	4,5	4,5
Solubilité, mini	% (m/m)	D2042	99,0	99,0	99,0	99,0
Ductilité à 25°C	Cm	D113	>= 50	>= 60	>= 100	>= 100

**NOTE :** le terme % (m/m) est utilisé pour représenter la fraction massique.

### ***III.6.b Bitumes modifiés***

Les bitumes modifiés sont des liants bitumineux dont les propriétés ont été modifiées par l'emploi d'un agent chimique, qui, introduit dans le bitume de base, en modifie la structure chimique et les propriétés physiques et mécaniques [34].

### ***III.6.c Bitumes fluidifiés***

Pour faciliter la mise en œuvre, on réduit la viscosité en ajoutant des fluidifiants (par exemple le kérosène) qui ramollissent le bitume. Certains bitumes fluidifiés peuvent être appliqués à température ambiante.

Les différentes qualités de bitumes fluidifiés utilisés sur les routes portent les dénominations suivantes exprimant les limites de viscosité à 25°C :  
Les bitumes fluidifiés 0/1 et 10/15 très fluide sont utilisés pour l'imprégnation des sols.

Le 400/600 pour la réalisation de revêtements superficiels sur chemins à faible circulation.

Le 800/1400 pour le revêtement superficiel de routes à grande circulations ainsi que pour la fabrication d'enrobé à froid [33].

#### ***III.6.d Bitumes fluxés***

L'ajout d'un fluxant, souvent une huile, ramollit le bitume et permet sa mise en œuvre à une température légèrement supérieure à 100 °C. La partie la plus légère du fluxant s'évapore tandis que la plus lourde a pour rôle de plastifier le liant en place [34].

#### ***III.6.e Emulsions de bitume***

L'émulsion est une dispersion très fine du bitume dans l'eau. Il en existe deux catégories : les émulsions anioniques et les émulsions cationiques. La stabilité de la dispersion est obtenue par l'ajout d'un tensioactif qui réduit la tension interfaciale eau / bitume et polarise les globules de bitume soit négativement (émulsion anionique), soit positivement (émulsion cationique). C'est la nature du tensioactif qui détermine la polarité de l'émulsion. Les émulsions de bitume peuvent être mises en œuvre à température modérée (< 80 °C), voire à température ambiante [34].

#### ***III.6.f Bitumes industriels:***

***On distingue les bitumes oxydés :***

(R – grades) et les bitumes industriels durs (H – grades), obtenus par soufflage à l'air de bases sélectionnées. Pour des pénétrabilités identiques, le bitume soufflé présente un point de ramollissement plus élevé que les bitumes conventionnels obtenus par distillation directe. Ses propriétés viscoélastiques sont également différentes [64].

### **III.6.g Bitumes spéciaux**

Les bitumes multigrades sont des bitumes élaborés en raffinerie sans ajout. Ils ont une susceptibilité à la température plus faible (la viscosité chute plus lentement lorsque la température augmente). Les bitumes pigmentables sont issus d'un procédé spécial de fabrication destiné à les rendre capables d'intégrer un pigment (leur base contient moins d'asphaltènes).

Les liants clairs sont des produits synthétiques translucides en film mince, obtenus par la combinaison d'huiles, de résines et souvent de polymères.

Les bitumes purs, modifiés et spéciaux s'utilisent à chaud, à des températures de l'ordre de 150 °C.

Ces trois types de bitume peuvent être transformés par ajout de fluidifiants ou de fluxants. Ils peuvent aussi être mis en émulsion [33].

#### **Remarque :**

Un liant hydrocarboné est d'une manière générale un matériau adhésif contenant du bitume, ou du goudron, ou les deux. Cet élément agrégé avec des granulats fournit des « matériaux enrobés ».

Le goudron n'étant plus guère utilisé en construction routière, au profit du bitume, on parle de préférence de liant bitumineux.

Le liant bitumineux peut être un bitume pur, un bitume modifié ou un bitume spécial (bitumes durs, pigmentables, colorés, liants de régénération) ou un liant de synthèse.

Si on mélange un de ces bitumes avec certains produits on obtient de nouveaux liants utilisés dans certaines techniques routières :

avec un diluant, on obtient un bitume fluidifié, avec une huile, on obtient un bitume fluxé, avec de l'eau, on obtient une émulsion de bitume.

À défaut d'autre donnée, la masse volumique du bitume est prise égale à 1,03 t/m<sup>3</sup>.

### ***III.7 Applications***

#### ***III.7.a Applications routières***

La grande majorité des bitumes sont utilisés pour la construction des routes, parce qu'il contribue par ses propriétés viscoélastiques au comportement mécanique de la structure de la chaussée. Il en assure également l'étanchéité du fait de son insensibilité à la plupart des agents chimiques usuels, en particulier l'eau.

On utilise les bitumes purs, les bitumes fluidifiés et fluxés ainsi que les émulsions [66].

#### ***III.7.b Applications hydrauliques :***

Imperméables, insensibles à l'eau, résistant à la plupart des agents chimiques courants et aux micro-organismes, durables, les bitumes possèdent une grande aptitude à résoudre de nombreux problèmes d'hydraulique. La souplesse des étanchéités bitumineuses leur permet de s'adapter aux tassements de leur support sans se fissurer ni perdre leurs propriétés.

Pour les applications hydrauliques, les bitumes peuvent être utilisés purs ou sous forme de membranes bitumineuses préfabriquées, d'asphalte coulé ou d'enrobés.

#### ***III.7.c Applications industrielles***

Les applications industrielles, c'est-à-dire autres que routières et hydrauliques, du bitume font souvent appel à des produits spécifiques.

On cite des exemples les plus consommables au bitume :

- ✓ **Bâtiments, ouvrages d'art, trottoirs.**
- ✓ **Etanchéité par membranes bitumineuses :** Deux types de bitume répondent à ces exigences : les bitumes soufflés et les bitumes-polymères.
- ✓ **Réalisations à base d'asphalte**
- ✓ **Isolation thermique et phonique des bâtiments.**

## ✓ Peintures, encres et vernis

### *III.7.d Autres applications*

Le bitume peut entrer dans de nombreuses autres applications, parmi lesquelles on peut citer :

- Insonorisation de pièces d'automobiles (amortissement des vibrations)
- Industrie du caoutchouc (facilite le démoulage)
- Enduction de papier d'emballage (étanchéité)
- Isolation électrique et piles électriques (résistivité électrique)
- Condensateurs (constante diélectrique)
- Face inférieure de moquettes (amortissement et collage)
- Agriculture (germination accélérée grâce à un tapis d'émulsion biodégradable, le "mulch")
- Pigeons d'argile (propriétés mécaniques)
- Graisses spéciales utilisées dans des conditions de température et de pression très élevées (laminoirs) [8].

### *III.8 Le traitement des bitumes :*

Après les opérations de distillation primaires, il faut faire subir aux bitumes, qui constituent une portion du résidu, un traitement qui leur donner les caractéristiques requises pour leur utilisation finale. Le bitume destiné aux matériaux de couverture est obtenu par soufflage d'air. Le résidu est chauffé dans un four tubulaire jusqu'à une température atteignant presque son point d'éclair, puis il est chargé dans une tour de soufflage où de l'air chaud est injecté pendant une durée prédéterminée. La déshydrogénation du bitume donne du sulfure d'hydrogène et l'oxydation produit du dioxyde de soufre. On injecte de la vapeur au sommet de la tour pour entraîner les contaminants, puis on fait passer cette vapeur dans un épurateur pour condenser les hydrocarbures.

En général, on utilise la distillation sous vide pour produire le bitume utilisé pour les revêtements routiers. Le résidu est chauffé, puis chargé dans une colonne maintenue sous vide pour éviter qu'il y ait craquage.

L'eau obtenue par condensation de la vapeur utilisée dans les divers procédés de traitement du bitume renferme des traces d'hydrocarbures. Toute perte de vide peut entraîner l'entrée d'air atmosphérique et provoquer un incendie. Lors de la production de bitume, l'augmentation de la température au fond de la tour de distillation sous vide pour améliorer l'efficacité du procédé peut entraîner la production de méthane par craquage thermique. Il risque alors d'y avoir, dans les réservoirs de stockage du bitume, production de vapeurs en concentrations comprises dans la plage d'inflammabilité, mais non détectables par l'essai flash. L'eau obtenue par condensation lors du traitement du bitume par soufflage d'air peut aussi contenir divers contaminants.

# CHAPITRE III

## Bitumes modifiés

## ***I. Introduction :***

Ce chapitre expose d'une façon générale les bitumes modifiés, les additifs qui peuvent être ajoutés au bitume pour changer les caractéristiques et le comportement.

## ***II. Les bitumes modifiés :***

Les bitumes modifiés sont des liants bitumineux dont les propriétés ont été modifiées par l'emploi d'un agent chimique, qui introduit dans le bitume de base, en modifie la structure chimique et les propriétés physiques et mécaniques. Ils sont utilisés dans le domaine de la route.

## ***III. Nécessité de modification des liants bitumineux :***

Les liants bitumineux tels que produits dans des raffineries ne possèdent pas les performances requises pour être utilisés dans la construction des routes qui sont de plus en plus soumises à des fortes charges des camions, à un trafic intense et à des conditions climatiques très rigoureuses. Pour augmenter les performances de ces liants, on fait donc appel à des techniques de modification. L'objectif de la modification est de produire un liant "idéal" qui devrait avoir une cohésivité et une adhésivité améliorées et une susceptibilité thermique très faible dans toute la plage des températures d'utilisation. Les résistances à la déformation permanente, à la rupture et à la fatigue devraient être fortes, d'autant que la susceptibilité aux temps de charge devrait être faible.

À cet effet, les chercheurs se sont fixés comme objectif de trouver des additifs plus performants, moins coûteux et capables d'être incorporés dans des matrices bitumineuses. Depuis une trentaine d'années, plusieurs recherches ont été effectuées sur la modification des bitumes (ou plus généralement sur la modification des liants hydrocarbonés): thèses, rapports de recherche, communications dans

des colloques et congrès, articles de revue, etc. ... Il faut bien avouer que l'utilisation effective des bitumes modifiés dans la construction et l'entretien des routes n'est, au niveau mondial, qu'un pâle reflet de la place importante qu'ils tiennent dans la littérature technique.

#### ***IV. Les propriétés :***

Les propriétés fondamentales d'un bitume modifié [25] pour son utilisation en routes sont :

- Bonne adhésivité.
- Bonne comportement rhéologique.
- Bonne résistance au vieillissement.
- Bonne stabilité de stockage.
- Bonne cohésion.
- Bonne élasticité.

#### ***V. Les additifs :***

Les additifs sont des matériaux ajoutés en petites quantités aux composants de l'enrobé pour en améliorer les propriétés. Ils peuvent être introduits soit dans le mélange au moment du malaxage soit directement dans la cuve bitume :

#### ***Dopes d'adhésivité***

Pour améliorer l'affinité réciproque entre le liant et les granulats et en assurer la pérennité, des dopes d'adhésivité peuvent être utilisés. Il s'agit principalement de composés tensioactifs azotés dérivés des acides gras (amines, polyamines...) dosés à environ 0,3 à 0,6% du bitume. La chaux ou les fines

calcaires, dosées jusqu'à 1 % du bitume, peuvent également être utilisées comme agents dopants.

### ***Polyéthylène***

Provenance : déchets de câble, broyage de bouteilles de lait, de films polyéthylène, polyéthylène neuf.

Les déchets de polyéthylène sont souvent un mélange de polyéthylène de haute et basse densité. Lors de la fusion voisine de 130 °C le polyéthylène se combine en partie avec le bitume. Le dosage est habituellement compris entre 0,4 % et 1 %, par rapport aux granulats. La proportion de polyéthylène par rapport au bitume, peut ainsi varier entre 20 % et 66 %.

### ***Polymères***

Ils se présentent sous forme de granulés incorporés lors du malaxage du mélange.

### ***Poudrette de caoutchouc et granulats de caoutchouc***

Incorporé au moment du malaxage, le caoutchouc se combine partiellement avec le bitume. La température de fabrication est supérieure à celle du bitume pur.

La masse volumique du caoutchouc est de 1,15 g/cm<sup>3</sup>.

### ***Fibres neuves et de recyclage***

Les fibres peuvent être mélangées au liant préalablement ou introduites dans le mélange à sec ou encore après incorporation du bitume. Selon le type de fibres, le mode de préparation en laboratoire doit être adapté tout en restant fidèle au mode d'incorporation industrielle.

- Différentes natures de fibres sont utilisées :

### ***Verre***

Ce sont des fibres inorganiques de longueur comprise entre 100  $\mu\text{m}$  et 10 mm, d'un diamètre de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$  à 6  $\mu\text{m}$ . Le traitement de surface conditionne les propriétés induites. Le dosage habituel est de 0,8 % par rapport aux granulats. Leur masse volumique est de 2,5 g/cm<sup>3</sup> et leur surface spécifique théorique est de 0,3 m<sup>2</sup>/g.

### ***Cellulose***

Ce sont des fibres naturelles de longueur  $\approx$  1,1 mm, d'un diamètre de l'ordre de 15  $\mu\text{m}$  à 50  $\mu\text{m}$ . Elles peuvent être pré-enrobées sous forme de granulés. Leur dosage est de 0,3 % au maximum par rapport aux granulats. Leur masse volumique est de 0,9 g/cm<sup>3</sup> et leur surface spécifique théorique est de 0,16 m<sup>2</sup>/g.

### ***Roche***

Ce sont des fibres minérales de longueur comprise entre 200  $\mu\text{m}$  et 2 mm, d'un diamètre de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$  à 5  $\mu\text{m}$ . Leur masse volumique est de 2,7 g/cm<sup>3</sup> et leur surface spécifique théorique est de 0,6 m<sup>2</sup>/g.

### ***Polyester***

Ce sont des fibres synthétiques de longueur comprise entre 600  $\mu\text{m}$  et 1,2 mm, voire 6 mm. Elles résistent à une température de 220°C. Le dosage est de l'ordre de 0,6 % par rapport aux granulats.

### ***Composite***

Ce sont des fibres issues de produits de recyclage par exemple de pièces automobiles.

### ***Bitumes et asphaltes naturels***

#### ***Bitume de Trinidad épuré :***

Le bitume épuré est extrait par raffinage, il contient une partie minérale, sa masse volumique est voisine de 1,40 g/cm<sup>3</sup>, la pénétration à 25 °C est comprise entre 1 1/10 mm et 4 1/10 mm, et la température bille-anneau supérieure à 90 °C. (Le bitume « soluble » a une pénétration standard de 3 à 12 1/10 mm et une température bille-anneau comprise entre 68 et 78 °C).

#### ***Poudre de Trinidad 50/50***

C'est un mélange composé de 50 % de bitume de Trinidad épuré et de 50 % de filler calcaire.

### ***Gilsonite :***

La Gilsonite est un hydrocarbure naturel, qui se présente sous forme de 0/2.

La masse volumique est de 1,05 g/cm<sup>3</sup>, la pénétration standard est voisine de 0 (1/10 mm) et la température bille-anneau supérieure à 150°C. Le dosage va de quelques pour-cent à 10 % des granulats secs.

### ***Colorants :***

Les pigments organiques fournissent des nuances variées et très lumineuses, mais présentent une instabilité à la lumière et aux températures élevées.

Les colorants utilisés en technique routière sont des pigments minéraux qui ont fait preuve de thermo stabilité lors de la confection à chaud des revêtements bitumineux, de résistance aux intempéries ainsi qu'à la lumière (UV).

Les plus courants sont les oxydes métalliques suivants :

- ✓ Les oxydes de fer de couleur rouge, jaune ou grise.
- ✓ Le chromate de plomb jaune clair.
- ✓ L'oxyde de chrome de couleur verte.
- ✓ L'oxyde de cobalt de couleur bleu.
- ✓ L'oxyde de titane de couleur blanche.

