



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique  
Université de Tissemsilt



Faculté des Sciences et de la Technologie  
Département des Sciences et de la Technologie

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme  
de Master académique en

Filière : **Industries Pétrochimiques**

Spécialité : **Génie du Raffinage**

Présentée par : **GHALEB BILAL et GUELLAL KHALED ABDELBASSET**

*Thème*

---

## **ETUDE COMPARATIVE D'UN BITUME PUR MODIFIER A BASE DES POLYMERES**

---

Soutenu le, .....

**Devant le Jury :**

Bouchetta	Président	M.C.B	Univ-Tissemsilt
Meriem Boukanoun	Examinatrice	M.A.A	Univ-Tissemsilt
Taibi	Examineur	M.C.B	Univ-Tissemsilt
Mokhtar	Encadreur	M.A.A	Univ-Tissemsilt

**Année universitaire : 2020-2021**

## ملخص

البتروال الجزائري هو بتروال خفيف لا يمكن لبقاياه من التقطير الجوي أن تنتج البيتومين المطابق للمواصفات العالمية. والجزائر ملزمة حتى الآن باستيراد خام مخفض لمعالجة هذه المشكلة.

وحركة المرور المتزايدة التقييد والعدوانية بالإضافة إلى درجات الحرارة المرتفعة هي سبب تشوه قار الطريق في الرصيف؛ تفرض هذه القيود تميمين المواد الجديدة للتغلب على أوجه القصور في خلطات الأسفلت العادية.

الهدف من هذه الدراسة هو تقييم القار الجزائري 50/40 الذي يتعرض لظواهر الشيخوخة التي تؤدي إلى تعديلات في معاييرها الميكانيكية والريولوجية وتركيبها الكيميائي من أجل التنبؤ بتطور خواصها بواسطة البوليمرات المطاط والبولسترين على الخواص الفيزيائية والميكانيكية باختبارات النفاذية؛ نقطة تليين؛ أظهرت الكثافة والليونة وكذلك السلوك الريولوجي، تم إجراؤها على مقياس ريو متر في الوضع الديناميكي، أن سلوك البيتومين يختلف اختلافاً كبيراً مع تركيز وطبيعة المواد المضافة المستخدمة.

**الكلمات المفتاحية:** القار، النفاذية، التليين، الصلابة، اللزوجة.

## 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.

Et le trafic de plus en plus contraignant et agressif ainsi que les températures élevées sont à l'origine des déformations des bitume routier de la chaussée ; ces contraintes imposent la valorisation de nouveaux matériaux pour pallier aux insuffisantes des enrobés ordinaires.

La présente étude a pour objectif d'évaluer Les bitumes algériens 40/50 qui est soumis à des phénomènes de vieillissement qui lui entraîne a des modifications de leurs paramètres mécanique et rhéologiques et de leur structure chimique dans le but de prédire l'évolution de leurs propriétés par les deux polymères caoutchouc et polystyrène sur les propriétés physique et mécanique par essais de pénétrabilité ; point de ramollissement ; la densité et la ductilité et aussi sur le comportement rhéologique on a 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.

## Abstract

Algerian petroleum is light petroleum, the residue of which from atmospheric distillation cannot produce bitumen that meets international specifications. Algeria is obliged until now to import reduced crude to remedy this problem.

And the increasingly restrictive and aggressive traffic as well as the high temperatures are at the origin of the deformation of the road bitumen of the pavement; these constraints impose the valorization of new materials to overcome the inadequacies of ordinary asphalt mixes.

The objective of this study is to evaluate Algerian bitumen 40/50 which is subjected to aging phenomena which leads to modifications of their mechanical and rheological parameters and their chemical structure in order to predict the evolution of their properties by the two polymers rubber and polystyrene on the physical and mechanical properties by penetrability tests; softening point; the density and ductility and also the rheological behavior, it was carried out on a rheometer in dynamic mode, showed that the behavior of the bitumen varies considerably with the concentration and the nature of the additives used.

**Key words:** bitumen, penetrability, softening, ductility, viscosity.

# Remerciement

Je tiens tout d'abord à remercier ALLAH que grâce à lui j'ai eu la chance de réaliser ce travail. Je remercie tout particulièrement, mon encadreur

Mme **MOKHTAR DJAMILA**, pour son accompagnement tout au long de la réalisation du projet, la confiance qu'il m'a accordé dès mes premiers pas, les conseils professionnels qu'il m'a proposé et qui m'a apporté beaucoup au travers de ma recherche.

Il me tient de remercier les membres de mon jury, vous me faites un grand honneur et un grand plaisir en acceptant de participer à ce jury.

## Dédicaces

Pour chaque événement dans ma vie, je ne manquerai pas d'avoir une pensée à toutes les personnes qui m'ont donné le courage et l'enthousiasme.

A mes chers parents

A tous les professeurs et enseignants surtout Mm.

MOKHTAR

A mes sœurs et mes frères

A toute ma famille

A tous ceux qui m'ont aidé de loin ou de près durant mes études.

KHALED

## Dédicaces

Il est naturel que ma pensée la plus forte aille vers mes parents à qui je dois la vie et une part essentielle de ma personnalité. Merci pour l'amour que vous m'avez donné.

Je ne peux pas oublier de remercier tout le monde, surtout le professeur encadré **Mm. MOKHTAR.**

En particulier mes frères et sœurs, pour leur soutien et leur amitié, ainsi que pour tous ceux qui m'ont aidé dans cet humble travail.

Eh bien, je voudrais remercier tous les étudiants pour la Master académique, ainsi que tous ceux qui ont consacré temps, énergie et patience.

BILAL

# Sommaire

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1

## *Partie théorique*

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

I.1. Le raffinage du pétrole	4
I.2. La raffinerie d'Arzew	4
I.2.1. Historique	4
I.2.2. L'objectif	4
I.2.3. Capacité de traitement	4
I.2.4. Les principales zones du complexe	4
I.2.5. Capacité annuelle de production	6
I.3. La zone 10 production des bitumes	6
I.4. L'unité 14 : le procédé de distillation sous vide les matériaux isotropes	7

### *Chapitre II : Généralités sur les bitumes*

II.1 Introduction	10
II.2 Les bitumes	10
II.2.1 Définition et origine des bitumes	10
II.2.2 Procédés industriels de fabrication des bitumes	11
II.2.3 Composition et caractérisation physico-chimique	12
II.2.3.1 Composition	12
II.2.3.2 Caractérisation chimique des quatre grandes familles de constituants du bitume	13
II.3 Modélisation de la structure du bitume	17
II.3.1 Nature colloïdale des bitumes	17
II.3.2 Influence de la composition du bitume et de la température sur sa structure « colloïdale »	18
II.3.2.1 Structure de type SOL	18
II.3.2.2 Structure de type GEL	19

II.3.2.3 Structure de type SOL-GEL	19
II.4 Propriétés générales du bitume	20
II.4.1 Les caractéristiques physiques	20
II.4.1.1 La mesure de pénétrabilité	21
II.4.1.2 La Température de ramollissement Bille et Anneau (TBA)	21
II.4.1.3 Point d'éclair	21
II.4.1.4 La densité	21
II.4.1.5 Ductilité	21
II.4.2 Les caractéristiques mécaniques	22
II.4.3 Relations entre composition chimique et rhéologie	22
II.4.4 L'influence des paramètres de production sur la qualité des bitumes	23
II.4.4.1 La qualité de la charge	23
II.4.4.2 La température de soufflage	24
II.4.4.3 Le vide appliqué	24
II.4.4.4 La température de flash	24
II.4.4.5 Le débit d'air	24
II.4.5 Les produits bitumineux	24
II.4.5.1 Bitumes purs	24
II.4.5.2 Bitumes modifiés	25
II.4.5.3 Bitumes fluidifiés	25
II.4.5.4 Bitumes fluxés	26
II.4.5.5 Emulsions de bitume	26
II.4.5.6 Bitumes industriels	26
II.4.5.7 Bitumes spéciaux	26
II.4.6 Applications	27
II.4.6.1 Applications routières	27
II.4.6.2 Applications hydrauliques	27
II.4.6.3 Applications industrielles	28
II.4.6.4 Autres applications	28
II.4.7 Le traitement des bitumes	28

## *Chapitre III : Bitumes modifiés*

III.1 Introduction	31
III.2 Bitume modifié	31
III.3 Nécessité de modification des liants bitumineux	31
III.4 Propriétés	31
III.4.1 Réactivité	31
III.4.2 Adhésivité	32
III.4.3 Cohésion	32
III.4.4 Viscoélasticité	32
III.4.5 Obtention et caractérisation	34
III.4.5.1 Obtention	34
III.4.5.1.1 Production par concentration	34
III.4.5.1.2 Production par craquage	35
III.4.5.1.3 Production par soufflage	35
III.4.5.1.2 Caractérisation	35
III.4.5.1.2.1 Caractérisation classique	35
III.4.5.1.2.2 Essais américains SHRP (Strategic Highway Research Program : programme de recherche concernant l'étude des routes)	36
III.4.5.1.2.2.1 Définitions des températures	36
III.4.5.1.2.2.2 Spécifications sur les grandeurs rhéologiques	36
III.5 Les types de modifications par polymères	38
III.5.1 Les liants modifiés plastomères	38
III.5.2 Les liants modifiés élastomères	39
III.6 Compatibilité Bitume-Polymère	40

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

IV.1 Introduction	42
IV.2 Généralités sur les polymères	42
IV.2.1 Définition du polymère	42
IV.2.2. Polymérisation	43
IV.2.2.1 Méthodes de polymérisations	44
IV.2.3 Différents types de polymères	44
IV.2.3.1 Les homopolymères	44
IV.2.3.2 Les copolymères	45
IV.2.4 Comportement thermique	47
IV.2.5 Utilisation	47
IV.2.5.1 les types d'usage	48
IV.2.5.2 Le domaine d'application	48
IV.2.5.2.1 Les élastomères	50
IV.2.5.2.1.1 Le caoutchouc	50
IV.2.5.2.1.1.1 Les propriétés physico-chimiques de caoutchouc	51
IV.2.5.2.1.1.2 Les caoutchoucs synthétiques	51
IV.2.5.2.1.1.3 Utilisations	51
IV.2.5.2.2 Les plastomères	52
IV.2.5.2.2.1 Polystyrène	52
IV.2.5.2.2.1.1 Utilisation	52
IV.2.5.2.2.1.2 Les propriétés	52
IV.2.5.2.2.1.3 Les classifications	53
IV.2.5.2.2.1.4 Les caractéristiques	53
IV.2.5.2.2.1.5 synthèse	53

## Partie pratique

Introduction	55
I.1 Les essais	55
I. 1.1 Prise d'échantillon	55
I.2. 2 Tests	55
II. Présentation des matériaux	60
II.1 Le produit	60
II.2 Le choix de bitume 40/50 (bitume témoin)	60
II. 3 Les caractéristiques	60
II. 4 Méthodologie expérimentale	60
III.1 La préparation	60
III.2 Résultats et discussion	61
III.2.1. Résultat des essais pour le bitume polystyrène	61
III.2.2. Résultats des essais pour le bitume-caoutchouc	63
IV Les graphes des Résultats	65
IV.1 Résultat des essais pour le bitume-polymères et bitume-caoutchouc	65
IV.2 L'interprétation des résultats	68
IV.3 Calcul de la viscosité dynamique à 25°C	70
IV.4 Calcul de l'indice de pénétrabilité	71
<b>Conclusion générale</b>	74
<b>Références bibliographiques</b>	

## *Liste des figures*

<b>Figure. I.1-</b> Représentation graphique de la capacité de production annuelle	6
<b>Figure II.1-</b> Schéma général de la fabrication industrielle des bitumes	12
<b>Figure II.2-</b> Structures pour la fraction saturée des bitumes (Harlin)	14
<b>Figure II.3-</b> Structures pour la fraction aromatique des bitumes (Harlin)	15
<b>Figure II.4-</b> Structures pour la fraction des résines des bitumes (Barth)	15
<b>Figure II.5-</b> Structure hypothétique des asphaltènes des bitumes, a) : d'après Yen, b) : d'après Groenzin et Mullins	15
<b>Figure II.6-</b> Chromatographie d'adsorption d'après Corbett	16
<b>Figure II.7-</b> Formes possibles des micelles d'asphaltènes	18
<b>Figure II.8-</b> Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume routier (d'après Brule)	18
<b>Figure II.9-</b> Représentation schématique des deux types de structure	19
<b>Figure III.1-</b> Classe de comportement du bitume	32
<b>Figure III.2-</b> Viscoélasticité du bitume	33
<b>Figure IV.1-</b> pénétrabilité de bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 °C	55
<b>Figure IV.2-</b> le point de ramollissement bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25°C	56
<b>Figure IV.3-</b> densité de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 °C	56
<b>Figure IV.4-</b> Ductilité de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°	57
<b>Figure IV.5</b> Des points de flash de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°	57
<b>Figure IV.6-</b> De la viscosité cinématique de bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 °C	58
<b>Figure IV.7 :</b> Pycnomètre rempli à moitié du produit	58
<b>Figure n° 8 :</b> Viscosimètre d'Ostwald à tube capillaire	59
<b>Figure n° 9 :</b> Appareil de mesure de la ductilité	59
<b>Figure n°10 :</b> Le moule	59
<b>Figure n° 11 :</b> Etuve pour chauffer les produits.	61
<b>Figure n° 12 :</b> pénétrabilité de bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°	65
<b>Figure n°13:</b> le point de ramollissement bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25C°	66
<b>Figure n°14 :</b> densité de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°	66
<b>Figure n°15 :</b> Ductilité de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C	67
<b>Figure n°16 :</b> de point de flash de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°	67
<b>Figure n°17 :</b> de la viscosité cinématique de bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 °c	68