## ***VI. Les types de modifications par polymères :***

Il existe deux types:

### ***VI.1 Les liants modifiés plastomères :***

Bitume polymère de nature plastomère. Ce liant disponible en différents grades pour les enrobés, est un produit à hautes performances. De nature multigrade, il résiste à chaud comme un bitume dur et reste flexible à froid comme un bitume mou. Malgré sa forte modification, il possède une grande stabilité au stockage. Il procure aux enrobés une grande maniabilité et une grande facilité d'application. Il est particulièrement recommandé en couches minces, très minces ou ultra-minces sur chaussées à fortes déflexions, fissurées ou pavées. Il convient également pour les techniques d'enrobés drainants, de revêtements d'ouvrages d'art, de sables enrobés retardateurs de remontées de fissures voire d'enrobés de rechargement léger [24].

### ***VI.2 Les liants modifiés élastomères :***

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

Les bitumes élastomères réticulés ont une structure résultant d'une double forme de liaisons extrêmement fines, de l'ordre du micromètre. Cette réaction est irréversible.

Les bitumes élastomères réticulés ont par rapport au liant initial, des résistances en traction plus élevées, ainsi que des raideurs et des ductilités augmentées.

La modification du bitume par des élastomères induit des différences de comportement rhéologique. Par rapport au bitume pur, le BmP (SBS) présente, à basse température, des modules plus faibles, donc une meilleure flexibilité. La situation s'inverse à hautes températures. Pour un bitume donné, cette modification du comportement rhéologique, dépend de la nature et de la teneur en polymères [23].

Bitume polymère de nature élastomérique. Ce liant disponible en différents grades pour les enrobés, est un produit à hautes performances. Malgré sa forte modification, il possède une grande stabilité au stockage. Il est particulièrement recommandé en couches minces, très minces ou ultra-minces sur chaussées à fortes déflexions, fissurées ou pavées. Il convient également pour les techniques d'enrobés drainants, de revêtements d'ouvrages d'art, de sables enrobés retardateurs de remontées de fissures voire d'enrobés de rechargement léger [24].

### ***VII. Compatibilité Bitume-Polymère :***

Le choix de polymères pour modifier les bitumes est restreint à quelques familles chimiques, essentiellement les plastomères et les élastomères [26]. Comme chaque bitume possède une composition chimique propre qui dépend de l'origine de son brut et dans une moindre mesure, du procédé de raffinage, composition qui est généralement insuffisamment définie pour prédire une compatibilité avec tel ou tel polymère, le meilleur moyen de tester la compatibilité d'un couple bitume-polymère demeure l'essai de laboratoire. Pourtant, certains chercheurs ont formalisé la notion de compatibilité bitume-

polymère selon des principes généraux qui permettent d'anticiper grossièrement l'aptitude d'un bitume à former de bons BMP [6, 7] :

- une forte teneur en asphaltènes diminue la compatibilité bitume-polymère
- l'aromaticité des maltènes doit se situer dans une gamme optimale pour garantir une bonne compatibilité.

Des approches théoriques permettent de préciser ces concepts. En particulier, Laval et Quivoron ont montré comment le concept de balance hydrophile-lipophile utilisé pour classer les tensioactifs, peut permettre de prédire la compatibilité de monomères époxy avec le bitume [29]. Cette approche a été raffinée par Laval et Brûlé qui ont montré que la valeur HLB d'une époxy doit être [30] :

- inférieure à 6,3 ou 8 (suivant la nature du bitume) pour obtenir une miscibilité totale (solubilité),
- entre 6,3 et 9,3 ou entre 8 et 11,8 (suivant la nature du bitume) pour obtenir

une bonne compatibilité au sens défini ci-dessus,

- supérieure à 9,3 ou 11,8 (suivant la nature du bitume) pour une insolubilité complète.

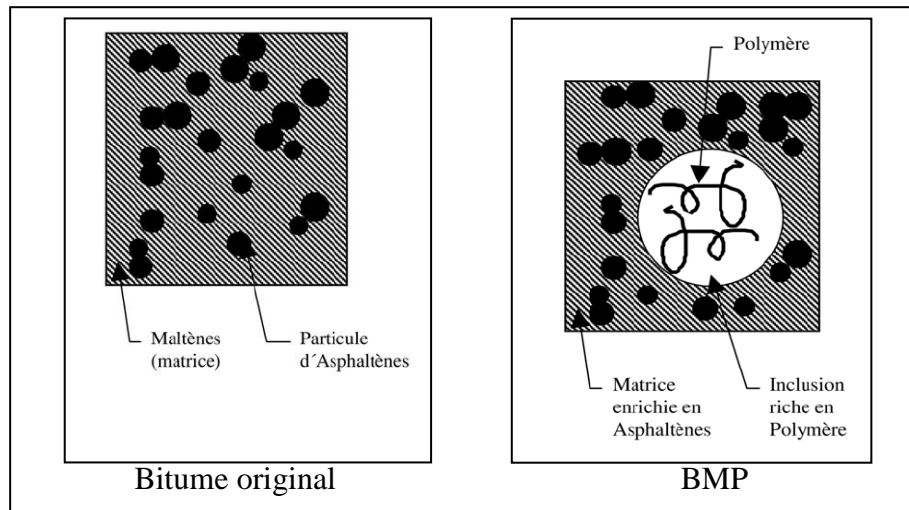
Ces résultats sont très intéressants, du fait du caractère prédictif de la notion d'HLB. En effet, Davies a montré que l'HLB d'une molécule peut être prédit d'après sa formule chimique [31]. Ainsi, il devient possible de proposer des molécules à structure chimique optimisée vis-à-vis de leur compatibilité pour un bitume donné, comme vérifié par Laval et Brûlé [28].

Malheureusement, le concept HLB n'est pas applicable aux macromolécules, et devient donc difficilement utilisables pour les BMP actuels.

Toutefois, des principes assez proches donnent des résultats intéressants, en utilisant les paramètres de solubilité des polymères, qui sont aussi calculables d'après la formule chimique [32]. Ainsi, il est nécessaire que le paramètre de solubilité d'un polymère soit proche de 17-18 (MPa)<sup>0.5</sup> pour obtenir une bonne compatibilité avec la plupart des bitumes [33]. Cette valeur correspond au paramètre de solubilité des aromatiques du bitume [32]. Pourtant, ces approches basées sur les paramètres de solubilité sont nécessaires mais pas suffisantes, car elles ne tiennent pas compte des différences de polarité des molécules ; aussi, des approches plus précises existent dans la littérature sur les mélanges de polymères [34] mais sont d'un intérêt limité vis-à-vis d'une éventuelle application dans les BMP, suite à la difficulté que représente la mesure des paramètres expérimentaux sur les bitumes.

De manière beaucoup plus pragmatique, Bonemazzi et collaborateurs ont proposé d'utiliser un essai d'absorption d'huile aromatique pour anticiper le gonflement de polymères par le bitume [35]. Aussi, le taux de gonflement du polymère dans le bitume, exprimé comme le volume de phase riche en polymère obtenue pour un volume de polymère introduit, reste le meilleur moyen de quantifier la compatibilité.

Du côté du polymère, il est connu que la masse molaire diminue la solubilité [36], Ce peu d'effet de la masse moléculaire peut sembler surprenant connaissant son influence sur la solubilité des polymères [37].



*Figure III.1 : Effet de la modification polymère sur la structure colloïdale du bitume [38].*

La nature chimique du polymère devient ainsi le facteur prépondérant conditionnant la compatibilité [38].

De fait, la compatibilité bitume-polymère est un facteur essentiel régissant les propriétés d'un BMP, bien que sa définition demeure vague et que son évaluation reste essentiellement empirique, suite à la difficulté de caractériser la chimie des bitumes avec les indicateurs classiques (HLB, paramètres de solubilité,...). Aussi, cette compatibilité, qui s'exprime directement par le taux de gonflement du polymère, dépend à la fois du bitume utilisé et du polymère choisi, ce qui fait que la notion de polymère idéal ne peut être appliquée qu'à un bitume donné et ne pourra être vraie pour l'ensemble des bitumes d'origines diverses [38].

# CHAPTER 2

Les polymères, plastomère et élastomère

## ***I. Introduction :***

Ce chapitre s'emploie à étudier les polymères, le phénomène de polymérisation, la caractérisation d'un polymère, ses utilisations, et présente les deux grandes familles de polymères les élastomères et les plastomère.

## ***II. Généralités sur les polymères :***

Les polymères sont devenus l'élément essentiel d'un nombre très important d'objets, dans lesquels ils ont souvent remplacé les substances naturelles. Depuis leur commercialisation des matières plastiques en 1938 [45], ils ont occupé une place sans cesse grandissante dans nos industries, nos voitures, nos foyers, etc. Les avantages à l'utilisation des matières plastiques sont innombrables Certains polymères sont utilisés en solution comme par exemple dans les shampooings ; d'autres forment des matériaux solides. Pour ces applications, les polymères sont généralement mélangés à d'autres substances - des charges telles que la silice, des additifs tels que les antioxydants - dans des opérations de formulation. La fabrication des objets eux-mêmes résulte la plupart du temps d'une opération de mise en œuvre dans un procédé industriel qui relève du domaine de la plasturgie [46]. Finalement leur polyvalence permet le fonctionnement d'entreprises de tous les domaines [47].

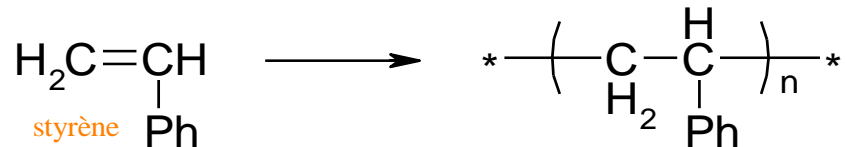
### ***II.1 Définition du polymère :***

Un polymère est une macromolécule formée de l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités de répétition qui dérivent d'un ou de plusieurs monomères (qui sont également appelés motifs) et préparée à partir de molécules appelées monomère [48].

**Exemple [48] :**

-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>- est l'unité du polymère.

Tout monomère comporte au minimum deux sites réactifs. La polymérisation sur la double liaison du monomère correspond à l'ouverture de la double liaison.



## II.2 La formation des polymères :

Certains polymères ont une origine naturelle mais ceux provenant des dérivés pétroliers sont des produits de synthèse obtenus par voie chimique enzymatique ou par polymérisation. Ce sont des substances en général organiques parfois en partie inorganique. Ils sont liquides ou solides à température ambiante. Le vapocraquage du naphta et les distillations successives ont produit entre autres de l'éthylène et du propylène. Ces bases liquides ou gazeuses de monomères vont donc subir des réactions de polymérisation. Ces réactions conduisent à la formation de macromolécules en longues chaînes, ayant une structure tridimensionnelle, par établissement de liaisons covalentes entre les petites molécules monomères. La plupart des polymères industriels sont fabriqués à partir d'un seul type de monomère comme par exemple le polystyrène ou bien à partir de plusieurs types de monomères : on parle alors de copolymères, comme par exemple l'acrylonitrile butadiène styrène.

Les réactions de polymérisation fournissent différents plastomères en fonction de la température, de la pression, des réactifs et des catalyseurs en présence [48].

### ***II.3 Polymérisation :***

L'opération qui permet de passer du monomère au polymère est la polymérisation. Cette opération peut être considérée comme l'assemblage de particules de monomères pour former une chaîne qui constituera le polymère : Cette opération n'est possible que grâce à la structure particulière des monomères et sous certaines conditions: Pression - Température – catalyseurs.

### ***II.4 Les modes d'obtention des polymères :***

Les deux procédés de base de la polymérisation sont les réactions par condensation et par addition.

- La polycondensation : produit des polymères à longueur de chaîne variable

Par élimination d'un condensat d'eau, d'ammoniaque ou de gaz carbonique, les Monomères s'associent entre eux sans intervention extérieure.

- La polyaddition : Il s'agit d'une opération analogue à la précédente, La réaction par addition ne génère que des polymères de longueurs spécifiques, sans aucun sous-produit.

### ***Remarque :***

Les polymères ou macromolécules finalement obtenus constituent la matière première utilisée par les plasturgistes. Ces résines de base sont en général livrées sous forme de granulés ou de poudres. Le catalyseur étant un produit chimique provoquant ou facilitant une réaction.

## ***II.5 Différents types de polymères [48] :***

Il existe deux types de polymères :

- Les homopolymères
- Les copolymères

### ***II.5.a Les homopolymères :***

Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité. Parmi les homopolymères, on peut citer le polyéthylène.

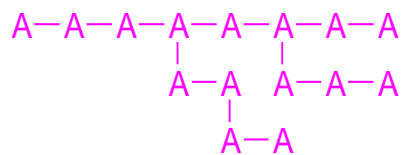
Il existe, au sein des homopolymères, différentes familles. Pour la suite du paragraphe, A sera l'unité de l'homopolymère.

Parmi les différents types d'homopolymères, nous trouvons :

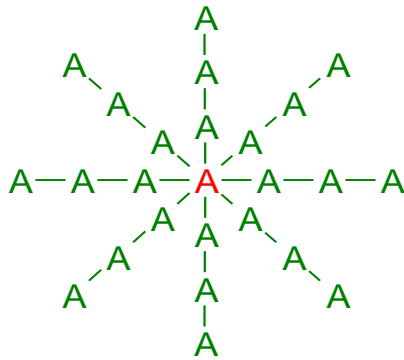
- les homopolymères linéaires :



- les homopolymères branchés :

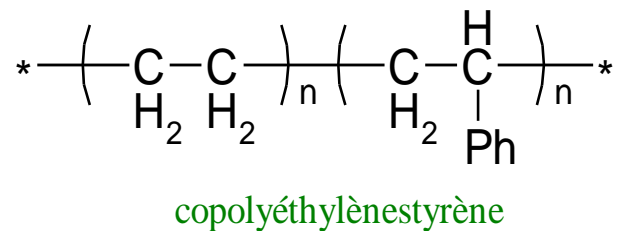


-Les homopolymères étoilés :



### II.5.b Les copolymères :

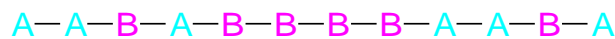
Les copolymères sont des polymères qui possèdent plusieurs unités [49] comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles. On parle alors de modes de copolymères



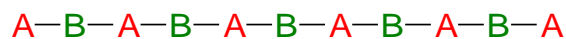
Pour la suite du paragraphe, A et B seront deux unités différentes du copolymère.

- Parmi les différents modes de copolymères, nous trouvons :

- le mode statistique :



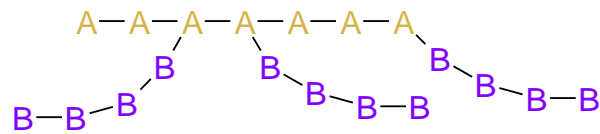
- le mode alterné :



- le mode séquencé :



- le mode greffé :



Les polymères, qu'ils soient homo ou copolymères, peuvent être réticulés. Un polymère réticulé est un polymère dont certaines de ses chaînes sont reliées entre elles par des ponts chimiques covalents.

La plupart des polymères doivent être réticulés avant leur utilisation. En effet, un polymère est un liquide et pour le maintenir en place, il faut le réticuler.

## ***II.6 Caractérisation d'un polymère [48] :***

### ***La masse***

Pour une masse d'environ 400, ce polymère est un liquide de frein. Par contre, avec une masse d'environ 2000, ce polymère apparaît sous forme de poudre blanche et est utilisé dans la fabrication des médicaments.

Les polymères naturels ont une masse molaire de 107 tandis que les polymères industriels les plus utilisés ont une masse molaire de 105.

### ***La qualité***

La qualité de polymère dépend de la valeur de l'indice de polymérisation : les bonnes propriétés pour un échantillon ayant un  $I_{p_{max}}$  de 1,1. (Ip est l'indice de poly molarité qui mesure la largeur de la dispersion des masses).

### ***La structure***

Un polymère va avoir une structure que l'on peut détailler en plusieurs niveaux [50] :

- Structure primaire : est l'enchaînement covalent des motifs monomères.

- Structure secondaire : est la conformation d'une chaîne isolée.

- Structure tertiaire : Cette structure touche à l'organisation des chaînes au sein du matériau.

Les polymères dont la structure est basée sur un mélange de comportement vitreux et cristallin sont appelés des polymères semi-cristallins.