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau II.1-</b> Les caractéristiques des bitumes purs.	25
<b>Tableau III.1-</b> Températures caractéristiques SHRP	36
<b>Tableau III.2-</b> Spécifications SHRP reliant les températures du lieu au module complexe du bitume	37
<b>Tableau IV.1-</b> Les domaines d'application des polymères	49
<b>Tableau n° 1 :</b> les caractéristique de bitume routier 40/50.	60
<b>Tableau n° 2-</b> Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-polystyrène à 25 °C.	61
<b>Tableau n°3-</b> Les valeur du ramollissement de bitume-polystyrène à 25 °C.	62
<b>Tableau n°4-</b> Les valeur de densité de la bitume-polystyrène à 25 °C	62
<b>Tableau n°5-</b> Les valeurs de la ductilité de la bitume-polystyrène à 25 °C	62
<b>Tableau n°6-</b> Les valeurs des points de flash de bitume-polystyrène à 25 °C	63
<b>Tableau n°7-</b> Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume-polystyrène à 25 °C	63
<b>Tableau n°8-</b> Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-caoutchouc	63
<b>Tableau n°9-</b> Les valeurs de point de ramollissement de bitume-caoutchouc	64
<b>Tableau n°10-</b> Les valeurs de la densité de bitume-caoutchouc	64
<b>Tableau n°11-</b> Les valeurs de la ductilité de bitume-caoutchouc	64
<b>Tableau n°12-</b> Les valeurs des points de flash de bitume-caoutchouc	64
<b>Tableau n°13-</b> Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume-caoutchouc	65
<b>Tableau n°14 :</b> Résultats de calcul de la viscosité dynamique de bitume caoutchouc.	70
<b>Tableau n°15 :</b> Résultats de calcul de la viscosité dynamique de bitume polystyrène	70
<b>Tableau n°16 :</b> Résultats de calcul de l'indice de pénétrabilité pour le bitume caoutchouc.	72
<b>Tableau n°17 :</b> Résultats de calcul de l'indice de pénétrabilité pour le bitume Polystyrène.	72

## *Abréviations*

**BRA** : Brut Réduit Atmosphérique.

**GPL** : Gaz pétrolier liquéfié.

**BRI** : Brut Réduit Importé.

**U.14, 15** : Unités De Production Des Bitumes.

**E** : Echangeur.

**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

**Kuop** : 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

---

Les routes contribuent à la croissance économique en facilitant les transports et les échanges ; ce qui nécessite l'amélioration des chaussées et des revêtements ; pour supporter la croissance de trafic et les poids lourds ; ainsi que leur capacité d'adaptation aux changements climatique [1]

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 caoutchouc ou les plastomères tel que l'éthylène acétate de vinyle (EVA); polystyrène (PS) dans les enrobes spéciaux remonte au début des années 70. [2]

Après une revue générale des problèmes étudiés, voici le contenu de cette étude qui comporte deux parties :

➤ La première partie est entièrement consacré à une revue 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.

➤ La deuxième partie présente l'étude expérimentale complète d'une série des tests effectués sur les produits de la raffinerie d'Arzew au brut réduit importé, soit par l'incorporation des additifs.

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

*Partie*  
*théorique*

*Chapitre I*  
*Présentation*  
*de la*  
*raffinerie*

## I.1. 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].

## I.2. La raffinerie d'Arzew

### I.2.1. 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.

### I.2.2. 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 de devises grâce à l'exportation des produits excédentaires (naphta, kérosène, fioules).

### I.2.3. 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.

### I.2.4. Les principales zones du complexe

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

**a. Parking :** Zone1

**b. Station de veille :** Zone2

**c. Production :**

Des zones de production divisées :

- Production 1 : zones : 03, 04, 06,07 et 10 .
- Production 2 : zones : 05, 19 et 3000.

**d. Utilités**

**Zones 3 et 19 :** Les utilités constituent et 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

**e. 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).

**f. Lubrifiants**

- 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.

- Huiles Finies :

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

**g. 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.

**h. 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.

i. **Administration générale** : Zone 14

j. **Laboratoire** : Zone 15

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

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

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

### I.2.5. Capacité annuelle de production :

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

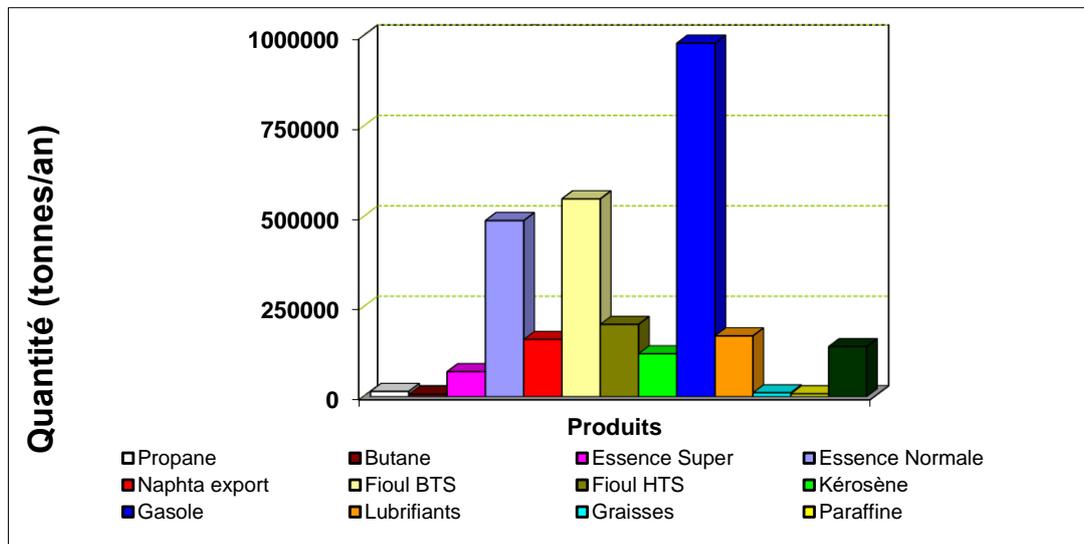


Figure I.1- Représentation graphique de la capacité de production annuelle.

### I.3. 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.

#### I.3.1. Production des bitumes

- **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].

### I.4. 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

Le BRI est aspiré par une pompe de charge et est refoulé dans une batterie d'échangeurs 14 E (1, 2, 11 et 3A 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 a 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 oïl 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 oïl léger (LVGO) plateau N°6.
- Gaz oïl moyen (MVGO) plateau N°12.
- Gaz oïl lourd (HVGO) plateau N°18.

*Chapitre II*

*Généralités*

*sur les*

*bitumes*

## II.1. Introduction

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

## II.2. Les bitumes

### II.2.1. 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 tétraphonie 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 aspartique 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.

### II.2.2. Procédés industriels 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 :

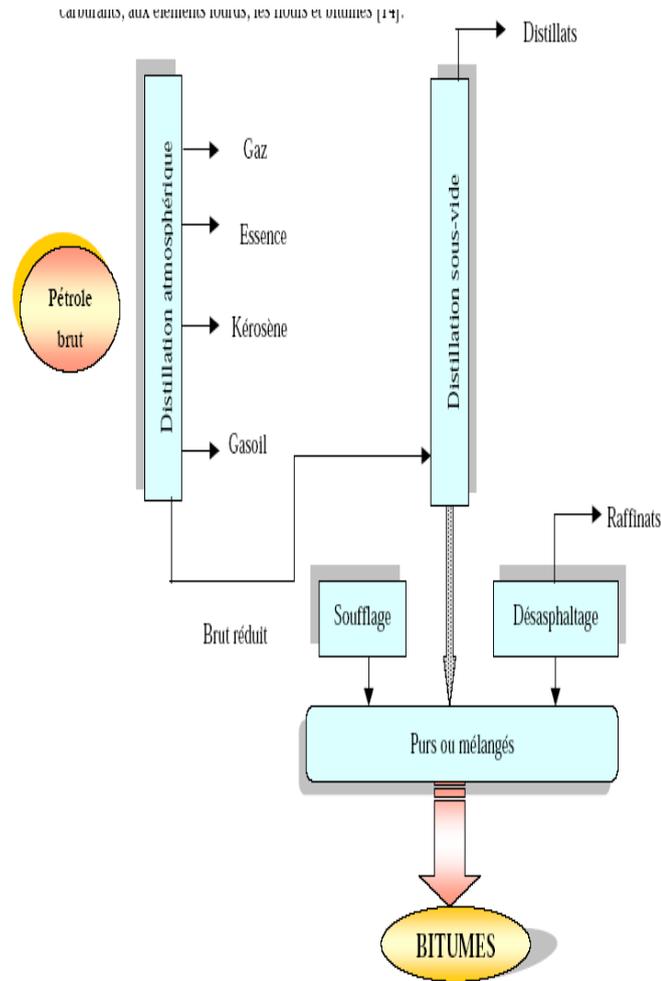
- **Les bitumes de distillation directe**

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

## II.2.3 Composition et caractérisation physico-chimique

### II.2.3.1 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.

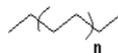
La composition élémentaire d'un bitume dépend essentiellement de l'origine de son brut et d'une manière moindre, des techniques de raffinage [3].

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

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

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

✚ Chaîne linéaire



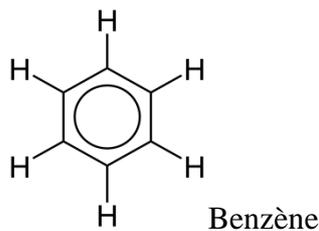
✚ Ramifier



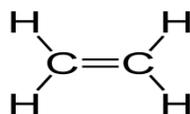
***Naphténiques saturés cycliques (cycles à liaisons simple)***



***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 naphténiques sur lesquels sont greffées des chaînes saturées plus ou moins longues et ramifiées.

### II.2.3.2 Caractérisation chimique des quatre grandes familles de constituants du bitume

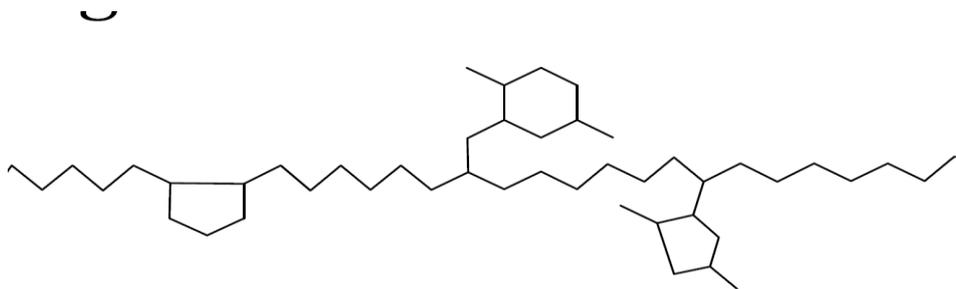
La diversité et le grand nombre de molécules présentes dans les bitumes rendent la détermination exacte de leur composition délicate à déterminer. Aussi, pour décrire globalement les divers constituants des bitumes, une approche « réductionniste » fondée sur

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 [4].

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 :

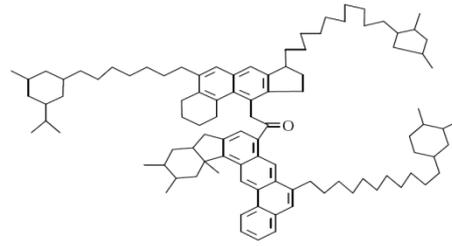
- Le premier groupe constitue les Maltènes et rassemble trois familles citées ci dessous (saturés, aromatiques et résines) :

**Les saturés :** ce sont des huiles incolores ou légèrement jaunâtres composées principalement de molécules paraffiniques et de cycles naphthéniques. 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.



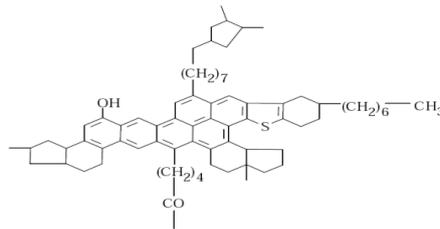
**Figure II.2-** structures pour la fraction saturée des bitumes (Harlin) [5].

**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.



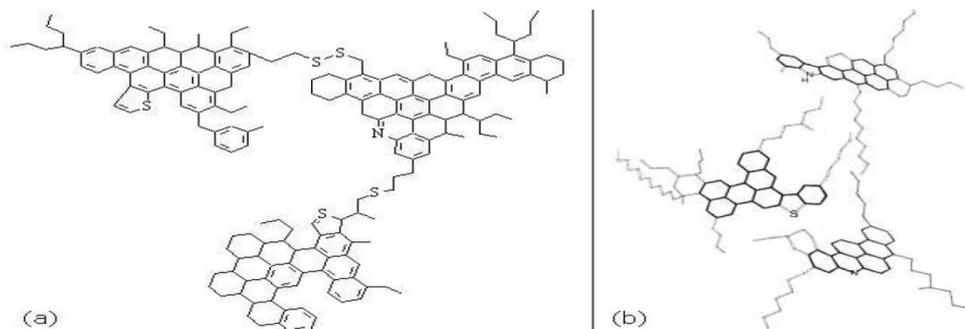
**Figure II.3-** structures pour la fraction aromatique des bitumes (Harlin) [5].

**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, naphthéniques et hétérocycliques. Elles présentent une plus grande proportion de composés aromatiques que les huiles. Leurs molécules sont plus grosses et la proportion des hétéroatomes est plus élevée. La courbe de distribution de leur masse moléculaire s'étale de 500 à 50 000 g.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) [6].

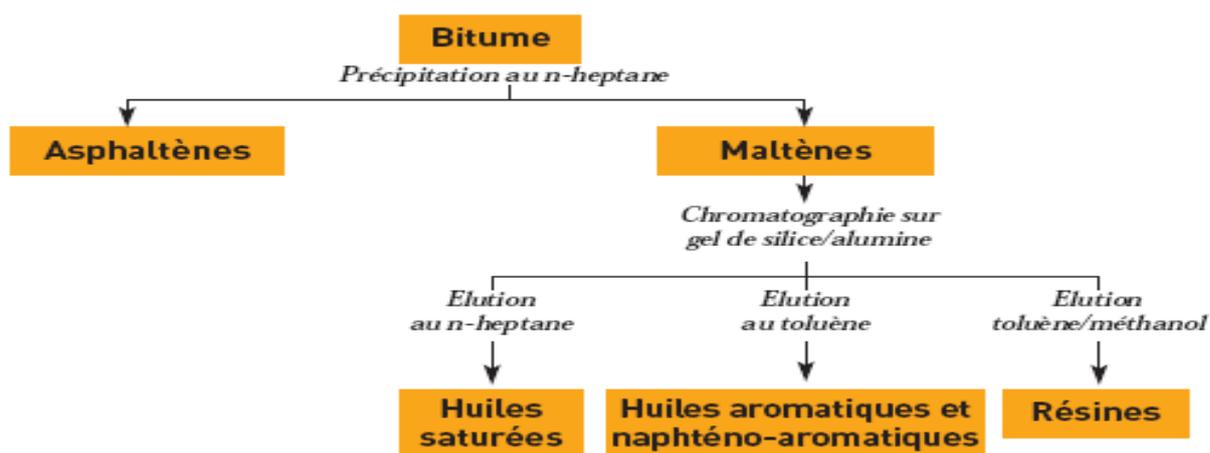
**Les asphaltènes :** constituent le deuxième groupe : ils sont définis comme les Solides qui précipitent dans un pétrole brut ou un bitume après addition d'un solvant tel que l'heptane ou le pentane. Ils représentent généralement entre 5 et 30 % du bitume. Ce sont des composés à structure condensée, cyclique et aromatique.



**Figure II.5-** Structure hypothétique des asphaltènes des bitumes, a) : d'après Yen, b) : d'après Groenzin et Mullins [7]

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 30nm.

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 [8]), alors que les maltènes y sont solubles. Ces derniers sont ensuite séparés par Chromatographie Liquide à Haute Performance sur gel d'alumine (Corbett, 1969 [9]). 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 [10].

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 asphaltées. 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.

## **II.3 Modélisation de la structure du bitume**

### **II.3.1 Nature colloïdale des bitumes**

Selon le modèle de YEN (modèle le plus répandu) [11], 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 [12] 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 [13, 14] (voir figure10).

Espinat [15] 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) [16-17].

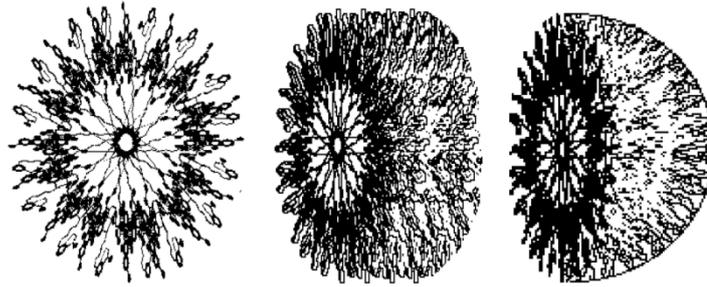


Figure II.7- Formes possibles des micelles d'asphaltènes

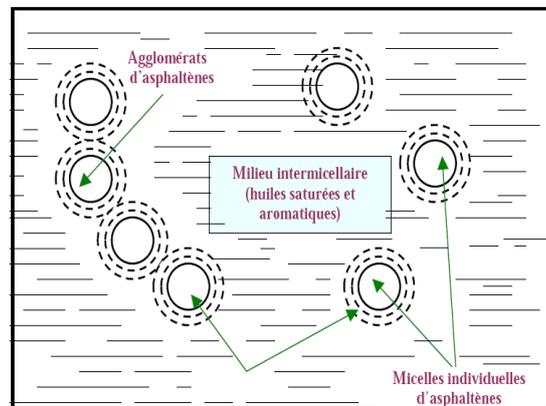


Figure II.8- Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume routier (d'après Brule)

### II.3.2 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 [18].

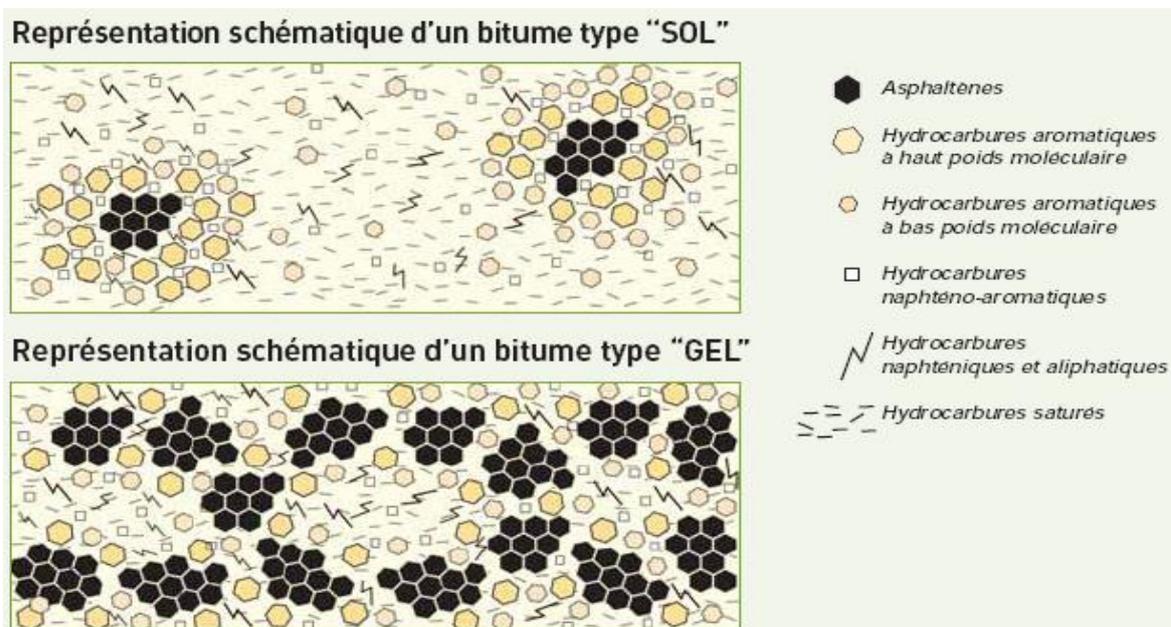
#### II.3.2.1 Structure de type SOL

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.3.2.2 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.9-** Représentation schématique des deux types de structure [19].

### II.3.2.3 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 lorsqu'on augmente la température (figure 11) [20].

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 [21-22]. En effet, suivant le caractère sol ou gel, les propriétés rhéologiques des bitumes diffèrent [23]. 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.4 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 viscoélastique 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.

### II.4.1 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) [24].

Ils sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques [25] 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.

#### **II.4.1.1 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 [26].

#### **II.4.1.2 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) [27].

#### **II.4.1.3 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 [27].

#### **II.4.1.4 La densité**

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

La densité  $d_{t1t2}$  : 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  $t_1$  [27].

#### **II.4.1.5 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) [27,28].

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[29]

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 [29].

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 [30].

Le bitume est un liquide viscoélastique de couleur sombre, durable imperméable, soluble dans le trichloréthylène [31]. Le bitume peut être sous forme liquide visqueux ou solide, il se ramollit progressivement quand il est chauffé [31]. Il possède de très bonnes propriétés d'étanchéité [31]. Le bitume possède un grand pouvoir agglomérant, car il adhère à la majorité des matériaux usuels : pierre, bétons, bois, métal, verre [31]. C'est un excellent isolant thermique. Il est léger, ductile et souple.

#### **II.4.2 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 [31].

#### **II.4.3 Relations entre composition chimique et rhéologie [31]**

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.

## **II.4.4 L'influence des paramètres de production sur la qualité des bitumes**

### **II.4.4.1 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.

#### **II.4.4.2 La température de soufflage**

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

#### **II.4.4.3 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].

#### **II.4.4.4 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].

#### **II.4.4.5 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].

### **II.4.5. 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.

#### **II.4.5.1 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

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			
			20-30	40-50	80-100	180-220
Pénétrabilité à 25°C	X0, 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.

#### II.4.5.2 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].

#### II.4.5.3 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].

#### **II.4.5.4 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].

#### **II.4.5.5 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].

#### **II.4.5.6 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 [35].

#### **II.4.5.7 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>.

## II.4.6 Applications

### II.4.6.1 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 [36].

### II.4.6.2 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 ne 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 coulée ou d'enrobés.

### II.4.6.3 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

### II.4.6.4 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].

### II.4.7 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 ou 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*

### III.1 Introduction

Le bitume considéré dans tout ce travail est un bitume de pétrole, fraction la plus lourde du raffinage de pétrole brut, par opposition au bitume naturel issu des roches. Le bitume est, selon sa définition, la plus classique un ensemble de produits organiques naturels, riches en carbone et en hydrogène, fusibles, combustibles et solubles dans le sulfure de carbone. Sa composition chimique et sa réponse aux sollicitations mécaniques sont complexes. Son utilisation en technique routière est largement justifiée par ses qualités d'agglomérant à haut pouvoir adhésif, surtout sur les minéraux.

Du fait de sa complexité, la composition chimique du bitume n'est jamais réellement définie. Il n'existe pas un seul bitume mais de nombreux bitumes différents. Le mode de raffinage et l'origine du brut pétrolier influent largement sur la composition chimique du matériau. Le bitume au singulier sera employé en terme générique et ce même mot sera employé au pluriel dans le cas d'une classification de divers bitumes selon leur grade ou leur origine. Par ailleurs, le terme liant bitumineux, par opposition aux bitumes purs, regroupe l'ensemble des bitumes purs qui ont été modifiés, fluxés ou fluidifiés.

### III.2 Bitume modifié

Dans toute cette étude, le terme bitume est employé pour qualifier un bitume pur, et le terme liant regroupe le mélange contenant un bitume et un ou plusieurs additifs : polymères, fluxants, cires...

### III.3 Nécessité de modification des liants bitumineux

#### III.4 Propriétés

Le bitume a été choisi comme matériau principal dans l'élaboration des routes pour sa souplesse d'emploi, ses propriétés d'adhésivité, de plasticité, d'élasticité, d'insolubilité dans l'eau et d'inertie à de nombreux agents chimiques.

##### III.4.1 Réactivité

En général, le bitume est inerte chimiquement vis-à-vis de la plupart des composés hydrocarbonés, mais, les composés aromatiques peuvent réagir notamment avec l'oxygène. Les bitumes soufflés ou oxydés sont d'ailleurs préparés grâce à ce type de réaction. Outre ces réactions d'oxydation, des réactions de condensation peuvent avoir lieu à des températures supérieures à 160°C en présence de H<sub>2</sub>S. Les acides présents dans les résines du bitume sont aussi sensibles à certaines attaques basiques.

**III.4.2 Adhésivité**

Le bitume se comporte comme une colle de très bonne qualité qui assure une liaison entre les granulats. Il adhère sur la plupart des roches. Cette adhésivité se manifeste d’une manière active par le collage solide des granulats secs et propres entre eux et d’une manière passive en permettant une résistance aux phénomènes de désenrobage dus à l’eau et aux attaques chimiques. Seuls les produits chimiques dérivés du pétrole, tel que le kérosène et le gazole, peuvent endommager l’enrobé.

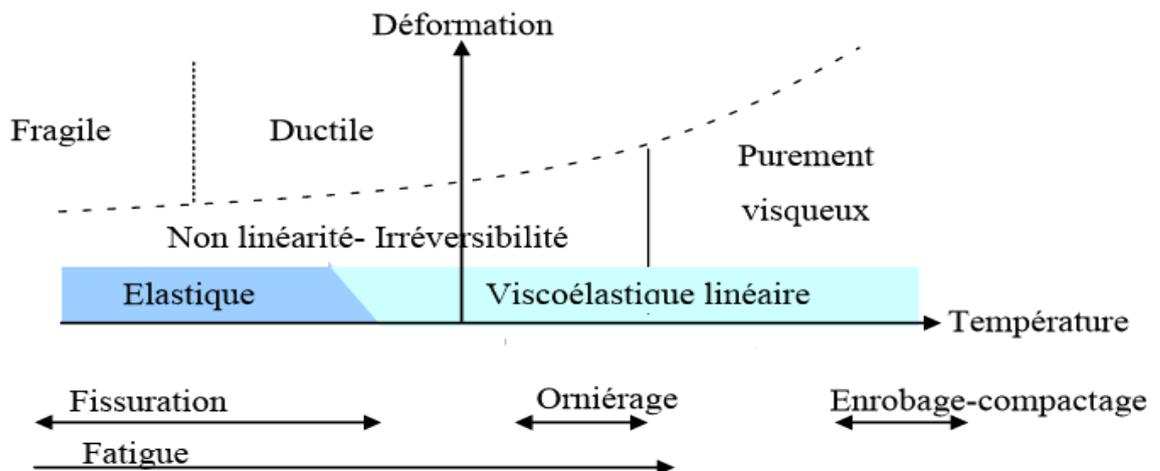
**III.4.3 Cohésion**

Même lors de contraintes particulières exercées sur la chaussée, l’enrobé ne se désagrège pas. La ductilité du bitume permet un écoulement lent au sein de l’enrobé et non une rupture, tandis que sa ténacité assure une résistance suffisante sous l’effet de contraintes de traction.