### ***L'élongation***

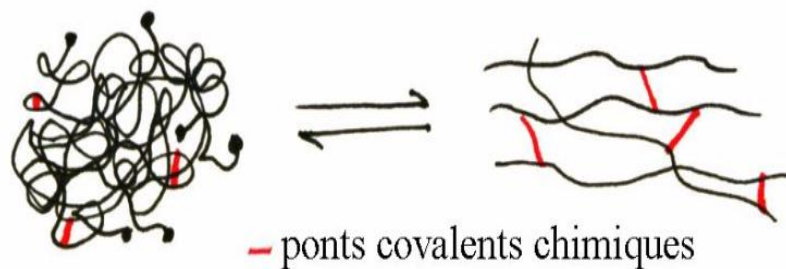
Un élastomère va s'allonger de 800 à 900% de sa longueur initiale pour une contrainte faible puis va se rompre. L'élongation est réversible, c'est à dire qu'il reprend sa forme initiale.

Pour un plastique souple, il y a un allongement important pour une contrainte importante. Cependant, ce n'est pas un phénomène réversible.

Les fibres ne supportent qu'un allongement à la rupture d'environ 10%. La contrainte de rupture est très élevée.

Les plastiques durs supportent un allongement de 0,5%.

Pour que le phénomène soit réversible, il faut qu'il y soit des pontages.



Le polymère va retourner à sa forme amorphe.

### ***II.7 Comportement thermique :***

On distingue les thermoplastiques et les thermodurcissables par leur comportement thermique. Les thermoplastiques, constitués de polymères linéaires ou ramifiés, fondent de manière réversible par simple chauffage (100-

200 °C). Cette propriété est utilisée pour leur mise en forme. Les polymères thermodurcissables subissent une cuisson (vulcanisation) après leur mise en forme pour les réticuler (création de ponts entre les chaînes). Cette opération les rend infusibles (Il ne pourra plus jamais changer d'état. Il devient résistant à la température) [51].

## ***II.8 Utilisations :***

### ***II.8.a Type d'usage :***

Les polymères de faible poids moléculaire, sont faciles à mettre en œuvre et remplacent avantageusement des matériaux naturels, comme le bois ou les métaux, grâce à leur faible prix de revient.

Les polymères techniques mises au point pour des applications spécifiques, peuvent atteindre de très hautes performances (mécaniques, chimiques, électriques et / ou optiques), mais leur prix de revient est plus élevé [51].

### ***II.8.b Le domaine d'application :***

Le domaine d'application des matières plastiques est de plus en plus vaste : 40 % des plastiques sont utilisés sous forme de plaques, feuilles, films, tubes, tuyaux ou profilés, 30 %, pour l'emballage de type flaconnage, 18 %, dans le bâtiment et les travaux publics ; 6 %, dans des pièces techniques (automobiles, électricité, électroménager), et 6 % dans les biens de consommation (ameublement, vêtements, chaussures) [51].

### ***A. Les élastomères :***

Un élastomère est un polymère « élastique » : il supporte de très grandes déformations (presque  $\gg 100\%$ ) totalement réversibles. La plupart des élastomères sont des polymères organiques.

Un élastomère est constitué de longues chaînes moléculaires rassemblées. Ces chaînes sont reliées entre elles par des points de réticulation, des enchevêtrements ou encore des liaisons polaires avec des charges minérales. Elles forment un réseau.

Plus la longueur des chaînes moléculaires est faible (réseau dense) plus l'élastomère est raide.

L'élastomère est une Substance macromoléculaire à haute élasticité, utilisée comme caoutchouc synthétique [52].

### ***Le caoutchouc :***

Le caoutchouc est un matériau qui peut être obtenu soit par la transformation du latex naturellement sécrété par certains végétaux (par exemple, l'hévéa), soit de façon synthétique [45].

Caoutchouc, composé naturel ou synthétique, caractérisé par son élasticité, son imperméabilité et sa résistance électrique. Le caoutchouc naturel est obtenu à partir d'un liquide blanc laiteux appelé latex, fourni par de nombreuses plantes ; les caoutchoucs synthétiques sont des élastomères préparés à partir d'hydrocarbures insaturés [47].



*Figure IV.1 : L'empêche de latex pour prendre en masse avec l'ajoute quelques gouttes d'ammoniaque.*

### ***1. Les propriétés physico-chimiques de caoutchouc :***

Le caoutchouc brut (latex coagulé) est un polymère naturel blanc ou incolore, dont la plus petite unité est l'isoprène, de formule  $C_5H_8$ . À la température de l'air liquide (environ  $-195\text{ °C}$ ), le caoutchouc brut est un solide dur et transparent ; de  $0\text{ °C}$  à  $10\text{ °C}$ , il est cassant et opaque ; au-dessus de  $20\text{ °C}$ , il devient mou, élastique et translucide. Lorsque le caoutchouc est malaxé mécaniquement ou chauffé au-dessus de  $50\text{ °C}$ , il devient plastique et collant. Il se décompose au-dessus de  $200\text{ °C}$ .

Le caoutchouc brut est insoluble dans l'eau, les bases et les acides faibles ; il est soluble dans le benzène, le pétrole, les hydrocarbures chlorés et le sulfure de carbone. Il est facilement oxydé par les oxydants chimiques et lentement par l'oxygène de l'air [47].

### ***2. Le caoutchouc synthétique :***

Tout composé produit artificiellement et semblable au caoutchouc naturel par ses propriétés chimiques et physiques essentielles peut être appelé caoutchouc synthétique. Ce sont des élastomères, c'est-à-dire des

macromolécules produites par polymérisation et dont le comportement est viscoélastique (caoutchoutique) à la température d'utilisation. Après sa fabrication, le caoutchouc synthétique est également traité par vulcanisation.

Ses utilisations sont les mêmes que celles du caoutchouc naturel, dont les qualités restent cependant inégalées [48].

### ***3. La fabrication :***

Le caoutchouc naturel provient de la coagulation du latex de plusieurs plantes, principalement de l'hévéa. La collecte se fait par incision de l'écorce des troncs de manière que le latex, issu des canaux laticifères, s'écoule dans des godets placés juste au-dessous. Le latex récolté peut alors être stabilisé à l'ammoniaque et concentré pour diminuer sa teneur en eau ou alors coagulé de façon plus ou moins contrôlée et séché afin d'obtenir des balles de caoutchouc [45].

### ***4. Formulation et vulcanisation :***

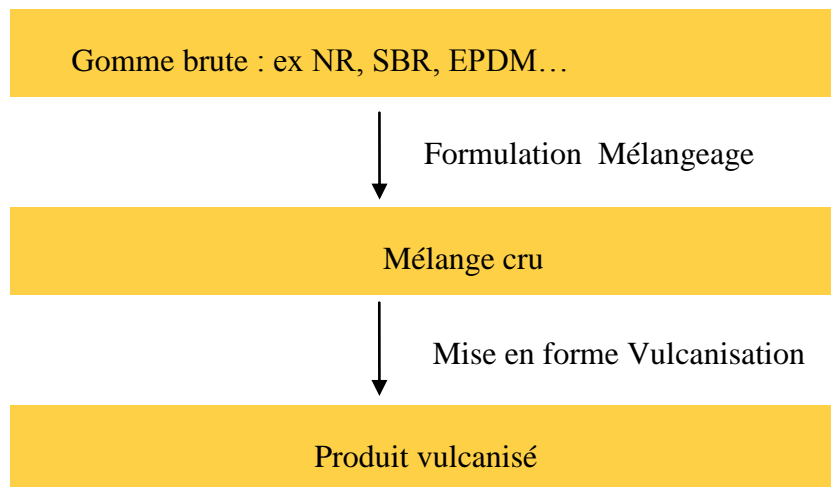
Les caoutchoucs ne sont pas des matériaux "prêts à l'emploi" ! Les transformateurs de caoutchouc assurent classiquement différentes opérations complémentaires.

La première consiste à mettre au point, en laboratoire, une formulation adaptée aux spécifications issues du cahier des charges de la future pièce.

Cette formulation est basée sur l'adjonction à une gomme brute de nombreux ingrédients. Une fois la formulation validée, elle sera utilisée pour produire industriellement un mélange cru.

Il s'agit d'un mélange solide qui se présente généralement sous forme de bandes, voire de granulés. Dans un second temps, de façon continue ou non, ce mélange cru sera mis en forme, soit par moulage ou calandrage puis de façon simultanée ou non, vulcanisé, c'est à dire porté à haute température. Les mélanges réalisés ont la particularité d'avoir une durée de vie relativement courte.

#### Le caoutchouc des tous ses états :



Le terme de caoutchouc est souvent utilisé de façon indifférenciée pour désigner à la fois la gomme brute - c'est à dire le produit de base -, le mélange - résultat de l'incorporation dans la gomme brute de nombreux ingrédients - et le produit fini - c'est-à-dire mis en forme et vulcanisé -. Les caoutchoucs sont également appelés "élastomères" ; ils appartiennent à la grande famille des polymères [48].

#### **5. Vulcanisation du caoutchouc :**

La vulcanisation est une réaction chimique se produisant généralement à température élevée (140 –200 °C) Elle crée un réseau tridimensionnel grâce à la

formation de liaisons chimiques "ou ponts" entre les chaînes macromoléculaires. Cette opération est irréversible.

Les conséquences sur le caoutchouc sont les suivantes :

- amélioration considérable de l'élasticité et dans une moindre mesure des propriétés mécaniques améliorées par ailleurs par le renforcement,
- amélioration de la tenue thermique, ce qui supprime sa thermoplasticité (le caoutchouc ne peut plus ainsi "s'écouler" avec la chaleur).

Il existe différents types d'agents vulcanisants. Le plus classique et ancien repose sur l'usage de soufre et d'accélérateurs (thiazoles, sulfénamides, thiurames...). Les peroxydes organiques correspondent à un autre système possible créant des ponts carbone-carbone [49].

## ***6. Utilisations :***

Le caoutchouc vulcanisé a de nombreuses applications. Sa résistance à l'abrasion en fait un produit souple et, en qualité moins souple, il est utilisé dans l'équipement des pompes et pour les tuyauteries servant à la manipulation des boues abrasives.

La flexibilité du caoutchouc est souvent mise à profit pour les tuyaux, les pneus et les rouleaux intervenant dans de nombreux appareils, des essoreuses domestiques et presses d'imprimerie ; son élasticité est adaptée à la réalisation de différents systèmes d'absorption des chocs et de diminution des vibrations.

Suffisamment imperméable aux gaz, il est utilisé pour la fabrication de tuyaux transportant de l'air, des aérostats, des balles et des coussins.

La résistance du caoutchouc à l'eau et à la plupart des produits chimiques liquides en fait un produit adapté pour les vêtements de pluie, les équipements de plongée, les tuyauteries en chimie et en médecine, les revêtements de réservoirs et les équipements de transformation de liquides.

Du fait de leurs résistances électriques, les caoutchoucs souples sont utilisés pour l'isolation et la protection dans les gants, les chaussures et les couvertures. Les caoutchoucs plus durs sont employés pour l'équipement téléphonique, les appareils de radio, les compteurs et d'autres dispositifs électriques.

Le coefficient de frottement du caoutchouc étant élevé sur des surfaces sèches, et faibles sur des surfaces mouillées, on emploie ce matériau dans les équipements de transport d'électricité et dans les pompes immergées dans les puits.

Par rapport au caoutchouc vulcanisé, le caoutchouc non vulcanisé a peu d'utilisations : pour les mortiers, les adhésifs, l'isolation, pour les couvertures isolantes et les chaussures.

Le caoutchouc mousse est obtenu directement à partir du latex en y ajoutant les ingrédients en émulsion. Le mélange est agité mécaniquement dans un appareil spécifique jusqu'à l'obtention de millions de bulles d'air. Cette mousse est versée dans des moules où elle est vulcanisée par chauffage pour donner des articles, tels que matelas ou coussins pour sièges.

Le latex peut être transformé en articles tels que des jouets ou des gants par trempage des moules correspondants, en porcelaine ou en plâtre de moulage, dans du latex liquide concentré. Le revêtement de latex recouvre le moule dont il est ensuite séparé après vulcanisation. Les articles obtenus directement à partir du latex représentent 8 % des applications du caoutchouc naturel [47].

### ***B. Les plastomères :***

Les matières plastiques sont des matériaux organiques de synthèse fondés sur l'emploi des macromolécules [45], Qui sont propre à recevoir une forme [46] après un chauffage modéré (100-200 °C).

Les matières plastiques sont intéressantes à plusieurs points de vue : leur rapport résistance à la rupture / masse volumique est très élevé ; elles possèdent d'excellentes propriétés d'isolation thermique et électrique ; elles offrent une bonne résistance aux acides, aux bases et aux solvants.

La nature chimique d'un plastique est définie par le ou les monomères formant le motif de base de la chaîne du polymère [48].

### ***-Polystyrène:***

Le polystyrène (PS en abrégé) est le polymère  $-(CH_2-CH(Ph))_n-$ , obtenu par la polymérisation des monomères de styrène  $CH_2=CH-Ph$ .

#### ***1. Caractéristiques :***

Il peut se présenter sous différente forme (Cristal, Choc, Expansé etc.). Le polystyrène de base, appelé PS cristal, est une matière dure et cassante, pouvant être transparente ou colorée. Ses propriétés mécaniques et thermiques peuvent être modifiées par l'ajout de plastifiants ou de butadiène (caoutchouc) pour en faire un polystyrène dit choc.

C'est un matériau très facile à transformer, par injection ou extrusion par exemple. D'une manière pratique, on le reconnaît à son côté cassant avec un blanchissement sur les zones de contraintes. La façon la plus rapide de reconnaître un plastique est de le brûler pour observer la flamme, la fumée et sentir l'odeur ; ce qu'il vaut mieux ne pas faire étant donné la possible toxicité des gaz lors de la combustion de certains plastiques. Le polystyrène est facilement reconnaissable à sa fumée noire et à son odeur caractéristique. On peut également le distinguer au bruit très métallique qu'il produit en subissant un choc, par exemple en tombant sur une surface dure.

Le polystyrène, outre son côté cassant, souffre aussi d'une faible résistance chimique et d'une faible résistance à la fissuration sous contrainte ("ESCR"). L'acétone le dissout très facilement, les corps gras le fragilisent rapidement.

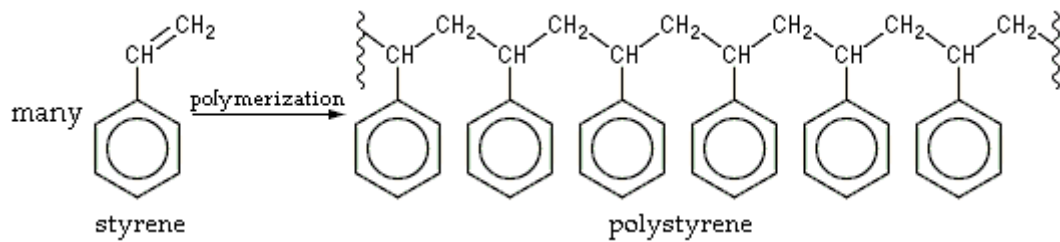
Le polystyrène est le plus commun de la famille des polymères styréniques. Cette famille contient les différents copolymères du styrène : styrène-butadiène (SBR), styrène-acrylonitrile (SAN), acrylonitrile butadiène styrène (ABS), acrylonitrile styrène acrylate (ASA)...

Les copolymères du type styrène-butadiène ("SBC") permettent d'augmenter la résistance au choc en gardant la transparence. La teneur en butadiène est plus élevée que dans un PS choc et le mode de polymérisation est différent. Ces copolymères sont utilisés soit seuls, soit en mélange avec le polystyrène cristal. Ces mélanges PS cristal et SBC sont communs en extrusion.

Le polystyrène cristal est toutefois extrudé seul dans des unités d'orientation pour former des feuilles d'"OPS" (Oriented Polystyrène ou polystyrène orienté). Cette orientation se fait avec des grades de PS cristal à haut poids moléculaire, dans des unités d'orientation en sens machine puis sens transverse ; elle confère une meilleure tenue mécanique à la feuille ainsi obtenue.

## ***2. Synthèse :***

Le polystyrène est issu de la pétrochimie. Le polystyrène est obtenu par polymérisation du styrène. C'est dans un autoclave que la réaction aboutit au polystyrène.