**III.4.4 Viscoélasticité**

Le bitume n’est ni un fluide newtonien, ni un solide élastique, il a un comportement intermédiaire suivant la température, et la charge appliquée. La viscoélasticité confère des propriétés mécaniques de souplesse et de fermeté au bitume. Mais ce caractère est largement dépendant de la température et de l’origine du bitume.

En première approximation, le bitume peut être considéré comme un solide ou un liquide visqueux à haute température (> 80°C), un liquide ou un solide viscoélastique de 0°C à 80°C, et un solide élastique fragile à basse température <0°C. Le comportement du bitume suivant la température a été résumé par Olard et Coll. (Figure III.1).

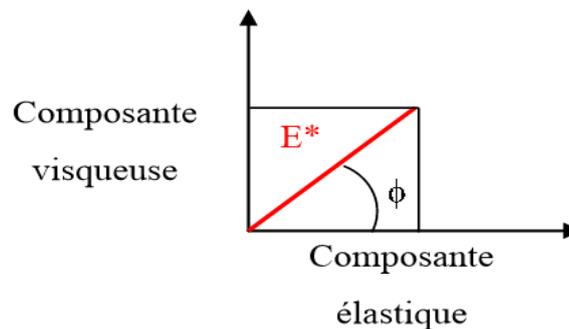


**Figure III.1-** Classe de comportement du bitume.

Ainsi, à basse température, pour des temps de charge très courts, le bitume se comporte comme un fluide élastique, la déformation est proportionnelle à la charge appliquée et le fluide retrouve sa position initiale si la charge est annulée rapidement. A -20°C, le module de cisaillement  $G$  tend vers une valeur fixe de 1 GPa indépendamment des conditions de mesure. Il se trouve en fait dans le domaine vitreux des maltènes, le liant est alors très fragile.

Pour des températures supérieures à 60°C et une contrainte appliquée lentement, le bitume se comporte comme un fluide newtonien de viscosité  $\eta_0$ , la déformation est continue.

Pour des températures intermédiaires, le bitume a un comportement viscoélastique. La viscoélasticité du bitume peut être mise en évidence en soumettant un échantillon de bitume à une sollicitation périodique et en analysant sa réponse. C'est le principe des essais de module complexe  $E^*$ , notion élargie du module d'Young. Le module complexe  $E^*$  est ainsi défini par  $E^* = (\sigma/\varepsilon)e^{i\phi}$ ,  $\sigma$  est la norme de la contrainte,  $\varepsilon$  celle de la déformation et  $\phi$  représente le déphasage dû aux frottements moléculaires. Ce module contrairement au module d'Young, pour les corps élastiques dépend de la température et du temps de charge. En effet, un bitume soumis à une contrainte périodique  $\sigma^* = \sigma_0 e^{i\omega t}$ , subit une déformation déphasée retardée. L'angle de phase  $\phi$  dépend du caractère visqueux ou élastique du liant. Pour un corps à tendance visqueuse (liant à haute température), l'angle de phase  $\phi$  tend vers  $\pi/2$ , pour un corps à tendance solide (liant à basse température), l'angle de phase  $\phi$  tend vers 0 (Figure III.2).



**Figure III.2-** Viscoélasticité du bitume.

A basse température, le module mesurable, est un module de traction-compression,  $E$ , à haute température, c'est un module de cisaillement  $G$ . Cette mesure donne accès aux rigidités d'une part et à l'amortissement d'autre part. Pour des matériaux homogènes et isotropes, une relation relie le module de traction-compression au module de cisaillement :

$$E^* = 3G^*$$

En conclusion, un module trop fort à basse température implique une rigidification intense et une fragilisation de l'enrobé, tandis qu'un module trop faible à haute température, implique, non seulement des possibilités de fluage, mais une résistance trop faible aux contraintes du trafic, engendrant des phénomènes d'orniérage. Il est donc essentiel de caractériser les bitumes et les enrobés avant leur mise en place, pour déterminer leur réaction face au trafic et aux conditions climatiques.

### III.4.5 Obtention et caractérisation

Le bitume est obtenu à partir de pétrole brut, mélange d'un grand nombre de substances à l'origine de plusieurs produits commerciaux. La composition des bitumes varie :

- ✓ d'une nappe pétrolifère à une autre,
- ✓ d'un mode d'extraction et de raffinage à l'autre.

Les pétroles bruts à partir desquels les bitumes sont produits, ont une couleur qui varie du brun jaunâtre au noir, selon leur origine. Leur consistance peut être faible ou forte. Les différences observées proviennent essentiellement des proportions et du type d'hydrocarbures présents. Dans chacun de ces bruts, une quantité plus ou moins importante d'hydrocarbures légers ou de gaz peut y être dissous. On peut aussi différencier des bruts paraffiniques des bruts naphthéniques. Un brut naphthénique est plus riche en bitume qu'un brut paraffinique.

Par ailleurs, les différentes méthodes de raffinage de pétrole brut influent aussi sur la composition finale du bitume.

#### III.4.5.1. Obtention

##### III.4.5.1.1. Production par concentration

Le bitume peut être obtenu soit par distillation soit par extraction. Dans le premier cas, le pétrole brut est d'abord distillé à 340°C, sous pression atmosphérique. Les produits légers tels que l'essence et le kérosène sont éliminés du pied de distillation. Une seconde distillation à une pression de quelques dizaines d'hectopascals, permet ensuite d'éliminer les produits plus lourds. Pour éviter l'altération du bitume par craquage, la température de distillation doit nécessairement rester inférieure à 400°C. Cette opération est menée jusqu'à ce que le bitume recueilli en pied de distillation atteigne la consistance recherchée. Si le bitume obtenu n'est pas en adéquation avec les spécifications, une étape de soufflage est nécessaire.

L'utilisation, lors du raffinage, d'un solvant non polaire de bas poids moléculaire ajouté au pétrole brut permet, quant à lui, un raffinage par extraction. L'opération s'effectue à température modérée. La structure chimique n'est donc pas dégradée, la formation d'asphaltènes est inhibée. Les bitumes obtenus contiennent beaucoup d'aromatiques. La susceptibilité thermique de produits peut ainsi être augmentée. Par ce mode de raffinage, un bitume et une base pour lubrifiant sont obtenus.

#### **III.4.5.1.2. Production par craquage**

Des fonds de colonne de distillation de pétrole brut sont chauffés à une température comprise entre 450°C et 500°C sous une pression variant de 2 à 25 bars. Ils sont ensuite distillés sous vide pour donner des bitumes très durs, trop durs pour envisager une utilisation en technique routière.

#### **III.4.5.1.3. Production par soufflage**

Le soufflage corrige certaines caractéristiques du bitume comme la susceptibilité thermique. Le mode opératoire consiste en une injection d'air dans le bitume à une température comprise entre 250 et 300°C. L'oxygène est peu consommé mais permet :

- La réticulation oxydante de molécules du bitume, par arrachement d'atomes d'hydrogène de certains hydrocarbures,
- La formation d'asphaltènes.

Le bitume durcit.

Il existe deux types de soufflage :

- Le semi-soufflage. Il s'agit du traitement de bitume trop mou issu de fond de colonne de distillation, afin d'obtenir un bitume routier,
- Le soufflage d'une base plus complexe afin d'obtenir des bitumes de faible susceptibilité thermique.

#### **III.4.5.1.2 Caractérisation**

##### **III.4.5.1.2.1 Caractérisation classique**

Trois mesures classiques caractérisent le bitume de manière empirique.

- La pénétrabilité,
- La température de ramollissement bille-anneau,
- Le point Fraass.

La pénétrabilité et la température bille-anneau définissent la consistance du bitume et permettent de le classer et de déterminer un indice de pénétration noté IP. Cet indice de

pénétrabilité caractérise la susceptibilité thermique du bitume et l'évolution de sa consistance en fonction de la température. Plus cet indice est élevé, moins le bitume est sensible à des variations de température.

Malgré leur fiabilité et leur reproductibilité sur la plupart des bitumes purs, les problèmes d'adaptabilité de ces méthodes aux bitumes modifiés aux polymères et aux bitumes soufflés, notamment lors de l'essai Fraass, ont nécessité la mise en œuvre de nouvelles méthodes de caractérisation : les essais SHRP.

#### **III.4.5.1.2.2. Essais américains SHRP (Strategic Highway Research Program : programme de recherche concernant l'étude des routes)**

Cette technique prend en compte de nouveaux paramètres tels que la météorologie du lieu (température maximale et minimale à la surface de la chaussée), sa situation géographique (latitude) et la rhéologie. Elle permet d'accéder aux caractéristiques intrinsèques du bitume telles que la mesure du module de rigidité. Ce module peut être déterminé à toutes les températures auxquelles la chaussée peut être soumise. Avec les essais SHRP, le liant est entièrement décrit d'un point de vue rhéologique.

##### **III.4.5.1.2.2.1. Définitions des températures**

Le système classique définit la température bille-anneau et la pénétrabilité. Le système SHRP définit quant à lui 3 températures caractéristiques du système (Tableau III.1)

:

<b>Désignation</b>	<b>Définition</b>	<b>Phénomène étudié</b>
T1	<b>Température maximale atteinte par la surface de la chaussée</b>	<b>Orniérage</b>
T2	<b>Température moyenne annuelle évaluée sur plusieurs années</b>	<b>Rupture par fatigue</b>
T3	Température minimale de l'air	Fissuration et fragilité

**Tableau III.1 : Températures caractéristiques SHRP.**

##### **III.4.5.1.2.2.2. Spécifications sur les grandeurs rhéologiques**

Dans le système SHRP, les températures précédemment définies sont reliées aux grandeurs rhéologiques telles que le module complexe, grandeur intrinsèque du bitume. De nouvelles spécifications rhéologiques sont ainsi définies. Elles tiennent notamment compte

du comportement du bitume au jeune âge, mais aussi après vieillissement dû à l'enrobage. Ainsi, la mesure du module complexe et de la complaisance (inverse du module) permet de déterminer les températures T1, T2 et T3, et de valider l'utilisation d'un bitume dans une zone climatique précise. Les spécifications établies par le système SHRP sont répertoriées dans le Tableau III.2.

**Tableau III.2** : Spécifications SHRP reliant les températures du lieu au module complexe du bitume.

Température	Phénomène étudié	Avant RTFOT (a)	Après RTFOT (b)
T1	Lutte contre l'orniérage	$G^*/\sin\phi \geq 1\text{kPa}$	$G^*/\sin\phi \geq 2.2\text{ kPa}$
T2	Lutte contre la fatigue	/	$G^* \leq 5\text{MPa}$
T3	Fissuration thermique	$G^* \leq 300\text{MPa}$	/

(a) Caractéristiques du liant frais

(b) Caractéristiques du liant après enrobage

Dans le système SHRP, chaque classe de bitume est définie par T1 et T3. Un nouvel intervalle de plasticité est caractérisé par la différence T1-T3. Dans le cas où des conditions de trafic augmentent les contraintes subies par la chaussée, le grade du bitume peut alors être corrigé en augmentant la température haute T1. Les essais SHRP peuvent être reliés aux essais traditionnels de pénétrabilité et de température de ramollissement bille-anneau grâce à l'abaque mis au point par Van Der Poel.

L'inconvénient majeur des bitumes pur réside dans leur susceptibilité thermique importante. Elle conduit notamment au fluage à haute température, à une rigidité et une fragilité à basse température. Par ailleurs, leur sensibilité aux produits chimiques et surtout au kérosène peut être gênante sur certains chantiers.

L'augmentation perpétuelle du trafic a nécessité la mise au point d'enrobés de plus en plus performants. Cette amélioration a abouti notamment à la première modification des bitumes par ajout de polymères en 1963. Il s'agissait alors d'ajouter au niveau du malaxeur divers caoutchoucs naturels ou synthétiques mais les résultats ne furent pas exploitables industriellement. D'autres recherches se sont orientées vers l'addition de polymères thermoplastiques pour développer des enrobés dont les performances mécaniques ou rhéologiques furent bien meilleures comme nous allons le préciser.

### III.5 Les types de modifications par polymères

En général, une modification aux polymères renforce la consistance à chaud (diminution du fluage) et/ou améliore la souplesse à froid (diminution de la fragilité aux basses températures). Le gonflement du polymère par absorption d'huiles malténiques a pour effet d'enrichir la phase bitume en résines et en asphaltènes. Ceci se traduit par une augmentation de la viscosité de la phase bitumineuse. Le liant devient plus élastique et plus résistant à l'écoulement.

#### III.5.1. Les liants modifiés plastomères

Les polymères utilisés sont des copolymères éthylène-acétate de vinyle (EVA), éthylène-acrylate de méthyle (EMA), éthylène-acrylate de butyle (EBA) et les polyisobutylènes. Les EVA ayant une teneur en acétate de vinyle de 18 à 33 %, sont particulièrement adaptés à la modification de bitume en vue d'une utilisation en techniques routières.

Brion et Brulé ont mis en évidence un gonflement de la phase polymère lors de l'ajout du polymère mais contrairement à ce qu'il se passe avec les élastomères, la phase bitume contient aussi une fraction polymère. Il y aurait une solubilisation partielle des plastomères dans le bitume.

Le comportement du BmP dépend de la teneur en plastomère. Ainsi, aux faibles teneurs en plastomères (inférieures à 5 %), la modification des propriétés est due essentiellement à l'augmentation de la teneur en asphaltènes de la phase bitume.

Dans ce cas, le choix du bitume d'origine est prépondérant. Les copolymères d'éthylène sont qualifiés de semi-cristallins, les séquences polyéthylène étant susceptibles de cristalliser.

Cette cristallinité est d'autant plus importante que la teneur en comonomères acétate de vinyle est faible.

Une augmentation en comonomères diminue la cristallinité du liant et augmente sa flexibilité. Cette diminution de la rigidité du liant est accompagnée d'une amélioration des propriétés à basse température ainsi que d'une augmentation de l'adhésivité et de la compatibilité avec les granulats. Par ailleurs, une augmentation de la masse moléculaire du polymère s'accompagne :

- ✓ d'un mélange plus difficile avec le bitume,
- ✓ d'une diminution de la rigidité du liant,

- ✓ de propriétés mécaniques améliorées, notamment en traction,
- ✓ d'un comportement élastique plus prononcé.

Ainsi, suivant le choix du plastomère, selon sa cristallinité et sa masse moléculaire, il est possible d'orienter les propriétés du mélange final. L'addition de PIB (polyisobutylène) aux bitumes routiers en diminue la fragilité à froid. L'utilisation conjointe de PIB et d'EVA, telle que l'a proposée Lesage, permet d'améliorer simultanément le comportement à haute et basse température par cumul des qualités des 2 polymères.

Par ailleurs, lors de l'enrobage, Wegan et Brulé ont mis en évidence qu'une partie de la phase polymère semble se concentrer autour des granulats. Le reste de cette phase est dispersé sous forme de globules dans le bitume.

Les BmP modifiés aux plastomères ou aux élastomères ont une susceptibilité thermique plus faible que le bitume pur de départ. Les propriétés escomptées pour le BmP conduisent au choix du copolymère à utiliser.

### III.5.2. Les liants modifiés élastomères

Les élastomères utilisés sont des copolymères styrène-butadiène-styrène (SBS), styrène isoprène-styrène... Lors du mélange du bitume et du copolymère, les blocs centraux élastomériques, butadiène ou isoprène, du polymère absorbent une partie importante des huiles malténiques. Sous cette action, ils gonflent occupant un volume 5 à 10 fois supérieur à celui du volume de départ du polymère. Aucune trace de polymère n'est observée dans la phase bitume car ce type de polymère n'est pas soluble dans le bitume.

D'un point de vue composition chimique, Dony et Durrieu ont étudié l'influence de la nature du bitume de base sur les propriétés des bitumes modifiés par 5 % de copolymère SBS. Dans cette étude, les auteurs ont seulement changé la nature du bitume de base.

Il en ressort que quelque soit la nature du bitume de base, le taux de gonflement du polymère est constant dans les différents cas testés, mais la teneur en asphaltènes augmente différemment d'un BmP à l'autre. Elle est multipliée d'un coefficient 1,1 à 1,5.

Les composés saturés et aromatiques diminuent eux aussi dans tous les cas, à des taux variables. Brulé rapporte par ailleurs que l'aromaticité des maltènes joue un rôle important sur la compatibilité SBS-bitume.

Outre une influence sur la composition chimique du mélange, la modification aux polymères influe sur les propriétés du mélange<sup>31</sup>.

Ainsi, comme nous l'avons vu, la TBA du BmP diffère de celle du bitume pur. Cette augmentation est due :

- ✓ d'une part à la masse moléculaire des séquences polystyrène et polybutadiène,
- ✓ d'autre part à la teneur en huile saturée du bitume.

La composition du polymère influe peu sur le taux de gonflement. Selon Brion, le taux de gonflement du polymère varie légèrement et en sens inverse de la concentration en styrène dans le polymère.

Le mode de préparation peut aussi avoir une influence sur le taux de gonflement, notamment les agitateurs et la température d'élaboration du mélange.

La modification du bitume par des élastomères induit des différences de comportement rhéologique. Le bitume modifié par le SBS présente, à basse température, une meilleure flexibilité que le bitume pur. La situation s'inverse à haute température. Le comportement d'un BmP est plus élastique que celui du bitume pur.

### III.6 Compatibilité Bitume-Polymère

Tous les bitumes ne sont pas modifiables par des polymères. La compatibilité du bitume avec le polymère se traduit par un mélange bitume/polymère visuellement homogène auquel l'ajout de polymères confère des propriétés mécaniques intéressantes. Elle est étroitement liée à la stabilité de la structure colloïdale du bitume et à sa composition chimique. Pour cela, le polymère ne peut être compatible avec le bitume que s'il est au moins gonflable ou mieux soluble dans la fraction huileuse des maltènes. Seuls les polymères thermoplastiques, les plastomères (en général les copolymères d'éthylène) et les élastomères (les copolymères séquentiels styrène-butadiène pour les plus connus), sont compatibles avec ce type d'utilisation.

*Chapitre IV*

*Les polymères,  
plastomère et  
élastomère*

## IV.1 Introduction

Devant l'accroissement du trafic et des charges, le bitume pur ne permet plus à L'enrobé d'assurer dans tous les cas une résistance suffisante à l'orniérage pour des températures durablement élevées pour atteindre les performances préconisées des bitumes, diverses méthodes ont été mises au point et différents types d'additifs ont été testés. Parmi les additifs qui ont montré leur apport bénéfique sur le comportement des bitumes, on rencontre les polymères, la poudre de carbone ; le soufre ; les acides [37].

## IV.2 Généralités sur les polymères

Les polymères sont parmi les produits chimiques ayant le plus d'applications industrielles. Ce sont des macromolécules obtenues par la combinaison d'un grand nombre de molécules plus petites. Les polymères ont une masse molaire très importante.

Le monomère est le nom donné à la petite molécule à partir de laquelle est formée la macromolécule. La réaction est une polymérisation [38].

On a divisé en deux catégories l'ensemble des polymères :

Les polymères d'addition, obtenus par l'enchaînement d'un grand nombre de molécules monomères ; si ces molécules sont identiques on obtient un homopolymère, par contre si les monomères sont différents (en général deux) on obtient un copolymère.

Les polymères de condensation, obtenus par la condensation d'un grand nombre de molécules, cette réaction s'effectuant avec l'élimination d'une petite molécule, en général l'eau.

Il existe une très grande variété de polymères, qui sont de plus en plus diversifiés.

### IV.2.1 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. [39]

En chimie et biologie, un polymère est une molécule constituée d'une chaîne de molécules semblables, appelées monomères ; un polymère est une macromolécule résultant de l'assemblage de nombreux motifs identiques (monomères), un composé chimique avec des unités structurales répétitives.[39]

#### Note

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

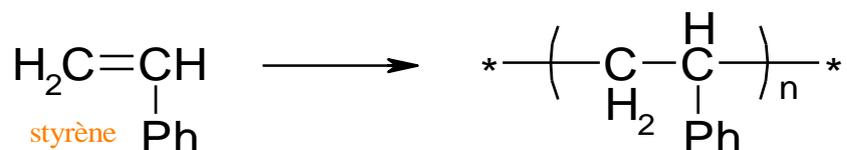
### Les monomères

Les monomères sont de petites molécules qui forment les polymères en se regroupant. Un monomère est une molécule de petite taille et faible masse moléculaire, qui, en tant qu'unité, se lie chimiquement à d'autres molécules organiques pour former un polymère supramoléculaire. [40]

Le monomère naturel le plus commun est le glucose, qui est lié par des liens glycosidiques formant des polymères tels que la cellulose et l'amidon, faisant partie de plus de 77% de la masse sèche de tout le matériel d'une plante. [40]

Très souvent, le terme monomère désigne des molécules organiques formant des polymères synthétiques, comme par exemple le chlorure de vinyle, utilisé pour produire du PVC. Les polymères synthétiques sont généralement constitués de monomères identiques. [40]

Le terme polymère (du grec polus qui signifie « nombreux, plusieurs » et mêros qui signifie « unité, partie ») ; qui sont typiquement regroupés en tout matériau formés par la répétition d'un très grand nombre (n) de petites molécules de faible masse moléculaire appelées monomères qui sont liés entre eux par des liaisons primaires (liaisons covalentes). [40]



### IV.2.2. Polymérisation

La polymérisation désigne la réaction chimique ou le procédé par lesquels des petites molécules réagissent entre elles pour former des molécules de masses molaires plus élevées. Les molécules initiales peuvent être des monomères ou des pré-polymères ; la synthèse conduit à des polymères. En général, en présence de réactifs et de catalyseurs, et sous l'action de la chaleur et de la pression, il se forme des chaînes macromoléculaires constituées de motifs de répétition identiques ou différents, liés de façon covalente. On obtient des polymères, de masses molaires éventuellement élevées :

- monodimensionnels car issus de monomères bivalents ;
- ou tridimensionnels, issus de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux, ou de la réticulation de polymères monodimensionnels. On distingue les polymères synthétiques comme le polyéthylène, par opposition aux polymères d'origine naturelle tels la cellulose et les artificiels qui sont préparés par modification chimique de polymères d'origine naturelle. [41] .

### IV.2.2.1 Méthodes de polymérisations :

Il existe deux grandes voies de polymérisation : la polymérisation en chaîne et la polycondensation.

#### La polycondensation

La polycondensation est également désignée par le terme « polymérisation par étapes ». La formation de la macromolécule se fait par des réactions de condensation successives entre les fonctions chimiques des monomères di ou polyfonctionnels. Ces réactions s'accompagnent généralement de l'élimination de petites molécules telles que H<sub>2</sub>O, fonction des monomères en présence. Dans cette voie de polymérisation, la chaîne grossit soit par addition de monomères, soit par additions d'oligomères. Cette polymérisation est longue et peut durer plusieurs heures. L'un des polycondensats les plus connus est le PET (PolyéthylèneTéréphtalate) qui fait partie de la famille des polyesters. Il est obtenu à partir de diméthyltéréphtalate (DMTP) et d'éthane1,2-diol (ou éthylène glycol).

#### La polymérisation en chaîne

Les réactions en chaîne font intervenir un nombre réduit de centres actifs mais ces derniers sont très réactifs. Il s'établit entre 1000 et 10000 réactions primaires pendant la durée de vie d'un radical (0.1 seconde)

Les réactions en chaîne se déroulent suivant 3 grandes étapes :

- L'amorçage qui conduit à la formation du premier centre actif.
- La propagation pendant laquelle les macromolécules croissent.
- La terminaison qui correspond à l'arrêt de la croissance des chaînes.

### IV.2.3 Différents types de polymères

#### IV.2.3.1 Les homopolymères

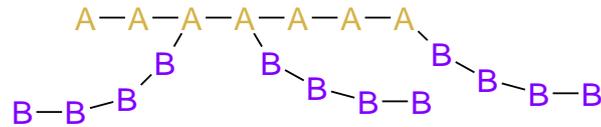
Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité. Parmi les homopolymères, on peut citer le polyéthylène. Il existe, au sein des homopolymères, différentes familles. Pour la suite du paragraphe, A sera l'unité de l'homopolymère.

Parmi les différents types d'homopolymères, nous trouvons :

- les homopolymères linéaires :





**- le mode greffé :**

Les polymères, qu'ils soient homos 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. [43]

Caractérisation d'un polymère :

**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 de médicaments.

Les polymères naturels ont une masse molaire de 10<sup>7</sup> tandis que les polymères industriels les plus utilisés ont une masse molaire 10<sup>5</sup> [44].

**La qualité :**

La qualité de polymère dépend de la valeur de l'indice de polymérisation : les bonnes propriétés pour un échantillon ayant un  $I_{pmax}$  de 1,1.

( $I_p$  est l'indice de poly molarité qui mesure la largeur de la dispersion des masses)[44].

**La structure :**

Un polymère va avoir une structure que l'on peut détailler en plusieurs niveaux[44]:

- 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.

#### IV.2.4 Comportement thermique

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent fortement de la température. À basse température, la plupart des polymères présentent un état vitreux : ils sont rigides. Lorsque la température augmente, ils passent par un état de transition : pour une plage de températures spécifique du polymère, les chaînes macromoléculaires glissent les unes par rapport aux autres et le polymère se ramollit.

Cette plage de températures est appelée température de transition vitreuse, notée  $T_g$ . À une température plus élevée, le polymère passe par un plateau caoutchoutique : son comportement est viscoélastique. À cet état, les forces de Van der Waals et la réticulation entre chaînes servent de force de rappel lorsque l'on déforme le matériau.