Le PSE ou polystyrène expansé est obtenu par mélange d'un gaz et de PS cristal. Avant les préoccupations pour la couche d'ozone, on utilisait le fréon, un gaz CFC (chlorofluorocarbone), remplacé depuis les années 90 par le butane ou le pentane. On peut extruder directement le mélange en plaques ou feuilles pour faire des isolants ou thermoformer des barquettes alimentaires ; on parle de PSE extrudé. On peut également façonner des microbilles vendues à des transformateurs. Ceux-ci, dans un outillage qui a la forme de la pièce à obtenir, versent la quantité nécessaire de ces billes et injectent de la vapeur. Celle-ci relance l'expansion du gaz qui dilate les billes et la chaleur les soude entre elles tandis qu'elles s'agglutinent. On parle de PSE injecté.

### ***3. Utilisation :***

L'application la plus connue du grand public est le polystyrène expansé ou PSE (parfois appelé "frigolite"), mousse blanche compacte qui sert à emballer les appareils sensibles aux chocs (électroménager, chaîne Hi-fi...).

### ***Propriétés :***

Les propriétés de ces plastiques industriels sont utilisées dans de nombreux domaines :

#### **✓ *Résistance aux chocs :***

- Articles de décoration ou matériel de bureau - PS cristal injecté (double-décimètres, équerres et rapporteurs d'écolier)

- Logistique - Calages en PSE - transport de produits fragiles (électroménager ; lave-linge, ordinateur, sèche-linge, réfrigérateur, four etc.)
- Maquettisme (maquette) - très utilisé dans le domaine où les pièces sont présentées en grappe à peindre. La 'carte plastique' est ni plus ni moins qu'un morceau rectangulaire de PS choc. Le côté cassant de ce type de polystyrène est souvent très atténué pour permettre un maximum de manipulation.
- Maison de disques - Protection en PS cristal (Boîtier CD)



*Figure VI.2 : Le polystyrène expansé utilisé comme matériau d'emballage.*

✓ ***Isolant thermique :***

- Bâtiment/constructions - cloisons isolantes - planché (seul selon modèles)
- 
- plaque, coffrage (blocs ou panneaux) sous forme expansée (PSE ou en anglais EPS). La mise en œuvre des blocs, panneaux permet en une seule et même opération d'ériger des murs à la fois isolé et en béton armé.
- Froid - Transport de produits frais ou surgelés - parois en PSE (camions frigorifiques, glacière).
- Grande distribution - rayon libre service pour l'emballage des produits frais

(viande tranchée, charcuterie, plateau barbecue etc.)

- Mareyage (mareyeur) & poissonnerie - emballage alimentaire en PSE  
(caisse  
marée)

-Stockage de produits frais ou surgelés parois en PSE (chambres frigorifiques)

# CHAPTER V

## partie pratique

### ***Introduction :***

Les bitumes sont solides ou semi solides à température ambiante, ce sont les fractions les plus lourdes du pétrole brut que l'on obtient soit par :

- Distillation sous vide,
- Désasphaltage au propane d'un résidu sous vide à partir des unités de production des lubrifiants.

Les pétroles bruts ne sont pas tous aptes à fournir directement des bitumes de bonne qualité.

Le résidu de distillation sera d'autant plus apte à être employé tel quel comme bitume que le -facteur de caractérisation-  $K_{uop}$  du brut dont il est issu est plus faible (pétrole brut se rapproche davantage du type asphaltique).

### ***Production des Bitumes routiers en Algérie à NAFTEC [51] :***

- Raffinerie de Skikda : Les bitumes sont obtenus par distillation sous vide d'un brut réduit.
- Raffinerie d'Arzew : Les bitumes sont obtenus par distillation sous vide d'un brut réduit suivie d'une semi- oxydation.

Un nouveau procédé est en train d'être étudié au niveau de la raffinerie d'Arzew qui se base sur la récupération des asphaltes des zones de production des huiles. Après être récupéré, l'asphalte sera mélangé et introduit dans la colonne de semi-oxydation pour donner finalement un produit aux normes. Des fois il faut agir sur les paramètres de fonctionnement des colonnes pour ajuster la production.

Nous conseillons de choisir la classe de bitume correspondante à chaque chaussée, car ses caractéristiques ont des effets sur sa qualité.

### ***Choix de la classe de bitume [52]:***

Ce choix doit tenir compte des paramètres suivants :

#### 1. Les sollicitations appliquées à la chaussée :

a. Trafic routier: Le trafic de véhicules poids lourds de charge utile supérieure ou égale à 5 tonnes intervient dans le critère de choix des constituants des enrobés bitumineux.

b. Climat : Une étude spécifique sur la diversité du climat Algérien a permis de faire un découpage de l'Algérie en trois principales zones climatiques:

- **Zone I** : région du tell : Zone la plus humide ; Climat méditerranéen. Étés chauds et secs et hivers doux et pluvieux.

- **Zone II** : région des hauts plateaux : Climat semi aride.

De longs hivers froids courtes périodes de neige, et des étés chauds et courts.

- **Zone III** : région du Sahara : Climat très aride.

Région soumise à des vents fréquents et violents, les températures y sont extrêmement élevées durant la journée.

Ces zones se caractérisent principalement par deux paramètres :

- La température maximale moyenne au sol.

- La température minimale moyenne au sol.

Tableau 1: les zones climatiques

Caractéristiques Zones	Température Max Moyenne au sol (°C)	Température Mini Moyenne au sol (°C)
Zone I	$\leq 45$	$-2.5 \leq T_{min} \leq 2.5$
Zone II	$45 < T_{max} \leq 50$	$< - 5$
Zone III	$> 50$	$\geq - 5$

2. La susceptibilité thermique du bitume qui est fonction de son mode de fabrication.

3. L'augmentation de la température de ramollissement du bitume ( $\Delta TBA$ ) due essentiellement à son vieillissement lors de la fabrication de l'enrobé en centrale.

La chaussée peut subir des dégradations telles que :

- Des déformations à hautes températures (orniérage);
- Des fissurations par fatigue sous le passage répété des véhicules;
- Des fissurations aux basses températures.

La résistance de la chaussée vis-à-vis de ces dégradations dépend de la performance du mélange et notamment du grade de bitume utilisé.

Les classes de bitumes routiers recommandées pour une utilisation en Algérie sont : 20/30, 35/50, 40/50, 50/70, 60/70, 70/100, 80/100, 100/150, 160/220

Classes des bitumes routiers prévus dans le design.

RA1K : 40/50, 80/100

RA1Z : 20/30, 40/50, 60/70, 80/100

Actuellement, la production des bitumes routiers dans la raffinerie d'Arzew est limitée, il n'y a que le grade 40/50. C'est la raison qui pousse les études à performer ce type de production d'une part, et d'autre part améliorer ses caractéristiques pour éviter les dégâts et la dégradation des chaussées.

## ***1.1 Les essais :***

### **1.1.a Prise d'échantillon :**

- L'échantillon dans des pots spéciaux, neufs, propres et secs, de volume d'un litre en métal.
- Ouverture de la vanne pour purger afin de dégager les impuretés et avoir un produit pur.

### **1.2. 6 Tests :**

#### ***- La pénétrabilité :***

Cet essai permet de connaître la dureté du bitume sur la base de la pénétrabilité dans un échantillon de bitume évalué au dixième du millimètre d'une aiguille normalisée supportant une masse de 100 g durant 5 secondes à une température de 25 °C [Annexe B].

Plus le bitume est dur plus la pénétrabilité est faible, cet essai explique le nom commercial du bitume et donne sa classification.



*Figure V.1: Bain thermostatique pour maintenir les produits à la température de 25 °C*



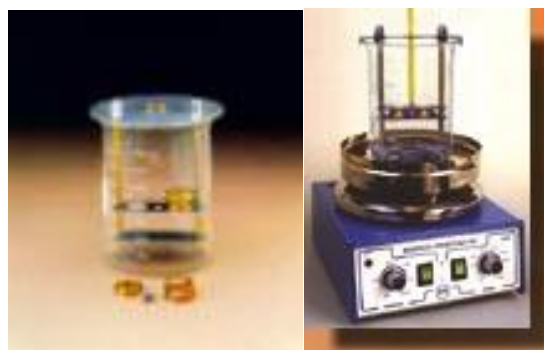
*Figure V.2 : Le pénétromètre*

**- Le point de ramollissement :**

Cet essai consiste à mesurer le point de ramollissement, on remplit un anneau de cuivre par du bitume puis on place une bille en acier au dessus et on immerge le tout dans de l'eau, on élève la température de 5 °C par minute, la température de ramollissement c'est celle où la bille entraîne le bitume se trouvant dans l'anneau au fond du récipient [Annexe B].



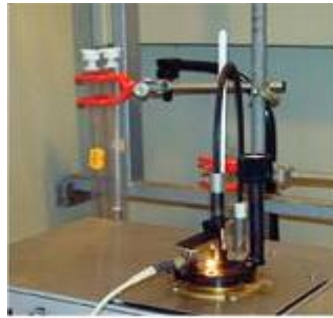
*Figure V.3 : Les anneaux et les billes*



*Figure V.4 : Support des anneaux et appareillage de mesure*

- **Point de flash :**

Le bitume soumis à une élévation de température dégage des vapeurs qui s'enflamment au contact d'une flamme, cette température correspondante est le point d'éclair en vase ouvert, cette température intéresse la sécurité liée au transport et la manipulation des produits inflammables [Annexe B].



*Figure V.5 : Appareillage de mesure du point de flash.*

- **Densité :**

La densité relative des produits bitumineux est le rapport de la masse d'un volume de produit à 25°C, à celle d'un égal volume d'eau à la même température.

Pour la mesurer on compare les poids de volumes égaux d'échantillon et d'eau distillée.

Les volumes égaux sont obtenus par le remplissage d'un pycnomètre, d'eau distillée puis d'échantillon, tenu dans un bain à la même température que celle de l'analyse.

La densité est donnée par la formule suivante :

$$d \text{ à } 25^{\circ}\text{C} = \frac{(E_3 - E_1)}{(E_2 - E_1) - (E_4 - E_3)}$$

Tels que :  $E_1$  : la masse du pycnomètre vide.



*Figure V.6 : Pycnomètre vide*

E<sub>2</sub> : la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée à 25°C.

E<sub>3</sub> : la masse du pycnomètre rempli à la moitié du produit à 25 °C.



*Figure V.7 : Pycnomètre rempli à moitié du produit*

E<sub>4</sub> : la masse du pycnomètre rempli à moitié du produit et l'autre moitié d'eau distillée à 25 °C [Annexe B].

- **Viscosité :**

La viscosité est une propriété qu'a tout fluide d'opposer une résistance aux forces qui tendent à déplacer les uns par rapport aux autres.

Si des liquides newtoniens sont testés à l'aide de viscosimètres capillaires, la viscosité est exprimée en unités de viscosité cinématique  $\nu$ . La gravité est utilisée comme force entraînant le liquide à travers le capillaire. La masse volumique  $\rho$  de l'échantillon est un paramètre additionnel.

La viscosité cinématique  $\nu$  et la viscosité dynamique  $\eta$  sont liées par la formule suivante :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \left[ \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \right]$$

Remarque : il existe d'autres façons d'exprimer la viscosité .Par exemple en Degré Engler (sans dimension) : c'est le rapport  $(\nu / \nu_{\text{eau}}) = (t / t_{\text{eau}})$  où  $t$  et  $t_{\text{eau}}$  sont des temps d'écoulement du fluide et de l'eau respectivement mesurés dans les mêmes conditions expérimentales.

### **Viscosimètre d'Ostwald [Annexe B]**

On mesure la durée d'écoulement  $t$  d'un volume  $V$  de liquide à travers un tube capillaire. La viscosité cinématique est proportionnelle à la durée  $t$  :

$$\nu = K \cdot t$$

$K$  : la constante de l'appareil ( $K$ ) fournie par le constructeur.

Si on ne connaît pas cette constante, on la détermine préalablement à l'aide de l'eau.



*Figure V.8 : Viscosimètre d'Ostwald à tube capillaire*

#### **- Ductilité :**

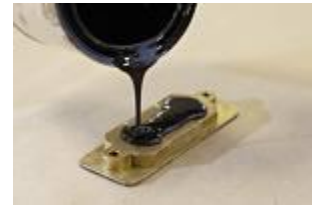
La ductilité d'un bitume consiste à mesurer son élasticité par l'allongement jusqu'à la rupture en le tirant à une vitesse et une température normalisées.

La longueur maximale du fil correspondant à l'instant de la rupture donne la ductilité et s'exprime en centimètre.

La mesure est faite par un appareil de ductilimètre et un moule où on verse notre produit [Annexe B].



*Figure V.9 : Appareil de mesure de la ductilité*



*Figure V.10 : Le moule*

## **I. Introduction :**

La durabilité et les performances des chaussées dépendent principalement des matériaux dont les caractéristiques ne sont pas constantes, mais évoluent avec le temps comme toutes autres substances organiques. Ils sont soumis à des changements notables dus aux conditions environnementales durant leurs différentes phases d'utilisation.

Les bitumes sont soumis, en effet à des phénomènes de vieillissement qui entraînent des modifications de leurs paramètres mécaniques et rhéologiques et de leur structure chimique. Dans le but de prédire l'évolution de leurs propriétés, aussi précisément que possible, de quelque type des tests classiques et rhéologiques.

## **II. Présentation des matériaux**

**Le produit :** le bitume 40/50.

**Le choix de bitume 40/50 (bitume témoin) :**

- A une capacité de production plus élevée.
- Le plus utilisé dans les industries et surtout routière.
- Le plus fabriqué dans la raffinerie d'Arzew.

**Les caractéristiques :**

Tableau V.1 : les caractéristique de bitume routier 40/50.

<b>Caractéristiques</b>	<b>P</b>	<b>R</b>	<b>Duc</b>	<b>N</b>	<b>P.F</b>	<b>D</b>
Bitume 40/50	41	56	70	9.92	271	1.042

### **III. Méthodologie expérimentale :**

Cette étude a été limitée à la modification d'un seul bitume de base, de classe de pénétrabilité 40/50, fourni par la raffinerie d'Arzew.

Les essais classiques effectués sur les bitumes permettent de mesurer les propriétés suivantes:

- ✓ pénétrabilité ou dureté relative à la température ambiante
- ✓ point de ramollissement
- ✓ densité
- ✓ ductilité ou élasticité
- ✓ viscosité Cinématique
- ✓ viscosité absolue

-Les essais classiques permettent de faire une sélection préliminaire des bitumes.

#### ***III.1 La préparation :***

Les bitumes modifiés par l'ajout de polymère ont été élaborés comme suit :

- Chauffage du bitume initial (d'une quantité de 150g) à 180°C.
- Faire les pesées pour les polymères selon les pourcentages souhaités.
- Introduction du polymère de 3 à 10% en masse pour le caoutchouc [56] et de 5 à 25 % pour le polystyrène [57].
- Agitation thermique des mélanges pendant plusieurs heures à 180°C, selon le teneur en polymère.
- Transfert du mélange, puis refroidissement et maintien à température ambiante pendant 24h avant manipulation.
- Réchauffer le mélange et faire les essais.



*Figure V.1 : Etuve pour chauffer les produits.*

Ce protocole permet d'obtenir des mélanges dits physiques, c'est-à-dire sans réaction chimique avec le polymère introduit [58].

### **III.2 Résultats et discussion :**

#### **III.2.a Résultats des essais pour le bitume- polystyrène :**

##### **A. Pénétrabilité à 25°C :**

Tableau V.2 : Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-polystyrène.

Nombre d'essais	% de PS	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>	p <sub>f</sub> (1/10 mm)
1	5	36	35	37	36
2	10	33	32	34	33
3	15	30	28	26	28
4	20	20	21	22	21
5	25	16	15	17	16

##### **B. Point de ramollissement :**

Tableau V.3 : Les valeurs du ramollissement de bitume- polystyrène.

Nombre d'essais	% de PS	R (°C)
1	5	65
2	10	73
3	15	90
4	20	95
5	25	99

##### **C. Densité à 25°C:**

Tableau V.4 : Les valeurs de la densité de bitume- polystyrène.

Nombre d'essais	% de PS	E1 (mg)	E2 (mg)	E3 (mg)	E4 (mg)	D
1	5	34.662	58.636	46.580	59.143	1.043
2	10	34.117	61.652	49.668	62.275	1.041
3	15	34.517	60.986	50.038	61.625	1.040
4	20	34.662	58.620	48.249	59.165	1.038
5	25	34.117	61.633	49.700	62.279	1.037

#### ***D. Ductilité à 25°C:***

Tableau V.5 : Les valeurs de la ductilité de bitume- polystyrène.

Nombre d'essais	% de PS	<b><i>Duc (cm)</i></b>
1	5	76
2	10	85
3	15	136
4	20	94
5	25	51

#### ***E. Point flash :***

Tableau V.6 : Les valeurs des points de flash de bitume-polystyrène :

Nombre d'essais	% de PS	<b><i>P.F (°C)</i></b>
1	5	273
2	10	280
3	15	289
4	20	296
5	25	310

#### ***F. La viscosité à 25°C:***

Tableau V.7 : Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume-polystyrène.

Nombre d'essais	% de PS	K (m <sup>2</sup> .s <sup>-2</sup> )	T (s)	v (st)
1	10	0.01*10 <sup>-6</sup>	985	985
2	20	0.01*10 <sup>-6</sup>	976	976
3	40	0.01*10 <sup>-6</sup>	969	969
4	60	0.01*10 <sup>-6</sup>	959	959
5	70	0.01*10 <sup>-6</sup>	951	951

### **III.2.b Résultats des essais pour le bitume- caoutchouc :**

#### **A. Pénétrabilité à 25°C:**

Tableau V.8 : Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-caoutchouc.

Essais	% de caou	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>	P (1/10 mm)
1	3	38	36	37	37
2	5	29	28	27	28
3	7	23	25	24	24
4	10	20	21	19	20

Avec P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub> sont des pénétrabilités de 3 point différents de même échantillon.

#### **B. Point de ramollissement :**

Tableau V.9 : Les valeurs du ramollissement de bitume-caoutchouc.

Essais	% de caou	R (°C)
1	3	58
2	5	62
3	7	67
4	10	68

#### **C. Densité à 25°C :**

Tableau V.10 : Les valeurs de la densité de bitume- caoutchouc.

Essais	% de caou	E <sub>1</sub> (mg)	E <sub>2</sub> (mg)	E <sub>3</sub> (mg)	E <sub>4</sub> (mg)	d
1	3	34.515	60.978	50.830	61.635	1.041
2	5	34.660	58.643	50.462	59.366	1.038
3	7	34.516	60.980	50.118	61.770	1.034
4	10	34.662	58.628	47.706	59.326	1.032

**D. Ductilité à 25°C :**

Tableau V.11 : Les valeurs de la ductilité de bitume- caoutchouc.

Essais	% de caou	<b>Duc (cm)</b>
1	3	71
2	5	72
3	7	74
4	10	79

**E. Point flash :**

Tableau V.12 : Les valeurs des points de flash de bitume- caoutchouc.

Essais	% de caou	<b>P.F (°C)</b>
1	3	273
2	5	276
3	7	279
4	10	280

**F. Viscosité à 25°C:**

Tableau V.13 : Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume- caoutchouc.

Essais	% de Caou	<b>K (m<sup>2</sup>.s<sup>-2</sup>)</b>	<b>T (s)</b>	<b>v (st)</b>
1	3	0.01*10 <sup>-6</sup>	987	987
2	5	0.01*10 <sup>-6</sup>	983	983
3	7	0.01*10 <sup>-6</sup>	977	977
4	10	0.01*10 <sup>-6</sup>	975	975

Avec : **k** : constante de capillarité ou constante d'étalonnage de l'appareil,

**T** : temps d'écoulement

### III.2.c La représentation graphique des résultats :

#### a. Pénétrabilité :

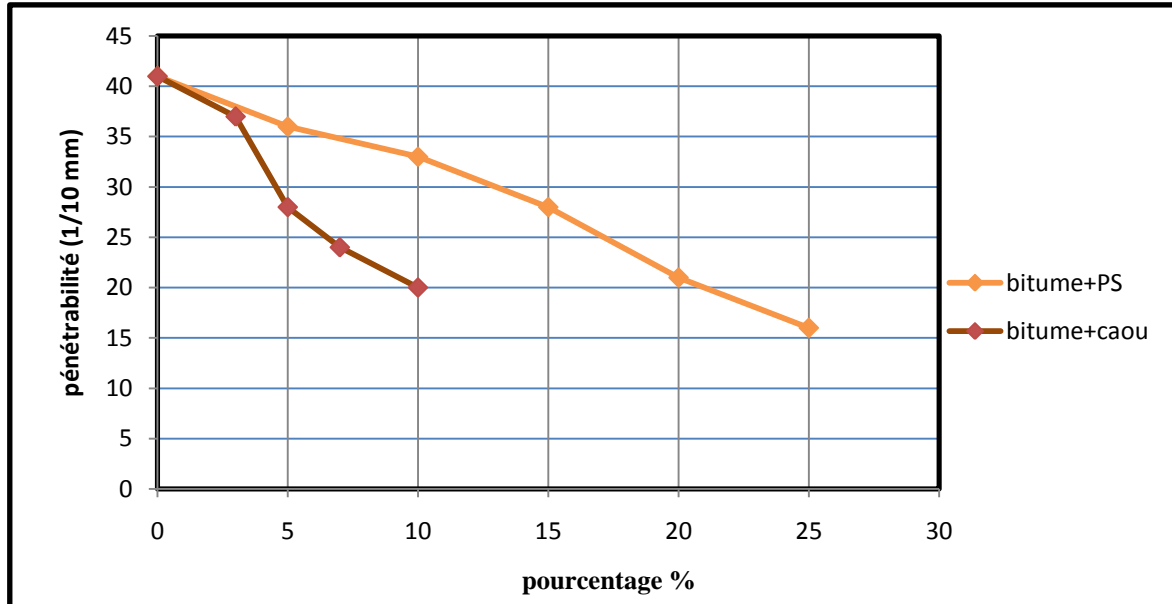


Figure V.2 : Variation de la pénétrabilité des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.

#### b. Point de ramollissement :

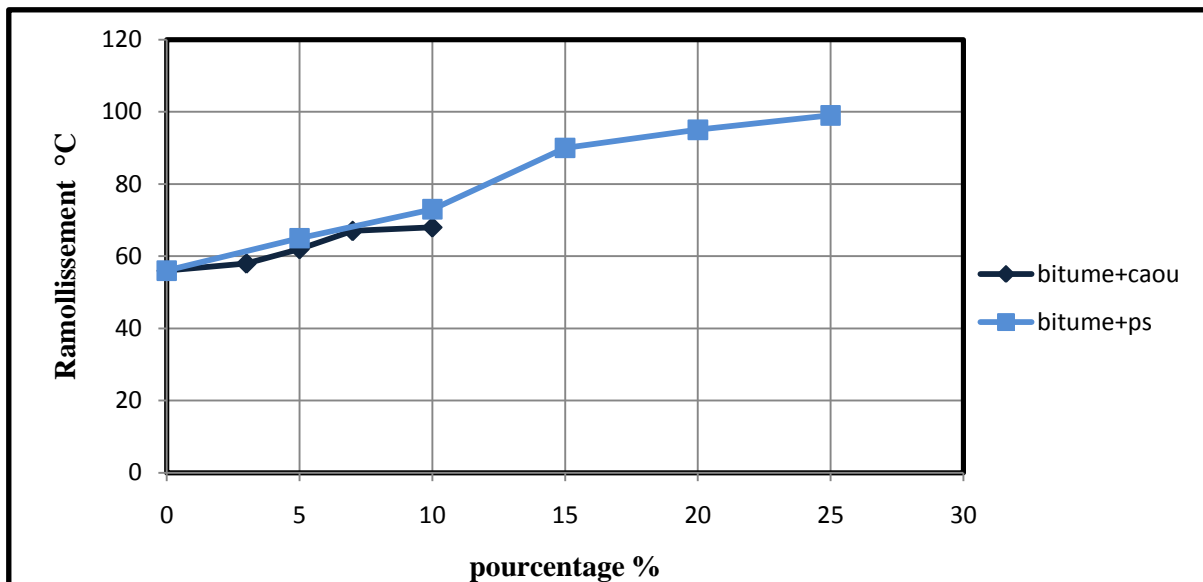
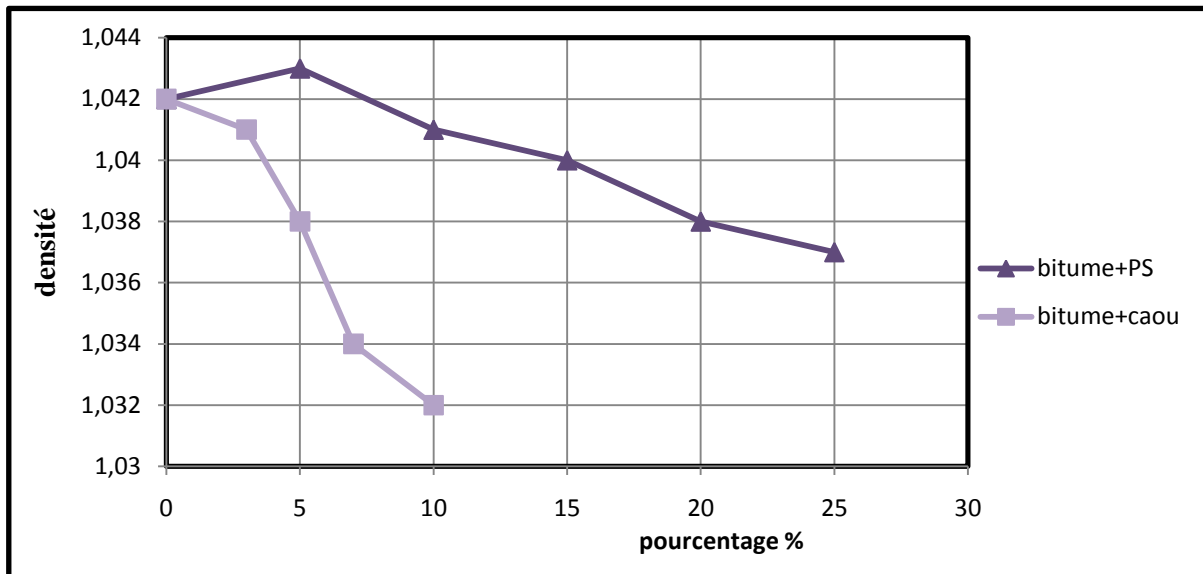


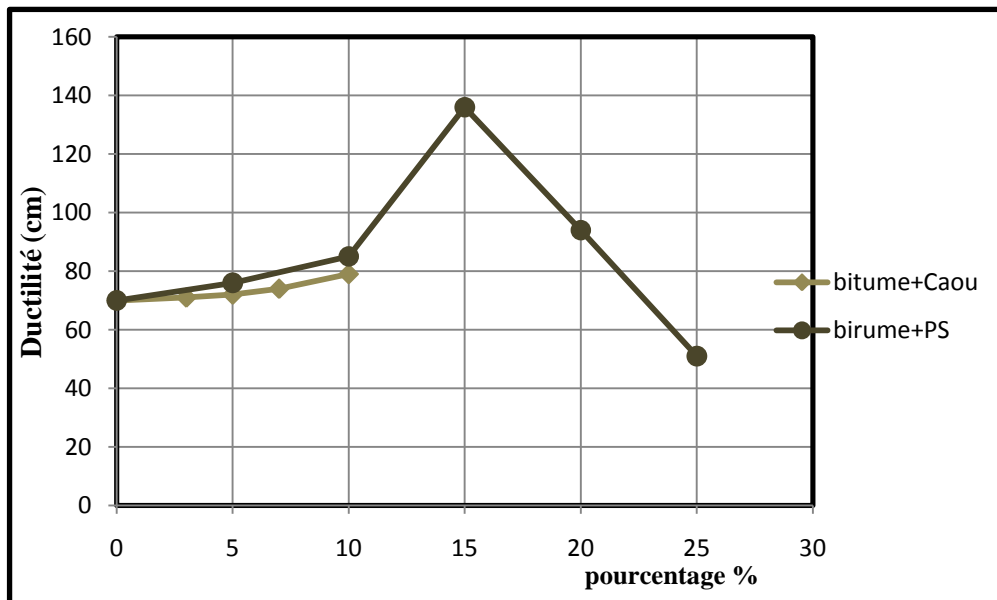
Figure V.3 : Variation du ramollissement des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.

*c. Densité :*



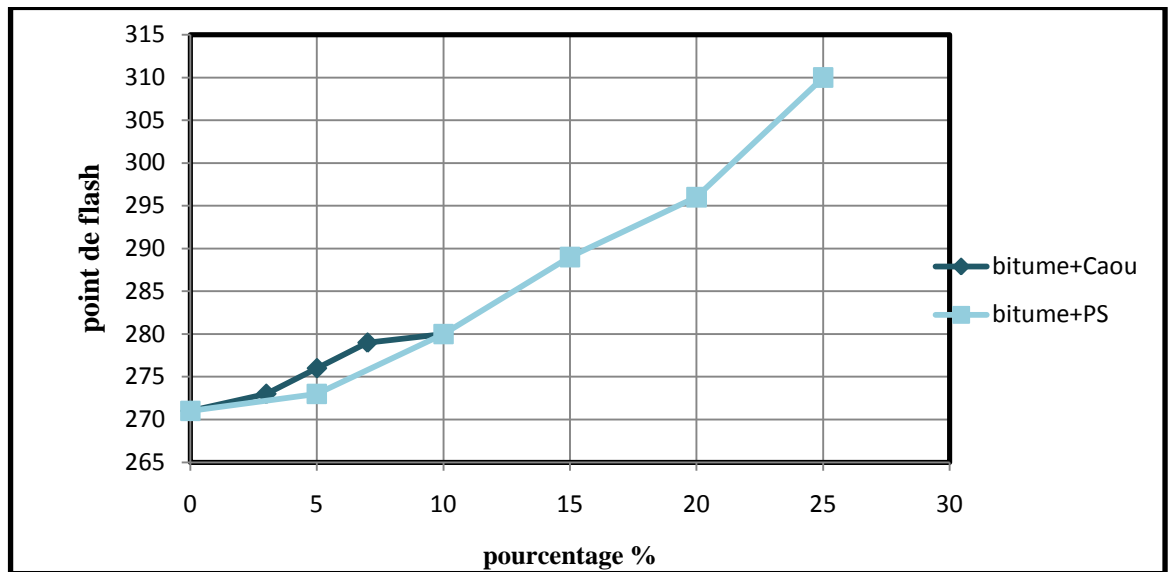
*Figure V.4 : Variation de la densité des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.*

*d. Ductilité :*



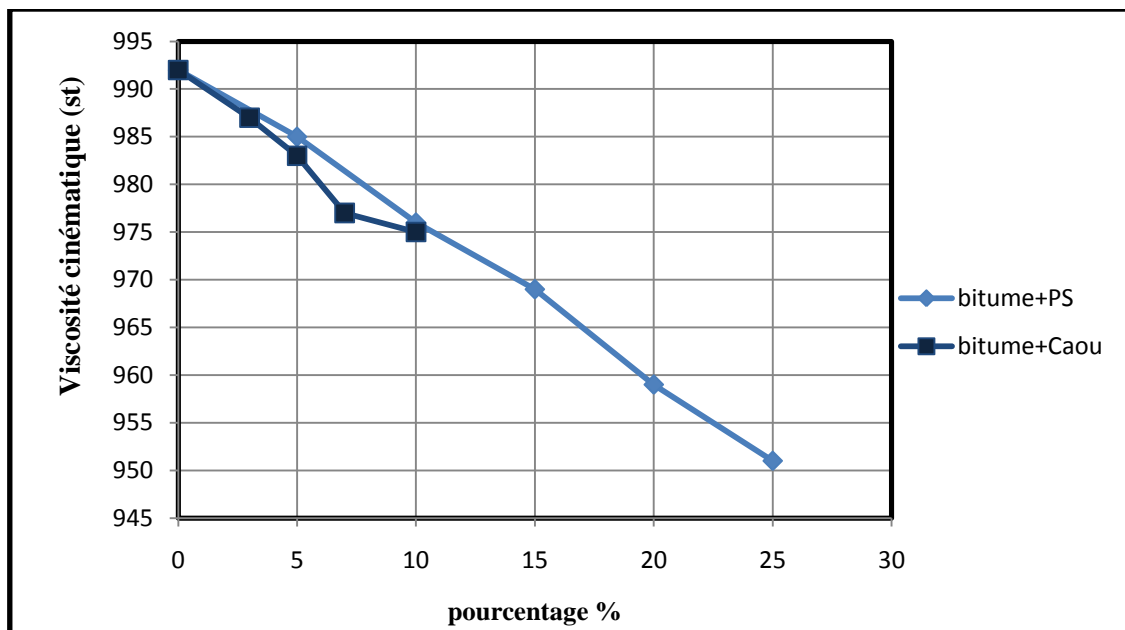
*Figure V.5: Variation de la ductilité des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.*

*e. Point de flash :*



*Figure V.6 : Variation des points de flash des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.*

*f. Viscosité :*



*Figure V.7 : Variation de la viscosité cinématique des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs.*

### *III.2.d L'interprétation des résultats :*

➤ Les résultats de pénétrabilité (Fig.V.2) et de point de ramollissement (Fig.V.3) en fonction du pourcentage de polystyrène et de caoutchouc ajouté montrent une diminution de la pénétrabilité de [41 à 20(1/10 mm)] pour un pourcentage ajouté de 10% de caoutchouc et [41 à 33 (1/10 mm)] pour le même pourcentage de polystyrène ajouté.