Enfin, lorsque l'on élève la température de polymères peu réticulés, on peut assister à une phase d'écoulement visqueux, correspondant au désenchevêtrement des chaînes. Ce dernier comportement est utilisé pour mettre en forme les matières plastiques. Certains polymères présentent également un point de fusion, supérieur à  $T_v$ . [45]

Les polymères étant utilisés la plupart du temps à température ambiante, on dit qu'ils sont élastomères si leur température de transition vitreuse est inférieure à la température ambiante (comportement caoutchoutique) ; ils sont plastomères (comportement rigide) dans l'autre cas. La nature du polymère, sa masse moléculaire moyenne, son degré de polymérisation, sa structure influent énormément sur la largeur de ces différents domaines et sur leur seuil d'apparition en fonction du temps ou de la température.

#### IV.2.5 Utilisation

1. L'étanchéité ;
2. Les réseaux de transport d'énergie ou de fluides ;
3. Les revêtements et les équipements routiers ;
4. La protection des ouvrages par peinture ou revêtement plastique ;
5. Les emballages ;
6. Le cosmétique ;
7. Les peintures et vernis ;

8. Les pneumatiques ;
9. Les films, fibres textiles et matériaux composites ;
10. Les gaines pour câble d’haubanage ou de précontrainte ;
11. Les revêtements et les équipements routiers ;
12. Les réseaux de transport d’énergie ou de fluides.

**IV.2.5.1 les types d’usage**

Les polymères sont devenus l’élément essentiel d’un nombre très important d’objets usuels et courants, dans lesquels, ils ont souvent remplacé les substances naturelles [46].

Les domaines d’utilisation sont relativement classés comme suit :

- Emballage
- Bâtiment et construction 23%
- Électricité et électronique 9%
- Automobile 8%
- Sport et loisirs 3%
- L’agriculture 2%
- Autres 21%

**II.2.5.2 Le domaine d’application**

Les polymères constituent une des principales révolutions techniques. Ceux-ci sont utilisés pour un nombre extraordinaire d’applications à tous les échelons de la vie (Voir Tableau).

Tableau IV.1 : Les domaines d'application des polymères [47]

<b>Domaines</b>	<b>Exemples</b>
<b>Le secteur de la construction</b>	Les portes, conduites d'eau et l'assainissement, peinture des murs des planchers et des plafonds, revêtement dusol.
<b>Industrie de l'emballage</b>	Bouteilles, pots de yaourt, boites aux lettres, problème thermique, gainage films vidéo.
<b>Industrie de l'emballage</b>	Bouteilles, pots de yaourt, boites aux lettres, problème thermique, gainage films vidéo.
<b>Médecine et santé</b>	Poches de sang, gants, lentilles, verres de lunettes, les organes artificiels, Seringues, industrie dentaire, prothèses, outils de chirurgie
<b>Articles ménagers</b>	Tupperware poubelles, seaux, vaisselle.
<b>Matériel électrique et électronique</b>	Tension d'isolement, isolation, laveuses, ordinateurs et les caméras, Radio et télévision, téléphone.
<b>Industrie automobile</b>	Industrie automobile Système vitre claire, Tapie, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, Façades de téléviseurs, gainage de câbles.
<b>Industrie textile</b>	Vêtement, fibres textiles naturelles et synthétiques, sacs, skai, similibuir, non tissés.
<b>Sports-loisirs</b>	Certaines parties des bâtiments, des avions et des bateaux, DVD, bandes magnétiques, Files de pêche et les cordons utilisés, piscines, coques de bateaux.

<b>Industrie chimique</b>	Tuyauterie, cuves, revêtements.
<b>Le domaine alimentaire</b>	Procédés de fabrication d'aliments, emballages (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à œufs) ou industriel (flacons de détergent, sachets et sacs, casiers)...
<b>Le matériel de maison</b>	Meuble, vaisselle, accessoires... ; Utilisés en industrie pour maintenir le matériel d'une violente collision.

### II.2.5.2.1 Les élastomères

Un élastomère est un polymère constitué de chaînes longues et flexibles qui Possède l'impressionnante faculté de pouvoir supporter de très grandes déformations. Il se caractérise aussi par le quasi recouvrance de ses propriétés initiales quand la sollicitation cesse. La recouvrance est rendue possible par la vulcanisation qui est un processus de création de liaisons chimiques entre les chaînes macromoléculaires, celles-ci formant alors un réseau tridimensionnel stable. [48]

#### II.2.5.2.1.1 Le caoutchouc

Est considéré comme (caoutchouc) un matériau souple (faible rigidité) hautement déformable (pouvant atteindre de grands allongements avant rupture) et élastique (récupération de la forme initiale). Caoutchouc appartient à la laine .La soie ou le bois. Chaque molécule de caoutchouc, les chainons peuvent s'articuler librement les uns avec les autre ,à la température ambiant :la chaîne est alors très flexible ;elle bouge constamment de façon désordonnée et tend spontanément à se pelotonner au cours de ses mouvement .il faut alors exercer une certaine force à ses extrémités pour l'étire : elle se comporte comme un ressort ,un morceau de caoutchouc brut est constitué par un très grand nombre de chaîne enchevêtrés les unes dans les autres .si l'on étire légèrement un morceau de caoutchouc brut ,chaque ressort ,chaque chaîne s'allonge .

Après relâchement ,le matériau retrouve pratiquement sa forme initiale.il est donc élastique .si ce même morceau de caoutchouc est soumis à une élongation plus importante et s'il maintenu ainsi un certain temps .les chaînes ,en dépit de l'enchevêtrement ,auront tendance à glisser les unes par rapport aux autres ;après cessation de la contrainte .le morceau de caoutchouc ne reprendra pas sa forme initiale ,il donc aussi un certaine comportement

plastique .pour obtenir un matériau vraiment élastique ,c'est-à-dire qui retrouve intégralement sa forme originelle après déformation ,il faut empêcher les chaîne de glisse les unes par rapport aux autre en les reliant entre elle par des nœuds ,des ponts ,constituant ainsi une sorte de filet ,un réseau .la vulcanisation ,cuisson à chaud ,est l'opération que consiste à créés des liaisons chimique en ponts de sorte que l'enchevêtrement de chaîne séparés devienne un réseau tridimensionnel unique .le caoutchouc reste alors élastique tout en conservant une certaine plasticité . [49].

#### **II.2.5.2.1.1.1 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 [50].

#### **II.2.5.2.1.1.2 Les caoutchoucs synthétiques**

Ou artificiels sont un type d'élastomère, invariablement polymères. Comme les matières plastiques, ils sont souvent issus d'un combustible fossile. Un élastomère possède une meilleure déformation élastique sous contrainte que la plupart des matériaux et revient à sa forme initiale sans aucune déformation permanente. Son premier usage est la fabrication de pneus (où l'on trouve aussi une certaine proportion de caoutchouc réalisé avec du latex naturel, notamment dans les pneus de camions). [51].

#### **II.2.5.2.1.1.3 Utilisations**

- Industrie : le caoutchouc est aussi utilisé dans les gaines de câbles informatiques, tout comme le polychlorure de vinyle et que le téflon.
- Médecine : à noter que le latex peut provoquer des « allergies au latex », du fait de la présence de plusieurs protéines issues de l'hévéa. Le caoutchouc issu de la guayule est bien plus pauvre en protéines et semble nettement moins allergisant.
- Divers : il a aussi été utilisé pour la conservation de la viande.

### II.2.5.2.2 Les plastomères

Un élastomère est un polymère « élastique » : il supporte de très grandes déformations (presque 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].

#### II.2.5.2.2.1 Polystyrène

Le polystyrène est une matière plastique obtenue par polymérisation du styrène.

##### II.2.5.2.2.1.1 Utilisation

Les principales utilisations du polystyrène dans la vie courante sont :

- Les boîtiers de CD en PS cristal
- Les couverts et verres en plastique en PS choc
- Les emballages alimentaires (comme les pots de yaourt)
- Les emballages des appareils fragiles en PSE
- Isolation thermique des bâtiments sous forme expansée ou extrudée.

##### II.2.5.2.2.1.2 Les propriétés

Le polystyrène PS est rigide mais fragile et transparent. Il supporte des températures comprises entre -40 et 90°C. C'est un solide à 20°C, mais une pâte à 120°C. Son point de fusion est compris entre 150 et 170°C. Il est généralement inflammable, avec une température d'auto-inflammation d'environ 490°C et une densité comprise entre 1,03 et 1,05. Veuillez noter qu'à température et pression ambiantes, le monomère de styrène est à l'état liquide.

Il résiste aux micro-ondes et aux rayonnements gamma, mais ne résiste pas à l'autoclavage ou à la chaleur sèche. Il peut également résister à certains désinfectants et absorber l'eau à raison de 0,05 %. Également soluble dans les hydrocarbures chlorés et les hydrocarbures aromatiques. [53]

### II.2.5.2.2.1.3 Les classifications

Il existe trois classifications de polystyrènes :

- Le polystyrène "cristal", ainsi appelé en raison de son aspect transparent.
- Le polystyrène "choc" caractérisé par l'ajout de plastifiants ou de Caoutchouc (butadiène).
- Le polystyrène expansé ou PSE. [54]

### II.2.5.2.2.1.4 Les caractéristiques

Le polystyrène est le polymère obtenu par polymérisation des monomères de styrène. C'est un matériau solide à 20°C et pâteux à 120°C, qui fond entre 150°C et 170°C. Il est inflammable et combustible, avec une température d'auto-inflammation d'environ 490°C. Il est également soluble dans les hydrocarbures chlorés et aromatiques. Ce matériau dur, cassant et transparent se décline en différents types de polystyrènes aux applications multiples.[55]

### II.2.5.2.2.1.5 synthèse

Le polystyrène est issu de produits pétrochimiques. Le polystyrène est fabriqué en polymérisant le styrène. Cette réaction produit du polystyrène dans l'autoclave.

L'EPS ou polystyrène expansé est obtenu en mélangeant du gaz et du PS cristal. Avant de nous concentrer sur la couche d'ozone, nous avons utilisé le Fréon, un gaz CFC (chlorofluorocarbure) qui a été remplacé par le butane ou le pentane depuis les années 1990. Le mélange peut être directement extrudé en plaques ou en feuilles pour réaliser des barquettes alimentaires isothermes ou thermoformées ; on parle ici d'extrusion de PSE.

Les microbilles vendues aux transformateurs peuvent également être moulées. Ceux-ci, dans un outillage ayant la forme de la pièce à obtenir, versent le nombre nécessaire de ces billes et injectent de la vapeur. Cela relance la détente du gaz, provoquant la dilatation des billes, et la chaleur les soude ensemble au fur et à mesure qu'elles s'agglomèrent. On parle d'EPS injecté. [56]

*Partie  
pratique*

### Introduction

Dans ce chapitre on va présenter quelques essais expérimentales qui seront employés dans l'étude des caractéristiques des bitumes et on discutera les résultats obtenus des essais qu'on a réalisés dans le laboratoire sur le bitume pur 40/50 et le bitume modifié par le caoutchouc et le polystyrène ; ces essais ont pour but d'évaluer l'influence de polymères sur la viscosité de bitume modifiés.

#### I.1 Les essais

##### I. 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.

##### I.2. b 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 chargée de masse de 100 g et abandonnée durant 5 secondes à une température de 25 °C .

La mesure se fait avec un appareil appelé pénétromètre (Figure IV.2) ; la pénétration standard d'un bitume caractérise son état de viscosité à une température standard (25°C) ; Plus le bitume est dur plus la pénétrabilité est faible, cet essai explique le nom commercial du bitume et donne sa classification.



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



**Figure IV.2 :** Le pénétromètre

### - Le point de ramollissement

Cet essai consiste à mesurer le point de ramollissement ou la température notée TBA, 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.

Les résultats de deux essais empiriques précédents (pénétrabilité à 25°C et température bille anneau) permettent d'identifier le liant examiné et de classer aux spécifications actuellement admises.



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



**Figure IV.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.



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

### - Densité

La densité relative ne soit pas normalement spécifiée ; il est préférable de la connaître pour le bitume utilisé. Cette information est nécessaire pour faire les corrections de volumes à des températures élevées. Par définition la densité 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.

## Partie pratique

---

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 IV.6** : Pycnomètre vide

$E_2$  : la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée à  $25^{\circ}\text{C}$ .

$E_3$  : la masse du pycnomètre rempli à la moitié du produit à  $25^{\circ}\text{C}$ .



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

$E_4$  : la masse du pycnomètre rempli à moitié du produit et l'autre moitié d'eau distillée à  $25^{\circ}\text{C}$ .

### 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 :

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

## Partie pratique

---

### 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

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

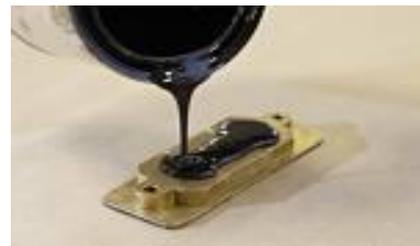
### Ductilité

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 .



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



**Figure IV.10 :** Le moule

### II. Présentation des matériaux

#### II.1 Le produit le bitume 40/50.

#### II.2 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.

#### II.3 Les caractéristiques

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

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

#### II.4 Méthodologie expérimentale

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

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

- ✓ la pénétrabilité à l'aiguille
- ✓ point de ramollissement bille et anneau
- ✓ la densité
- ✓ la ductilité ou élasticité
- ✓ la viscosité Cinématique
- ✓ la viscosité absolue

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

### III.1 La préparation

La préparation c'est une étape très importante et l'essentielle pour la réussite de notre étude ; qui nécessitant un contrôle pendant l'opération

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

- Chauffage du bitume initial (d'une quantité de 200 g) à 185°C.
- ajouter les polymères selon les pourcentages souhaités de 3 à 10% en masse pour le caoutchouc et de 5 à 25 % pour le polystyrène.
- Agiter les mélanges pendant plusieurs heures à 185°C.