Cependant, pour une proportion plus élevée de polystyrène, la pénétrabilité chute à 16(1/10 mm). Le point de ramollissement augmente en fonction du pourcentage aussi bien pour le polystyrène que pour le caoutchouc. Pour 1% d'ajout l'augmentation du point de ramollissement est similaire.

Les résultats montrent qu'un bitume plus dur peut être obtenu et un mélange de polystyrène ou caoutchouc/ bitume est bien adapté pour être utilisé et appliqué au bitumage des routes.

➤ La variation de la densité et la viscosité des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs sont représentées sur les figures (V.4 et V.7). On remarque une diminution avec la proportion des additifs. Cela signifie que la capacité à s'écouler des bitumes obtenus augmente et la durée d'écoulement diminue et donc assure une manipulation plus facile.

➤ La figure (V.5) représente la variation de la ductilité des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs. On remarque que l'intervalle de l'allongement des nouveaux bitumes est très large et augmente lorsque la quantité des additifs ajoutés augmente sauf au point de 25% pour le bitume-polystyrène.

Plus l'allongement est élevé, plus la durée de vieillissement est élevée et la durée de vie élevée.

➤ La figure (V.6) représente la variation des points de flash des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs on remarque que le point de flash augmente avec l'augmentation de pourcentage des additifs alors que la

marge de la température d'inflammation est assez grande et satisfaisante et vise principalement à accroître la sécurité aux manipulateurs aux chantiers.

### *III.2.e Calcul de la viscosité dynamique à 25°C:*

Dans l'industrie, la viscosité a une très grande importance pratique, car elle conditionne l'écoulement des fluides dans les canalisations et le long des parois. Elle permet de mesurer directement ou indirectement certaines caractéristiques des produits (texture, taille de polymère, ...). Elle conditionne le bon fonctionnement des processus (combustion, imprimerie, couchage, ...).

Une simple relation relie entre la viscosité cinématique «  $\nu$  » (st : stocks : est l'unité) et la viscosité dynamique «  $\eta$  » (p : poise : est l'unité) ; c'est la suivante :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \qquad \text{Alors : } \eta = \nu * \rho$$

*Tableau V.14 : Résultats de calcul de la viscosité dynamique de bitume caoutchouc.*

% caou	$\nu$ (st)	$\rho$	$\eta$ (p)
0	9.96	1.041	10.4467
3	9.90	1.047	10.3149
5	9.87	1.051	10.2913
7	9.81	1.058	10.2789
10	9.78	1.061	10.3128

*Tableau V.15 : Résultats de calcul de la viscosité dynamique de bitume polystyrène.*

% P.S	v(st)	P	H
5	9.85	1.043	10.3549
10	9.76	1.040	10.1789
15	9.69	1.039	10.0856
20	9.59	1.037	09.8926
25	9.51	1.036	09.8245

### *III.2.f Calcul de l'indice de pénétrabilité :*

La mesure de la pénétrabilité à 25°C et du point de ramollissement bille et anneau ou bien la mesure de la pénétration à deux températures différentes peut être utilisée pour définir la façon dont la consistance du bitume évolue avec la température. Il s'agit d'une caractéristique très importante du bitume, qui sert en particulier à choisir le type de bitume approprié pour une application donnée.

Le facteur le plus commodément employé pour exprimer la relation consistance-température est l'indice de pénétrabilité ou IP (sans dimension).

-Il se calcule couramment de deux façons [Annexe B]:

#### **1. Par la mesure des pénétrabilités à deux températures différentes :**

On applique la formule :

$$\frac{\log P_1 - \log P_2}{t_1 - t_2} = \frac{1}{50} * \frac{20 - IP}{10 + IP}$$

**2. Par la mesure du point de ramollissement et d'une pénétrabilité :**

La pénétrabilité d'un bitume à la température du point de ramollissement correspond en moyenne pour la plupart des bitumes à une valeur de 800, la formule est donc la suivante :

$$\frac{\log 800 - \log P}{TBA - t} = \frac{1}{50} * \frac{20 - IP}{10 + IP}$$

On pose  $A = \frac{\log 800 - \log P}{TBA - t}$

$$A = \frac{1}{50} * \frac{20 - IP}{10 + IP} \dots\dots\dots (a)$$

$$(a) \implies A * (500 + 50IP) = 20 - IP$$

$$\implies 500A + 50A * IP = 20 - IP$$

$$\implies 50A * IP + IP = 20 - 500A$$

$$\implies IP * (50A + 1) = 20 - 500A$$

$$\implies IP = \frac{20 - 500A}{50A + 1}$$

-Les résultats obtenus sont représentés ci après:

*Tableau V.16 : Résultats de calcul de l'indice de pénétrabilité pour le bitume caoutchouc.*

% Caou	A	IP
0	0.04139	-0.9015
3	0.04123	-0.5856
5	0.03825	-0.5158
7	0.03889	-0.4589
10	0.03729	-0.2013

*Tableau V.17 : Résultats de calcul de l'indice de pénétrabilité pour le bitume Polystyrène.*

% PS	A	IP
5	0.04526	-2.9585
10	0.03478	2.0145
15	0.02546	3.4628
20	0.02539	8.1851
25	0.02519	8.1236

*III.2.g Classement des mélanges obtenus :*

*III.2.g.a Selon la nature physico-chimique :*

Une relation étroite entre l'IP et la nature physico-chimique du bitume.

- Les bitumes d'IP bas ont tendance à avoir des caractéristiques newtoniennes et visqueuse (type sol).
- Lorsque l'IP augmente, les caractéristiques sont de plus en plus non-newtoniennes et élastiques (type gel).

*III.2.g.b Selon leurs susceptibilités thermiques :*

Le bitume est d'autant moins susceptible que l'IP est plus élevé en valeur algébrique.

- Les bitumes très susceptible ont un  $IP < 0$ ,
- Les bitumes peu susceptible ont un  $IP > 0$  (entre +2 et +8 en générale).

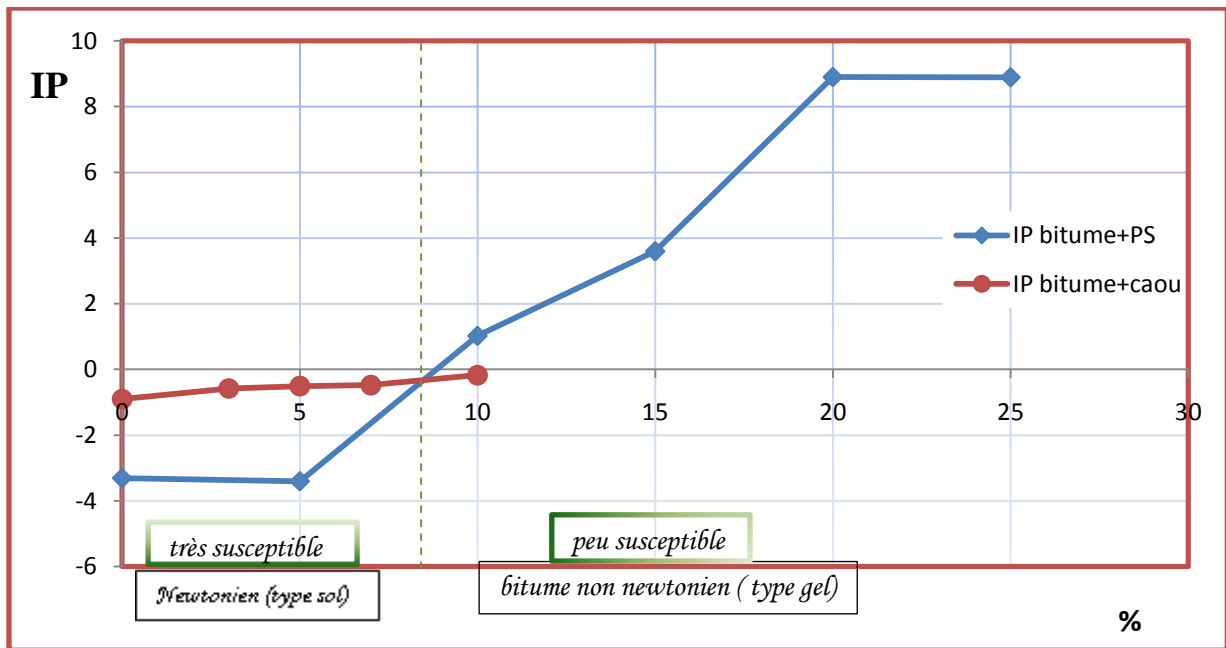


Figure V.8 : Classement des bitumes obtenus selon l'indice de pénétrabilité.

D'après le figure 8 qui représente la variation de l'indice de pénétrabilité en fonction du pourcentage des additifs On remarque que, quand on augmente le pourcentage de l'additif on obtient des bitumes peu susceptible et élastique ce qui signifie que ces produits auront une résistance accrue aux déformations permanentes mais présenteront une très grande fragilité à froid pour bitume caoutchouc (IP <0) et bitume polystyrène (10 et 15%) sauf au point de 5% pour le bitume polystyrène ce produit est très susceptible.

Selon l'IP on peut aussi classer les bitumes obtenus en deux classes bitumes newtonien visqueux et non newtonien élastique.

### **Conclusion :**

Dans ce chapitre, on cherche à performer les bitumes routiers de la raffinerie d'Arzew et d'améliorer ses caractéristiques par l'ajout des polymères.

Les polymères ajoutés sont de deux grandes familles : les élastomères qui sont caractérisés par un comportement élastique, ce qui signifie que lorsqu'on l'étire, le matériau a tendance à reprendre rapidement sa forme initiale et une

souplesse à basse température, et les plastomères qui sont plus rigides, possèdent des propriétés plastiques qui conviennent lorsqu'on a besoin d'une bonne tenue aux températures élevées de service, dans les zones exposées à des climats chauds.

Les résultats obtenus par l'ajout de polymère (soit pour le polystyrène, soit pour le caoutchouc) au bitume nous donnent :

- un bitume dur et très cohésif à basse pénétrabilité et fort point de ramollissement ;
- Ce bitume à une grande capacité à s'écouler pour une courte durée ;
- La durée de vie de ce bitume est plus élevée que le bitume pur ;
- A une grande marge de sécurité pendant l'utilisation ;
- Une diminution de sa susceptibilité thermique et en élargissant son intervalle de plasticité, autrement dit la plage de températures à l'intérieur de laquelle les enrobés conservent leurs performances mécaniques de résistance à l'orniérage et à la fissuration de fatigue et/ou thermique. Le bitume modifié aux polymères possède aussi une plus forte adhésivité.

Une simple comparaison entre le bitume polystyrène et le bitume caoutchouc nous montrent un meilleur comportement de bitume caoutchouc par rapport au bitume polystyrène on prend en considération les pourcentages des caoutchoucs qui sont très faibles par rapport aux polystyrènes. En plus le polystyrène est très coûteux mais le caoutchouc est un déchet des pneus usés.

CONCLUSION  
ET  
PERSPECTIVES

## **Conclusion générale:**

*Dans les raffineries Algériennes, la production des bitumes est limitée à un seul type, le grade 40/50, cette classe correspondante aux climats humide et semi aride (zones « 1 » et « 2 »), mais dans les climats chauds (zone « 3 »), il faut fournir un bitume dur de petite pénétrabilité et grand point de ramollissement, c'est pour cela l'Algérie a besoin d'importer aussi le bitume pour des applications spécifiques. C'est pourquoi, dans la partie pratique, on cherche à améliorer les caractéristiques de notre produit en ajoutant les polymères. Et puisque l'argent est le principal vecteur dans l'industrie, et a la lumière de résultats qu'on a trouvés, on propose d'utiliser le caoutchouc de pneu non seulement parce qu'il n'est pas couteux mais aussi on protège l'impact environnemental par la consommation des déchets des pneus issus.*

*La nature exacte du phénomène de vieillissement du bitume algérienne qui provoque la détérioration des structures en bétons bitumineux, n'est pas complètement maîtrisée. En revanche, l'oxydation, causée par l'air et la lumière, est connu comme étant un facteur primordial contribuant au durcissement du bitume, et qu'elle est amplifié à haute température.*

*L'action de l'eau de pluie et des produits dissous de la pollution atmosphérique, l'attaque des micro-organismes, et les modifications internes de la structure colloïdale du bitume, constituent aussi des facteurs influençant pertinemment sur le vieillissement du bitume. Pour remédier à cette problématique, on peut recourir à des techniques qui peuvent nous aider à atténuer le phénomène de vieillissement de bitume et à rallonger sa jeunesse par La modification du bitume par l'ajout des polymères.*

*Les premiers résultats qui découlent de la présente étude, ont révélé que le vieillissement de bitume entraîne au niveau de ce dernier ce qui suit :*

- ✓ *Une diminution de sa pénétrabilité.*
- ✓ *Augmentation de son point de ramollissement.*
- ✓ *La perte d'énergie de cohésion à haute température.*
- ✓ *Une fragilité due au durcissement qu'il subie et qui se manifeste par la perte de sa ductilité*

*Le degré d'influence varie en fonction de la nature et de la quantité du modifiant ajouté. À la lumière des résultats obtenus sur la caractérisation rhéologique des bitumes étudiés, il a été possible de tirer les conclusions suivantes :*

*La viscosité des bitumes modifiés aux températures élevées est plus grande que celle des bitumes purs. Cela maintient à l'élargissement de la plage de températures de service des bitumes et par conséquent à la diminution de leur sensibilité thermique.*

*La rigidité des bitumes augmente avec l'ajoute de différents types d'additif ; Ce paramètre reflète la résistance à l'orniérage des bitumes.*

*Dans le cas des bitumes modifiés, les résultats obtenus nous ont permis de fixer la concentration optimale du polymères qu'il faut ajouter pour améliorer les propriétés mécaniques des bitumes; les bitumes modifiés ont changé de grade de performance par rapport aux bitumes de base à partir desquels ils ont été fabriqués, il n'y a que le (bitume+caoutchouc) qui a change son grade de performance.*

Lexique

## **Lexique :**

**Asphalte :** mélange de bitume, de granulats et de poudre minérale plus particulièrement utilisé pour les revêtements de trottoirs, ponts autoroutiers... il contient parfois de la poudre d'asphalte naturel (à noter que le terme « asphalte » nord américain se traduit par bitume).

**Liant hydrocarboné :** est d'une manière générale un matériau adhésif contenant du bitume, du goudron, ou les deux. Cet élément agrégé avec des granulats fournit des « matériaux enrobés ».