## Partie pratique

---

- Transfert du mélange, puis refroidissement et maintien à température ambiante pendant 24h avant manipulation.
- Réchauffer le mélange et faire les essais.



Figure IV. 11 : 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 Résultat des essais pour le bitume polystyrène

##### A : Pénétrabilité à 25 °C

Tableau IV.2 : Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-polystyrène à 25 °C

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	37	38	36
2	10	30	31	33	32
3	15	28	27	25	27
4	20	19	22	21	20
5	25	17	14	16	15

## Partie pratique

---

### B : point de ramollissement

**Tableau IV. 3 :** Les valeurs du ramollissement de bitume-polystyrène à 25 C

Nombre d'essais	% de PS	R(C°)
1	5	64
2	10	72
3	15	89
4	20	94
5	25	98

### C : densité à 25 °C

**Tableau IV.4 :** Les valeurs de densité de la bitume-polystyrène à 25 C°

Nember d'essais	% de ps	E <sub>1</sub> (mg)	E <sub>2</sub> (mg)	E <sub>3</sub> (mg)	E <sub>4</sub> (mg)	D
1	5	32.662	56.363	44.580	57.143	1.041
2	10	32.117	59.660	47.660	60.270	1.039
3	15	32.517	58.980	48.030	59.620	1.038
4	20	32.662	57.600	46.250	58.150	1.036
5	25	32.117	60.630	47.698	61.260	1.035

### D : ductilité à 25 °c

**Tableau n°5 :** Les valeurs de la ductilité de la bitume-polystyrène à 25 C°

Nombre d'essais	% de ps	Duc (cm)
1	5	75
2	10	84
3	15	135
4	20	93
5	25	50

## Partie pratique

---

### E : points de flash

**Tableau IV.6 :** Les valeurs des points de flash de bitume-polystyrène à 25 C°

Nombre d'essais	% de ps	P.F( C°)
1	5	270
2	10	277
3	15	286
4	20	293
5	25	307

### F : la viscosité

**Tableau IV.7 :** Les valeurs de la viscosité cinématique de bitume-polystyrène à 25 C°

Nombre d'essais	% de ps	K(m <sup>2</sup> .s <sup>-2</sup> )	T(s)	V(st)
1	5	0.01*10 <sup>-6</sup>	980	980
2	10	0.01*10 <sup>-6</sup>	971	971
3	15	0.01*10 <sup>-6</sup>	964	964
4	20	0.01*10 <sup>-6</sup>	954	954
5	25	0.01*10 <sup>-6</sup>	946	946

## III.2.B. Résultats des essais pour le bitume-caoutchouc

### A-pénétrabilité à 25 c°

**Tableau n°8 :** Les valeurs de la pénétrabilité de bitume-caoutchouc

essais	% caou	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>	P <sub>f</sub> (1/10 mm)
1	3	37	35	36	37
2	5	28	27	26	27
3	7	22	24	23	21
4	10	19	20	18	19

## Partie pratique

---

### B- point de ramollissement

**Tableau IV.9 :** Les valeurs de point de ramollissement de bitume-caoutchouc

Essais	% de caou	R(c°)
1	3	56
2	5	60
3	7	65
4	10	66

### C-densité à 25 °C

**Tableau IV.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	33.500	59.970	50.730	60.625	1.040
2	5	33.650	57.640	50.430	58.350	1.037
3	7	33.510	59.950	50.110	60.750	1.033
4	10	33.659	57.615	47.698	57.300	1.031

### D-ductilité à 25 °C

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

Essais	% de caou	Duc(cm)
1	3	70
2	5	71
3	7	73
4	10	78

### E-point de flash

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

Essais	% de caou	P.F(c°)
1	3	270
2	5	273
3	7	276
4	10	279

## Partie pratique

### F-viscosité à 25 c°

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

Essais	% de caou	K (m <sup>2</sup> .s <sup>-2</sup> )	T(s)	V (st)
1	3	0.01*10 <sup>-6</sup>	983	983
2	5	0.01*10 <sup>-6</sup>	979	979
3	7	0.01*10 <sup>-6</sup>	973	973
4	10	0.01*10 <sup>-6</sup>	971	971

## IV. Les graphes des Résultats

### IV.1 Résultat des essais pour le bitume-polymères et bitume-caoutchouc

#### a- Pénétrabilité

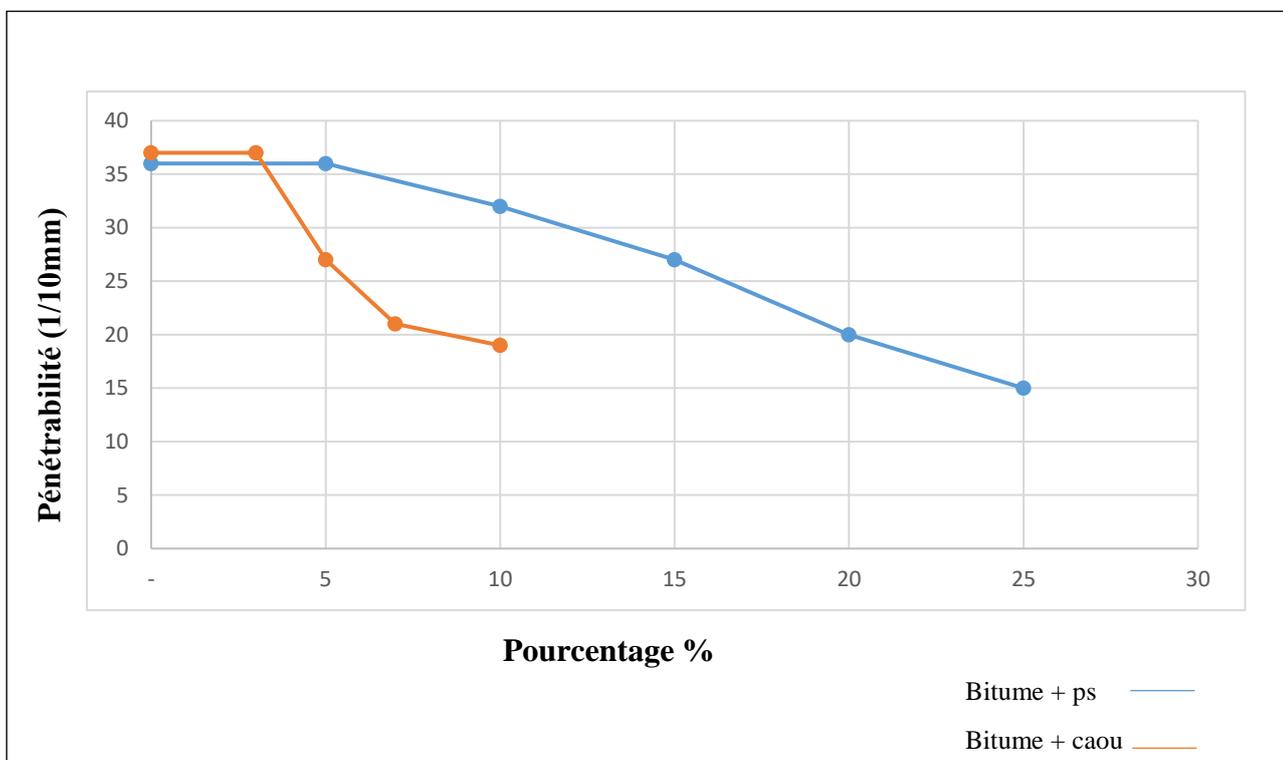


Figure IV. 12 : pénétrabilité de bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°

## Partie pratique

### b- Point De Ramollissement

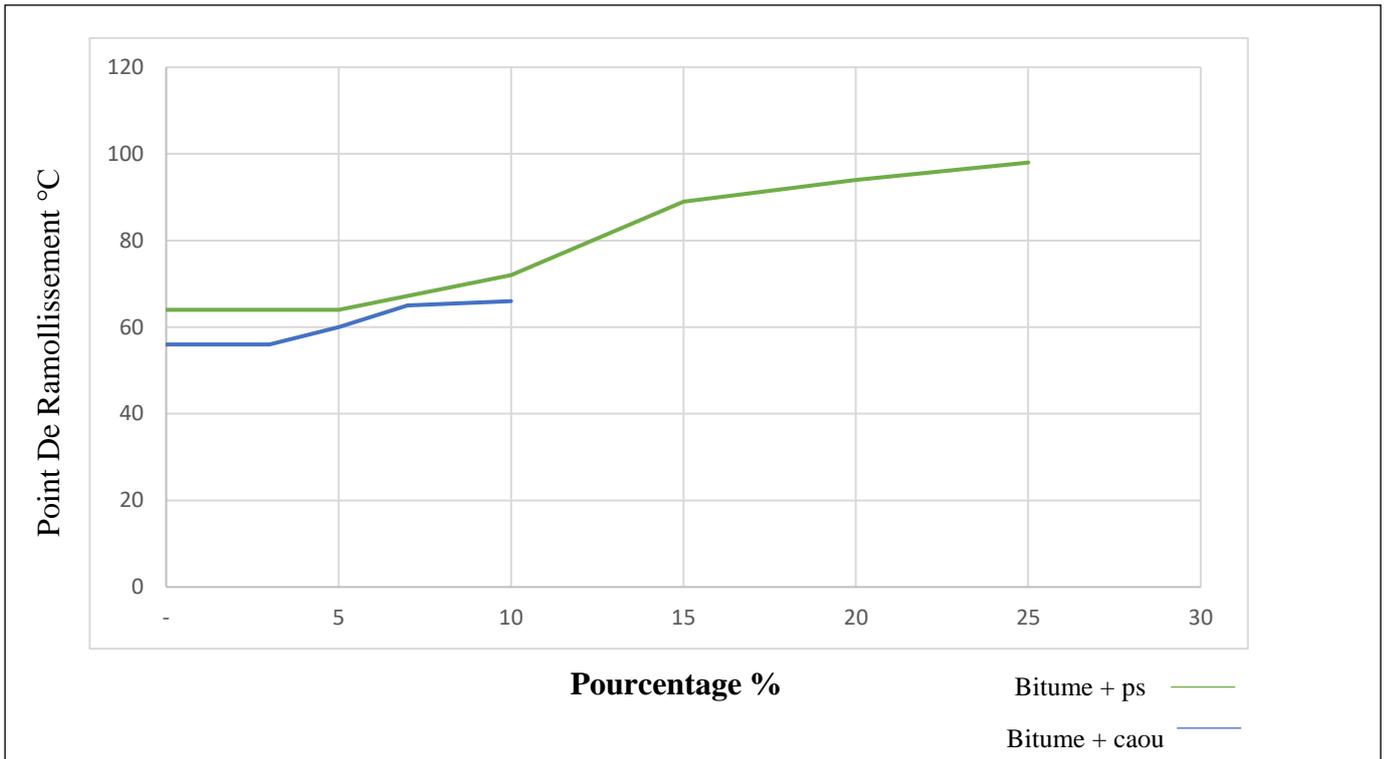


Figure IV.13: le point de ramollissement bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°