**Enrobé :** revêtement constitué de granulats unis par un liant.

**Adhésion :** En physique, l'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produisent lorsque l'on met en contact intime deux matériaux, dans le but de créer une résistance mécanique à la séparation. Une fois le contact établi, l'énergie nécessaire pour réaliser la séparation s'appelle énergie d'adhésion. Elle ne doit pas être confondue avec l'adhérence, qui est au contraire la force nécessaire. L'adhésion est soit directe, soit médiée par un matériau intermédiaire.

**Cohésion :** la cohésion de la matière correspond à la force qui s'exerce entre les molécules d'un corps, s'opposant à leur séparation.

**Rhéologie :** est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée.

**Vieillessement :** La notion de vieillissement décrit une ou plusieurs modifications fonctionnelles diminuant progressivement l'aptitude d'un objet, d'une information ou d'un organisme à assurer ses fonctions.

**Elasticité :** est la qualité d'un objet à être déformable tout en reprenant sa forme d'origine lorsque la contrainte qu'on lui applique disparaît.

**Plasticité :** faculté d'un matériau à se déformer de façon permanente sous l'action d'une contrainte.

**Compatibilité :** Le mot compatibilité décrit l'état de ce qui est compatible. Ce dernier vient du latin compatible, qui qualifie d'une manière générale deux éléments pouvant aller ensemble ou s'accorder.

**Orniéage :** est la déformation permanente de la chaussée qui se crée sous le passage répété des roues. Ce phénomène — évident sur un chemin boueux où un véhicule laisse immédiatement les traces de ses pneus — intervient sur tout type de route. La formation d'ornières s'observe principalement sur les routes à

fort trafic (surtout de poids lourds), près des feux tricolores et dans les carrefours giratoires.

ANNEXE

### La pénétrabilité :

A une température donnée, plus un bitume est dur plus la valeur de sa pénétrabilité est faible :

\*10 – 20 : bitumes dur, non normalisés.

\*20 – 30 : bitumes dur, normalisés.

\*35/50 et 50/70 : bitumes semi durs.

\*70/100 et 180/220 : bitumes mous.

### Ajustement des paramètres physiques :

Produits	Ajustements	Actions
Fond 14C1	Si pénétration élevée	Augmenter 14TRC1 ou VIDE
	Si ramollissement bas	Augmenter 14TRC1 ou VIDE
Fond 14C2	Si pénétration élevée	Augmenter débit d'air 14C2
80/100 60/70	Si pénétration élevée	Augmenter pénétration 14C1
40/50 20/30	Si ramollissement bas	Augmenter débit d'air 14C2
	Si ramollissement bas	Augmenter ramollissement 14C1
HVGO	Si viscosité haute	Diminuer 14FRC-12
	Si densité haute	Diminuer 14FRC-12
MVGO	Si viscosité haute	Diminuer 14FRC-8
	Si densité haute	Diminuer 14FRC-8
LVGO	Si viscosité haute	Diminuer 14FRC-10
	Si densité haute	Diminuer 14FRC-10

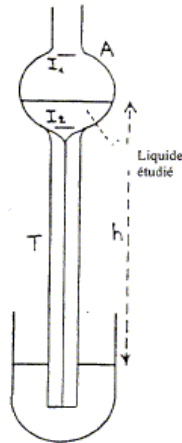
### La viscosité :

Le viscosimètre d'Oswald comporte un tube capillaire vertical T surmonté d'une ampoule A munie de deux index  $I_1$  et  $I_2$ , et dont l'extrémité inférieure plonge dans le liquide étudié. L'ampoule étant préalablement remplie par aspiration, on laisse le liquide s'écouler par gravité et on mesure la durée de l'écoulement ( $t$ ) correspondant au passage de la surface libre de l'index  $I_1$  à l'index  $I_2$ . Cette durée est proportionnelle à la viscosité  $\eta$  du liquide et inversement

proportionnelle à sa masse volumique  $\rho$ , ce que l'on exprimera par la relation :  $t = \frac{1}{K} \frac{\eta}{\rho}$ .

K est la constante d'étalonnage de l'appareil.

La viscosité admet pour unité SI, le poiseuille noté Pl qui correspond à  $1 \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1}$ .



L'expérience a été réalisée avec deux liquides à 20,0 °C :

- le propan-1-ol de viscosité connue  $\eta_0 = 2,256 \text{ mPl}$  et de masse volumique  $\rho_0 = 0,8021 \text{ g/mL}$
  - l'acide méthanoïque qui présente une masse volumique  $\rho = 1,2178 \text{ g/mL}$ .
- Pour le propan-1-ol :  $t_0 = 314,8 \text{ s}$  ; pour l'acide méthanoïque :  $t = 165,8 \text{ s}$ .

**pourquoi le temps d'écoulement est fonction croissante de la viscosité du liquide ?**

Lorsque la viscosité augmente, la capacité du fluide à s'écouler diminue.

La durée d'écoulement augmente.

**pourquoi le temps d'écoulement est fonction décroissante de la masse volumique du liquide ?**

Sous l'effet des forces de gravitation, proportionnelles à la masse, donc à la masse volumique, le fluide s'écoule plus vite.

La durée d'écoulement est plus faible si la masse volumique du fluide est élevée.

**Etablir l'expression de la viscosité  $\eta$  de l'acide méthanoïque en fonction des autres données.**

$$t_0 = 1/K \eta_0 / \rho_0 \text{ donne } 1/K = t_0 \rho_0 / \eta_0$$

$$t = 1/K \eta / \rho = t_0 \rho_0 \eta / (\eta_0 \rho)$$

$$\text{d'où } \eta = t \eta_0 \rho / (t_0 \rho_0).$$

**La calculer avec une précision convenable.**

$$\eta_0 = 2,256 \text{ mPl} ; \rho_0 = 0,8021 \text{ g/mL} = 802,1 \text{ kg m}^{-3} ; \rho = 1,2178 \text{ g/mL} = 1217,8 \text{ kg m}^{-3}$$

$$t_0 = 314,8 \text{ s} ; t = 165,8 \text{ s}.$$

$$\eta = 165,8 * 2,256 * 1217,8 / (314,8 * 802,1) = \mathbf{1,8040 \text{ mPl}}.$$

**Exprimer la constante d'étalonnage du viscosimètre en fonction des données relatives au liquide de référence ( le propan-1-ol ).**

$$t_0 = 1/K \eta_0 / \rho_0 \text{ donne } \mathbf{K = \eta_0 / (\rho_0 t_0)}.$$

**La calculer en utilisant les unités de base de la mécanique.**

$$\eta_0 = 2,256 \cdot 10^{-3} \text{ Pl} = 2,256 \cdot 10^{-3} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1} ; t_0 = 314,8 \text{ s} ; \rho_0 = 802,1 \text{ kg m}^{-3}.$$

$$\mathbf{K = 2,256 \cdot 10^{-3} / (802,1 * 314,8) = 8,9376 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-2}}.$$

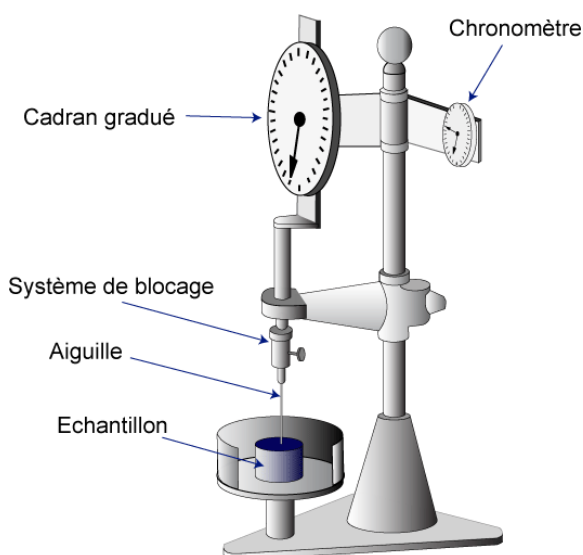
# MODES OPERATOIRES :

## Essais sur les bitumes

Chaque fois qu'un transporteur de bitume fait une livraison au poste, le technicien de laboratoire effectue un prélèvement.

Sur ce prélèvement, il doit vérifier la classe du bitume.

La **pénétrabilité à l'aiguille** est un indicateur permettant de classer les [bitumes](#) suivant leur « [dureté](#) ». Cette expression désigne également l'expérience qui permet de définir cet indicateur.



### 1. Mode d'emploi

L'échantillon de bitume à tester est d'abord porté à une température de 80 °C à 90 °C au-dessus du point de ramollissement attendu, puis refroidi à la température ambiante, entre 15 °C et 30 °C pendant 60 min à 90 min et pour les échantillons courants. Les échantillons sont ensuite placés dans un bain-marie à

température constante pour une durée égale à celle du refroidissement, puis l'essai est réalisé.

L'aiguille est abaissée lentement jusqu'à ce que sa pointe coïncide avec son image réfléchiée par la surface de l'échantillon, puis le porte-aiguille est libéré pendant le laps de temps prescrit et descend par gravité. L'aiguille s'enfonce alors dans l'échantillon de bitume. On mesure la profondeur d'enfoncement à l'issue du temps prescrit.

Lorsque les conditions d'essai ne sont pas prescrites, la température, la charge appliquée et la durée d'application de la charge doivent être respectivement de :

- 25 °C, 100 g et 5 s pour des valeurs de pénétration inférieures à 500  $\pm$  0,1 mm
- 15 °C, 100 g et 5 s pour des valeurs de pénétration supérieures à 500  $\pm$  0,1 mm

### 2. Résultats

Les profondeurs de pénétration sont exprimées en dixièmes de millimètres. Le résultat permet de déterminer dans quelle classe se situe l'échantillon de bitume testé.

## Point de ramollissement :

Cette méthode permet de mesurer la sensibilité du [bitume](#) au ramollissement.

Pour réaliser cet essai, un anneau de diamètre normalisé est rempli de bitume. Il est refroidi à une température de 5°C.

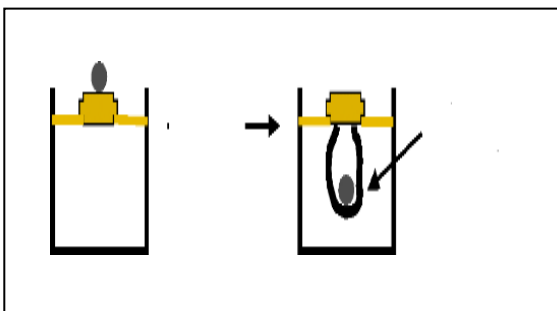
Cet anneau est ensuite placé dans un bain thermostaté. Une bille d'un diamètre et d'un poids normalisé est posée sur la pastille de bitume.

La température du bain est constamment augmentée jusqu'à ce que la bille soit descendue d'une certaine hauteur.

Cet essai fait partie d'une palette permettant de caractériser les bitumes.

## 1. But de la méthode :

Cette méthode détermine le point de ramollissement des bitumes ayant un point de ramollissement entre 30 et 200°C. Ce point de ramollissement est obtenu par la méthode bille et anneau.



## 2. Appareillage :

1) Récipient en verre pouvant supporter la chaleur ; de diamètre 8,5cm, de hauteur H=10,5cm.

2) Thermomètre.

3) Anneaux.

4) Billes.

5) Guide de l'anneau.

6) La monture de l'anneau.

7) Plaque de montage en laiton.

## 3. Préparation de l'anneau :

L'échantillon sera complètement fondu à la plus basse température possible et agitée jusqu'à ce qu'il soit homogène et exempt de bulles d'air. Il sera ensuite coulé dans l'anneau de façon qu'il y ait un excès à enlever après refroidissement. Pour cela on doit poser l'anneau sur une plaque de laiton enduite d'huile afin d'éviter l'adhérence de la matière bitumineuse. Après refroidissement. Le surplus de matière est coupé proprement avec un couteau légèrement chauffé.

## 4. Mode opératoire :

1) on remplit le récipient de verre sur une hauteur de 8cm avec l'eau.

2) on place les anneaux contenant l'échantillon sur les trois de la plaque.

3) On met les billes dans les évidements de la plaque.

4) On place le thermomètre dans l'évidement central.

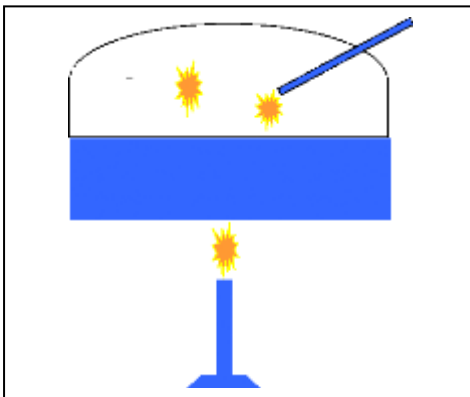
5) On place les billes (en acier) aux centres des anneaux (en cuivre).

On chauffe alors de telle manière on élève la température de 5 °C par minute, la température enregistrée par le thermomètre à l'instant où la matière bitumineuse touche le fond du récipient de verre est notée comme étant celle du point de ramollissement.

### Point d'éclair :

#### 1. Définition :

D'explosibilité ou de concentration des vapeurs du carburant dans les mélanges d'air carburant. la limite inférieure d'explosibilité, correspond à la concentration minimale des vapeurs combustibles dans l'air, à laquelle l'inflammation devient possible au contact avec une flamme ; la limite supérieure d'explosibilité correspond à la concentration des vapeurs à laquelle l'inflammation ne se produit pas par manque d'air.



Le point d'éclair des produits pétroliers est étroitement lié à leurs températures

d'ébullition. C'est-à-dire à leur volatilité. Les fractions de pétrole à basse température d'ébullition ont donc un point d'éclair inférieur à celui des fractions à haute température d'ébullition. Ainsi, les fractions du kérosène de 50 à 60°C, ceux du gas-oil de 80 à 100°C et ceux de huile de 130°C à 325°C.

La hauteur de niveau du produit pétrolier dans le récipient qui le contient a également une forte influence sur le point d'éclair, plus le niveau est élevé dans un récipient contenant des produits pétroliers à haute température d'ébullition, plus leur point d'éclair est réduit. Le point d'éclair de produit pétroliers à basse température d'ébullition étant lié à la limite d'explosibilité supérieure ; la relation précisée s'en trouve inversé ; le point d'éclair baisse avec la réduction du niveau de remplissage. L'humidité et les produits de décomposition contenue dans les produits pétroliers modifient notablement la valeur réelle de leur point d'éclair.

On a recours à cette propriété dans l'industrie, pour apprécier l'homogénéité des fractions obtenues par distillation. Le point d'éclair des fractions d'huile est l'indice de leur volatilité en service, ce qui de paire avec d'autres caractéristiques, permet d'apprécier leur composition chimique. Un point d'éclair très élevé est propre aux fractions d'huile provenant des pétroles paraffinés à faible teneur en cires, dont la température d'ébullition est également plus élevée. ce qui est le cas des coupes d'huile du brut de Hassi Massoud.

## 2. Mode opératoire :

C'est la température du liquide à laquelle se produit le phénomène décrit, qu'on n'appelle point d'éclair du produit pétrolier. Dans notre cas nous avons effectué ce test en vase ouvert C.O.C (Cleveland open Cup Flash Point) qui est utilisé pour les températures supérieures à 80°C. C'est pour caractériser la teneur en produits volatiles, et permet de connaître la température la plus basse à laquelle les vapeurs d'un échantillon des produits pétroliers s'enflamment au contact d'une flamme ou d'autres moyens (étincelle), et permet de connaître aussi jusqu'à quelle température un produit pourra être chauffé sans danger.

Le produit à tester contenu dans le vase ouvert est chauffé à l'abri des courants d'air, progressivement et sans interruption d'une manière telle que sa vapeur se produit sous l'influence d'une flamme veilleuse.

L'appareil est constitué principalement d'un vase et d'une plaque de chauffage, la détermination du point d'éclair doit être sur un échantillon anhydre. On met l'asphalte dans un vase jusqu'au trait de jauge. On maintient le thermomètre en position verticale par un dispositif convenable, l'extrémité inférieure du thermomètre étant plongée dans le produit, on allume la flamme veilleuse placée au-dessus du vase.

La température à laquelle apparaît un éclair en un produit quelconque de la surface de liquide d'éclair. L'unité est en degré Celsius (°C).

## Ductilité

La rigidité d'un bitume consiste à mesurer son élasticité par l'allongement jusqu'à rupture en le tirant à une vitesse et température normalisée. Cette propriété est à l'origine de la faculté du bitume de cimenter les cailloux et d'autres agrégats servant à la construction des routes.

### 1 Définition :

La **ductilité** désigne la capacité d'un [matériau](#) à se déformer plastiquement sans se rompre. La rupture se fait lorsqu'un défaut (fissure ou cavité), induit par la déformation plastique, devient critique et se propage. La ductilité est donc l'aptitude qu'a un matériau à résister à cette propagation. S'il y résiste bien, il est dit [ductile](#), sinon il est dit [fragile](#).

Un matériau est *ductile* si :

- son allongement et sa striction à la rupture sont importants ;
- l'énergie dépensée pour le casser est importante.

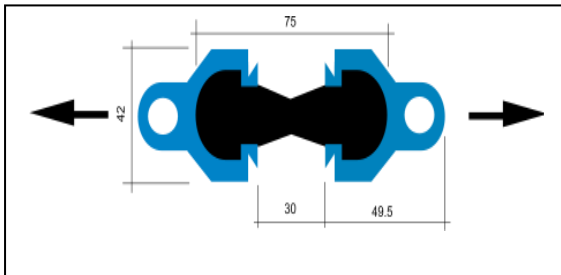
Inversement un matériau est *fragile* si :

- son allongement et sa striction à la rupture sont faibles ;
- l'énergie dépensée pour le casser est faible

## 2. Mode opératoire :

Fondre la substance bitumineuse en essais, jusqu'à la rendre fluide, puis la verser un moule (en forme de huit) qui est supporté sur une plaque de laiton

enduite d'un voile de glycérine pour éviter l'adhérence du produit sur une des parois internes du moule. Laisser refroidir le moule à la température ambiante pendant 30 minutes et après refroidissement on le maintient dans un bain- marie à la température d'essai établi à 25 °C pendant une heure après avoir éliminé l'excès avec une lame légèrement chauffée afin que la forme soit complètement nivelée.



On retire ensuite les deux parois latérales du moule. On transfère le moule contenant l'asphalte dans le ductilimètre rempli d'eau portée à la température de (25 +ou-0.5) °C .on enfile le moule sur les broches des barres dont l'une est fixe et l'autre peut être déplacé par une vis d'entraînement.la vis d'entraînement tourne à la vitesse d'un tour à la seconde. Cela imprime à la barre une vitesse de translation de 5 cm/minute.

On poursuit l'expérience jusqu'à rupture du fil.

La longueur maximale du fil correspondant à l'instant de la rupture donne la ductilité et s'exprime en centimètre.

### Viscosité cinématique :

#### 1. Définition :

Ces tests donnent une idée sur la fluidité.la viscosité est une grandeur physique qui mesure la résistance d'un fluide à l'écoulement. C'est une résistance due au frottement des molécules qui glissent l'une contre l'autre. La détermination de la viscosité cinématique est effectuée par mesure du temps

d'écoulement du produit entre les deux traits repères d'un tube capillaire calibré.

Les principaux types de viscosimètre admis par la norme sont UBBELHOLD (pour produit clair) et CANNON-FENSKE (produit opaque) répondant à un écoulement laminaire.

La viscosité est un critère particulièrement important pour apprécier les qualités de pompabilité des produits et de définir le type d'écoulement dans les canalisations.

#### 2. Mode opératoire :

Avec l'appareillage et la méthode spécifique on entend déterminer la viscosité cinématique de chaque produit pétrolier ou lubrifiant qui soit vraiment visqueux à la température d'essai. L'unité de mesure est le centistokes (viscosité cinématique).

#### 3. L'appareillage :

Est constitué de :

- viscosimètre en verre à tubes capillaires calibrés.
- des supports pour viscosimètres construits de façon à maintenir les viscosimètres aplombs.
- un bain thermostatique d'une profondeur telle que pendant l'essai le niveau du produit à analyser soit de 20 cm. Au dessus du font du bain .la température doit être maintenue avec précision, le bain doit être rempli avec de l'eau distillée pour la détermination de la viscosité à une température de 50°C et 100°F et avec l'huile lubrifiante avec adjonction d'antioxydant pour la détermination de la température de 210°F=99°C.
- un thermomètre.

- un chronomètre avec une précision de 0.05%.

Pour le test, choisir le viscosimètre adapté au produit à analyser à la température d'essai, le nettoyer avec du solvant et sécher à air sec, réchauffer le produit à une température supérieure à celle de la solidification en agitant avec une baguette en verre, remplir le viscosimètre en plongeant une extrémité dans le produit et effectuer sur le tube une légère aspiration, inverser le viscosimètre et le mettre en position verticale dans le bain à l'aide d'un support, pendant le réchauffement l'asphalte s'écoule, on bouche une extrémité pour le stabiliser, le temps qu'il prenne la température du bain 30 minutes environ, ensuite enlever le bouchon en caoutchouc, l'asphalte passe dans deux bulbes qui ont chacune deux constantes.

On révèle le temps mis pendant l'écoulement dans deux bulbes qu'on multiplie respectivement par les deux constantes.

La valeur en centistokes est :

$$V=C.T$$

C : est la constante du calibrage du tube capillaire du viscosimètre.

T : est le temps mis par le produit pour traverser les deux traits du capillaire.

## Densité :

### 1. Définition :

La densité des solides ou semi solides diffère de la densité des liquides.

Pour mesure de la densité on compare les poids de volume égaux d'échantillon et d'eau distillée.

Les volumes égaux sont obtenus en remplissant un pycnomètre d'eau distillée puis d'échantillon, tenu dans un bain à la même température que celle de l'analyse jusqu'à ce que l'échantillon et l'eau atteignent la même température.

### 2. Mode opératoire :

On pèse le pycnomètre vide E1 ensuite on le remplit d'eau distillée à 25°C E2, on le remplit de bitume fondu à moitié après l'avoir séché et le pèse E3. Une demi-heure après dans un bain pour qu'il atteigne la température de 25°C et on remplit le volume qui reste de l'eau distillée.

$$d \text{ à } 25^{\circ}\text{C} = \frac{(E3 - E1)}{(E2 - E1) - (E4 - E3)}$$

## *Références bibliographique :*

- [1] L'industrie canadienne, « Raffineries de pétrole et fabrication d'autres produits du pétrole et du charbon ».
- [2] A M., Ajour, (1981). 'Quelques ouvrages, quelques types de revêtements'. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 113, pp. 9-21.
- [3] Le manuel opératoire de la zone 10 - la raffinerie d'Arzew-.
- [4] Naftec Spa, société notionnelle de raffinage de pétrole.
- [5] J.F. Branthaver, J.C. Petersen and R.E. Robertson (1994), Binder Characterization and Evaluation-Vol. 2 Chemical Characterization, SHRP Report A-368 (National Research Council), Washington DC.
- [6] P. Doumenq (1989), Apport de l'infrarouge à transformée de Fourier et du couplage chromatographie gazeuse / infrarouge à transformée de Fourier à l'étude de systèmes chimiques complexes, Thèse de l'Université d'Aix-Marseille III, 193p.
- [7] M. Harlin (1989), Le bitume, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 128p.
- [8] E.J. Barth (1962), Gordon and Breach, New-York, Asphalt science and technology, 109-399.
- [9] T.F. Yen (1991), Experimental evidences leading to various structural orders of asphaltenes, Proceedings of Chemistry of Bitumen, 1, 382-407.
- [10] H. Groenzin and O.C. Mullins (2000), Molecular size and structure of asphaltenes from various sources, Energy and Fuel, 14, 677-684.
- [11] Norme française NF T 60-115, Détermination de la teneur en asphaltènes, Janvier 2000.
- [12] L.W. Corbett (1969), Composition of asphalt based on generic fractionation, using solvent deasphalting, elution adsorption chromatography, and densimetric characterization, Anal. Chem., 41, 576-579.
- [13] Thomas, W.H. Quality Assessment, in Modern Petroleum Technology, 1973.
- [14] T.F. Yen (1972), Present status of the structure of petroleum heavy ends and its significance to various technical applications, Preprints of ACS Symposium on Advances in Analysis of Petroleum and its Products, 17, 102-114.
- [15] L. Champion (1999), Etude des comportements rhéologique et mécanique de liants routiers purs ou modifiés par un polymère, Thèse de Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 274 p.
- [16] N. Pieri (1994), Etude du vieillissement simulé et in situ des bitumes routiers par IRTF et fluorescence UV en Excitation-Emission Synchrones. Détermination des relations structures chimiques/ propriétés rhéologiques par Analyse en Composantes Principales, Thèse de Université Aix-Marseille III, 214 p.

- [17] R. Boulet, D. Espinat and J.C. Ravey (1991), Description of the macrostructure of petroleum asphaltenes under different conditions, *Proceedings of Chemistry of Bitumen*, 2, 208-234.
- [18] J.P. Dickie and T.F. Yen (1967), Macrostructures of the asphaltic fractions by various instrumental methods, *Anal. Chem.*, 39, 1847-1852.
- [19] D.A. Storm, E.Y. Sheu and R.J. Barresi (1991), Colloïdal properties of asphaltenes in vacuum residue, *Proc. Chemistry of Bitumen*, 2, 813-841.
- [20] F. Farças, C. Such and N. Klein (1992), Caractérisation chimique et physicochimique des bitumes - Description des méthodes analytiques utilisées, *Les bitumes, Les Rendez-vous du Laboratoire, Laboratoire Régionale des Ponts et Chaussées*.
- [21] D. Espinat (1993), Colloidal structure of asphaltenes solutions and heavy-oil fractions studied by small-angle neutron and X-ray scattering, *SPE # 25187*. New Orleans, LA, 365-373.
- [22] B. Brûlé (1978), Contribution de la chromatographie sur gel perméable (GPC) à la caractérisation qualitative et quantitative des bitumes- Structure colloïdale, *Rapport de recherche n° 76*, Nantes, Laboratoires des ponts et chaussées, 72 p.
- [23] R. Dron, M. Bestougeff and I.A. Voinovitch (1978), *Rapport de Recherche des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 7.
- [24] B. Brûlé, G. Ramond and C. Such (1987), Relations composition-structure propriétés des bitumes routiers, *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 148, 69-73.
- [25] I. Pavle, P.I. Premovic, S. Ljubisa and Jovanovic; (1997), Are vanadyl porphyrins products of asphaltting/kerosene thermal breakdown? *Fuel*, 76 (3), 267.
- [26] Article « bitume », [planete-energies.com](http://planete-energies.com).
- [27] L.O. Oyekunle., « Certain Relation-ships between Chemical Composition and Properties of Petroleum Asphalts from Different Origin », University of Lagos – Nigeria.
- [28] « étude de comportement rhéologique des bitumes a moyenne et basse température ». Thèse 1.
- [29] *Annual Handbook: « Petroleum Products and Lubricants »*. ASTM Standards (1998) American Society for Testing and Materials.
- [30] Thomas, W.H. *Quality Assessment*, in *Modern Petroleum Technology*, 1973.
- [31] Raissi Abdelkrim., « origine des bitumes et domaines d'utilisation » séminaire sur le bitume 2008 Hilton.
- [32] Didier Lesueur., « La Rhéologie des Bitumes : Principes et Modification » 2002.
- [33] *Le manuel opératoire de la zone 10 - la raffinerie d'Arzew-*.
- [34] Article « bitume », Wikipédia.

- [35] Béranger, J., boire, J., Samanos J. et Vaaiscote, J-C., (1 989). "Liants modifiés". Revue Générale des Routes et Aérodrômes, 66 1, pp. 69-80.
- [36] Dunieu, F., Such, C. et Voinovitch, I.A., (1 982). "Etude des liants bitumineux, a usage routier, modifiés par addition de lignine". Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 122, pp. 27-36.
- [37] Roder, F. S., White, R M. et Dannernber, E.M., (1 977). "Carbon Black as a Reinforcing Agent for Asphalt" . J. Association of Asphalt Paving Technol., 46, pp. 3 76-40 1.
- [38] Chaala, A, Roy, C. et Ait-Kadi, A, (1996). "Rheological Properties of Bitumen Modified with Pymlytic Carbon Black". Fuel, 75, pp. 1575-1 583. 24.
- Chebil, S., (1996).
- [39] "Étude des liants bitumineux modifiés par le noir de carbone et le charbon de bois paronyques, sous produits de la décomposition thermique sous vide des pneus et du bois hors d'usage", Thèse de mantisse en environnement, Université de Sherbrooke, Québec, Canada.
- [40] Kortshot, M.K. et Woodhams, RT., (1984). "Torsional Braid Analysis of Bitumen- Liquid Rubber Mixtures". Polym Eng. and Sci., 24, pp. 252-258.
- [41] Lee, D.Y., (1 975). "Modification of Asphalt PaWig Mobures by Sulfur Additives". J. Ind. Eng. Chem., 14 (3), pp. 7- 17 1.
- [42] Dennings, J.H. et Carswe11, J., (1978). "Use of SuKu to Reduce the Permanent Deformation of Asphalt Mixes". C-RCod Int. Sous-produits et déchets dans le Génie Civil, Paris.
- [43] Qi, Xicheng, Sebaaly, P.E. et Epps, J.A., (1995). «Evaluation of Polymer Modified Asphalt Concrete Mumires". J. Materials Civil Eng., 7(2), pp. 1 1 7-1%.
- [44] Article « plastique », Source : <http://fr.wiktionary.org/wiki/>.
- [45] G. Bertolini., « Homoplastiques », ed Sang De La Terre.
- [46] « Synthèse de polymères dendronisés par polymérisation anionique vivante et fonctionnalisation de leur surface par Firmin Moignons », 2006.
- [47] Dossier Enseignant. « Voyage en industrie », La synthèse des plastiques, 2006.
- [48] Isabelle Couillet., « Propriétés dynamiques en milieu aqueux de systemes mixtes micelles vermiculaires-polymères associatifs d'origine naturelle », 2005.
- [49] David Platel., « Impact de l'architecture macromoléculaire des polymères sur les propriétés physico-chimiques des coulis de ciment », 2005.
- [50] Article « polymère», Wikipédia.
- [51] « polymère», portail lexical, centra national de ressources textuelles et lexicales.
- [52] Article : « histoire de caoutchouc», Espace de science le champ libre.
- [53] Article « synthèse de caoutchouc », Encarta 2006.
- [54] Le monde de caoutchouc - « Transformation des caoutchoucs : un métier complexe ! »
- [55] Article : «les matières plastiques», encyclopédie.

- [56] M. Nacer-Eddine SMAIL., « production des bitumes à Naftec, développement et perspectives » séminaire sur le bitume 2008 Hilton.
- [57] Masad E., Tashman L., Little D., Zbib H., «Viscoplastic modeling of asphalt mixes with the effects of anisotropy, damage and aggregate characteristics », Mechanics of Materials, 2005.
- [58] Huang B., Mohammad L. N., Wathugala G. W., « Application of a Temperature Dependent Viscoplastic Hierarchical Single Surface Model for Asphalt Mixtures », Journal of Materials in Civil Engineering, 2004.
- [59] Hınısliođlu S., Ađar E., « Use of waste high density polyethylene as bitumen modifier in asphalt concrete mix », Materials Letters, 2004
- [60] Smail Haddadi., Nadir Laradi., E. Ghorbel., « Fluage des bétons bitumineux : Influence de la classe du bitume et des polymères ».
- [61] Article « bitume modifié », Wikipédia.
- [62] Jean-Marie LETOFFE., Laurence CHAMPION-LAPALU., recherche sur « Analyse thermique de bitumes routiers modifiés par des polymères », 2000.
- [63] Delautre Laurence., Gromier Laurent., Dupont Jens, S.,« Floating floor with controlled sonority, modified bitumen sheet and laths there for », inovation/2001.
- [64] Ben issa Hamza., « les liants hydrocarboniques »
- [65] A. Bouhadjar., « L'industrie du raffinage », institue algérien du pétrole.  
Prière Withier « Le raffinage du pétrole ».