### c- Densité

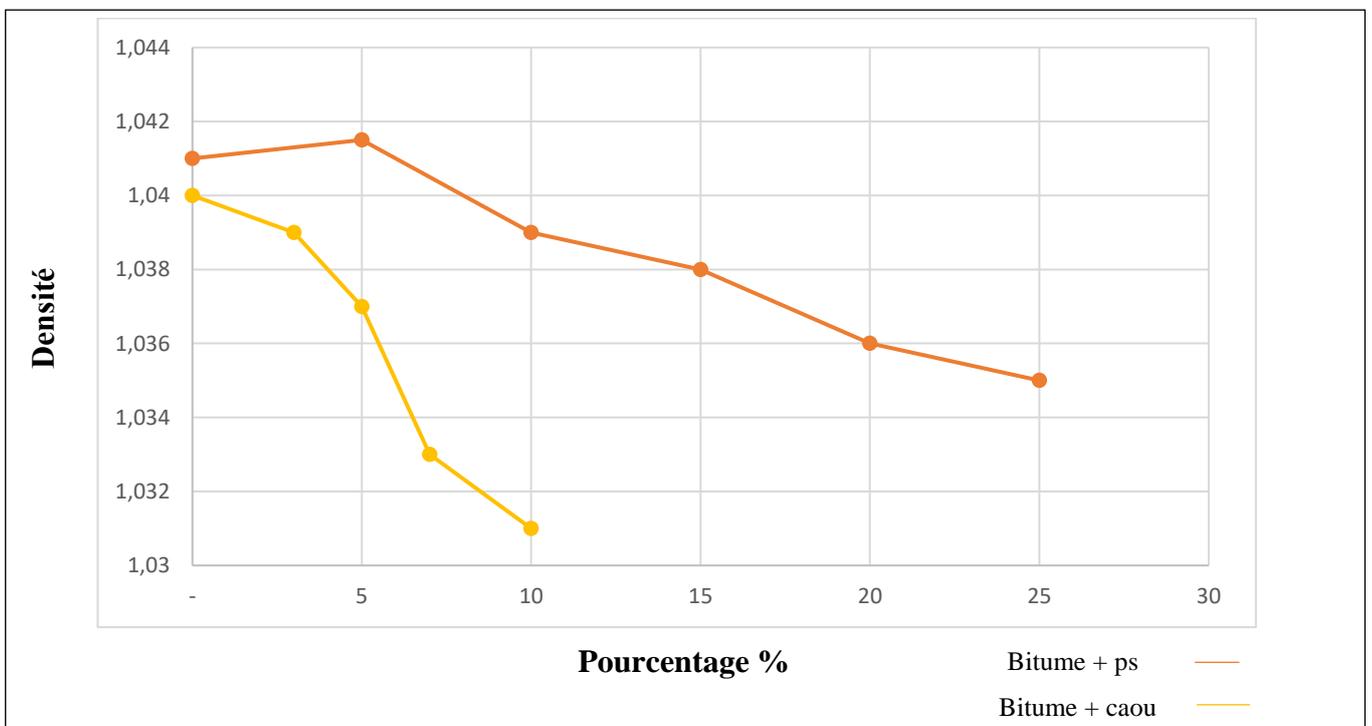


Figure IV.14 : densité de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°

d- Ductilité

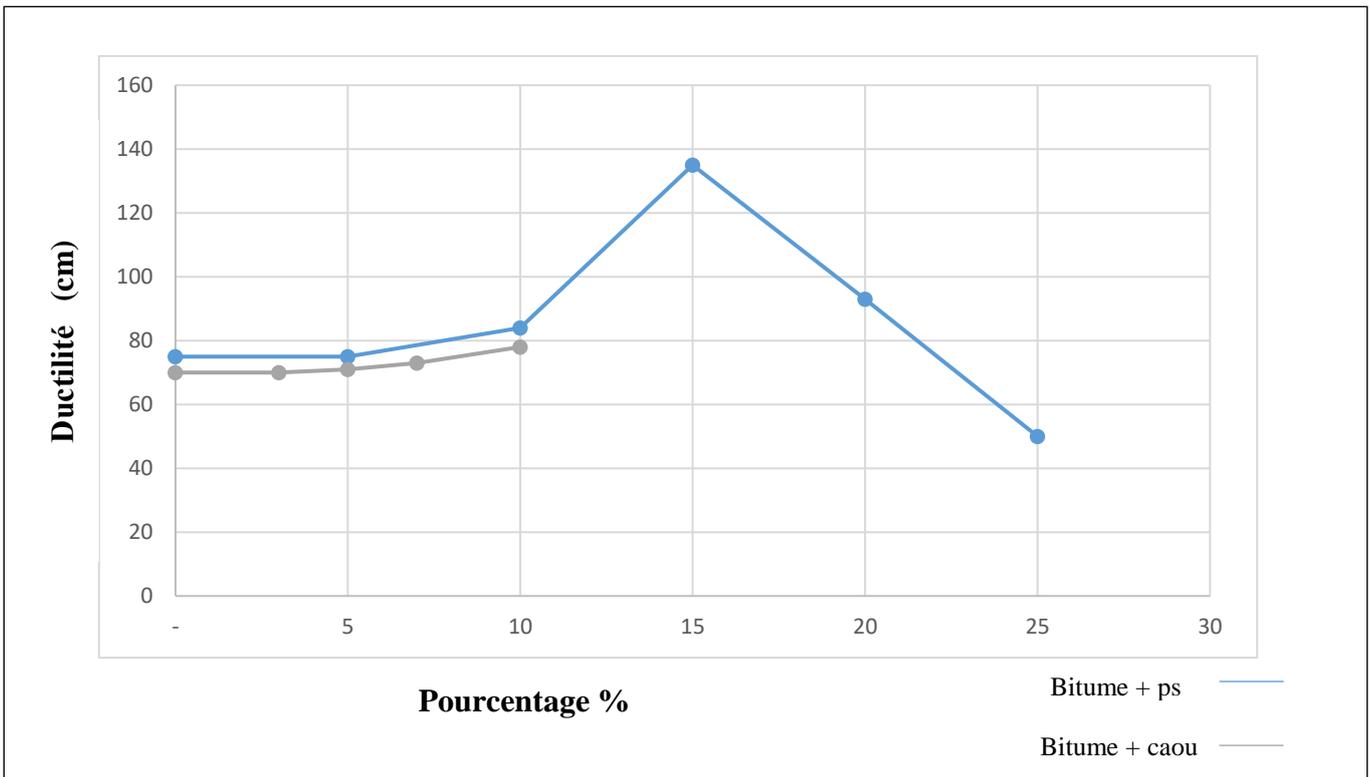


Figure IV.15 : Ductilité du bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 °C

e- Point De Flash

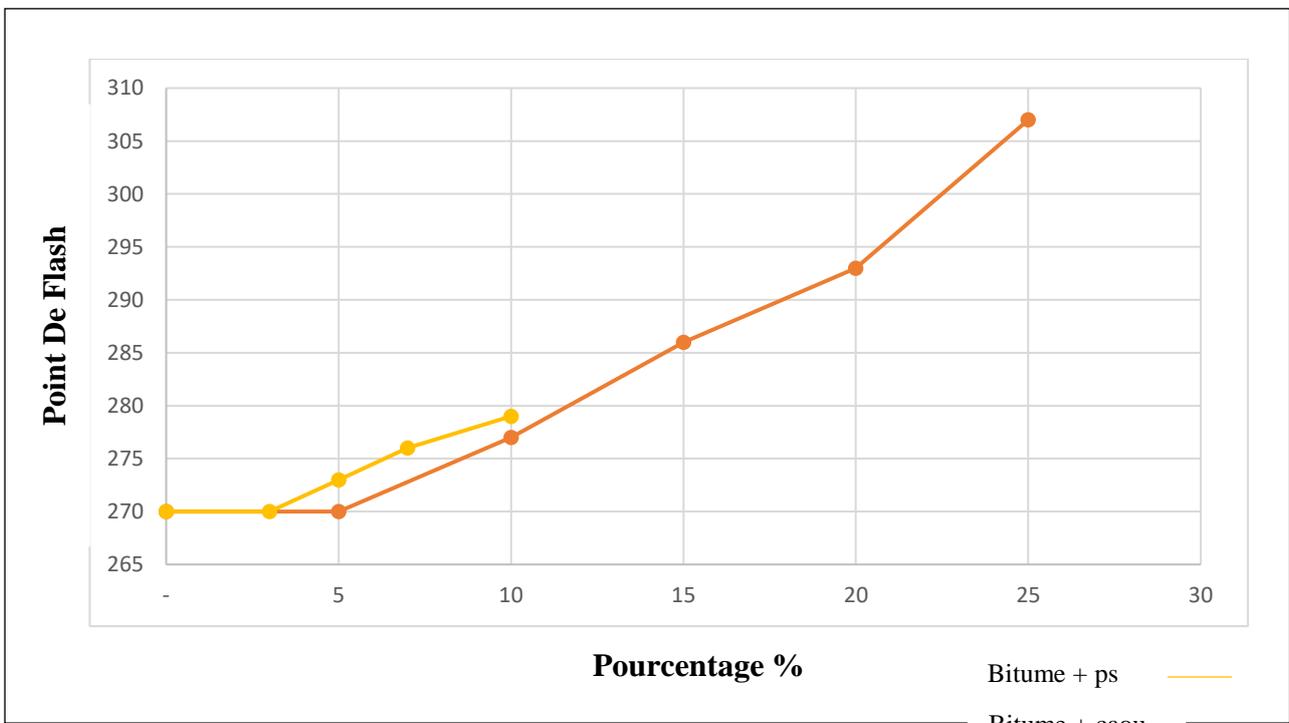
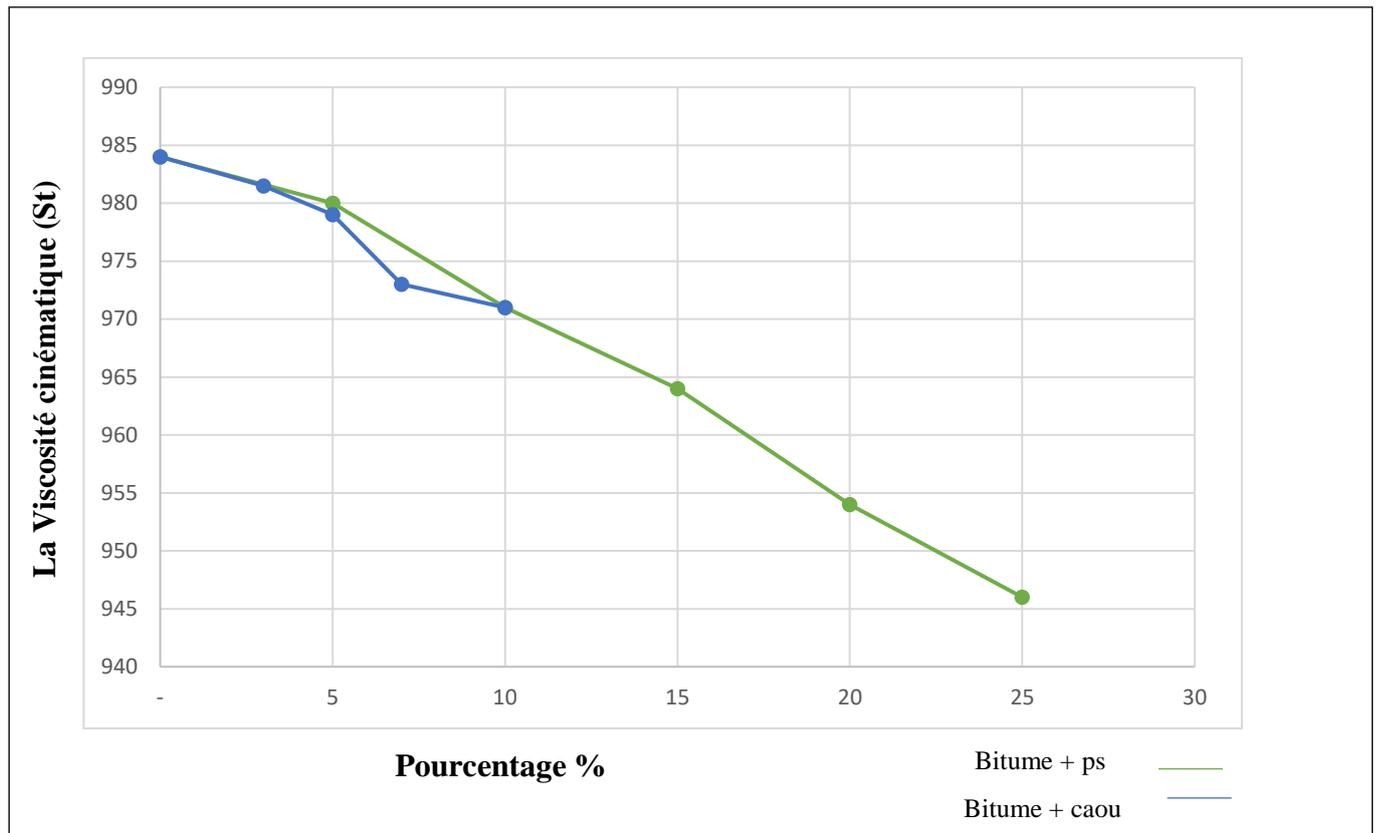


Figure IV.16 : de point de flash de la bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 C°

### f- La Viscosité Cinématique



**Figure IV.17** : de la viscosité cinématique de bitume-polystyrène et bitume-caoutchouc à 25 °c

#### IV.2 L'interprétation des résultats

L'essai de pénétrabilité effectuée sur les 3 types de bitume, bitume pur, bitume polystyrène et bitume +caoutchouc réalisé en cinq pourcentages et ont résumés les résultats dans les tableaux précédent.

On constate que la pénétrabilité diminue avec l'augmentation de la teneur en caoutchouc et en polystyrène, la pénétrabilité de bitume pur donne 40 mm qui lui permet d'être classé sous la catégorie 40/50 donc le bitume témoin est un bitume dur, la diminution de la pénétrabilité de [40 à 19 (1/10 mm)] pour un pourcentage ajouté de 10% de caoutchouc et [40 à 32 (1/10 mm)] pour le même pourcentage de polystyrène ajouté.

La décroissance de la pénétrabilité à ce pourcentage de 10 % pour les bitumes modifiés exprime une amélioration de la consistance ; c'est-à-dire que les bitumes modifiés sont plus durs comparativement au bitume témoin.

Afin de caractériser le comportement des bitumes modifiés par les deux polymères ; l'essai de point de ramollissement ou température de bille et anneau (TBA) ont été effectués sur les trois types de bitumes ; on remarque que le TBA augmente avec la teneur des deux

## Partie pratique

---

polymères aussi bien pour le polystyrène que pour le caoutchouc. Pour 1% d'ajout l'augmentation du point de ramollissement est similaire.

Nous pouvons constater que la pénétrabilité diminue et le point de ramollissement augmente pour leurs pourcentages élevés et cela est dû aux caractéristiques telles que la plasticité ; structure et la force de polystyrène et la structure cristalline de caoutchouc et sa force d'addition. Donc le 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.

On constate que la variation de la densité des deux bitumes en fonction du pourcentage des additifs sont représentées sur les figures (III). 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 (IV.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 composition chimique et sa forte densité qui ont influent sur l'élasticité de bitume donc sur son élongation ; par contre la ductilité de bitume/polystyrène augmente lorsque le pourcentage augmente. Pour le polystyrène ; grâce à sa structure ; sa résistance aux des formations et sa forte élongation qui ont augmenté l'élasticité de bitume donc sa ductilité.

La figure (IV.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 qui ont diminués la concentration des vapeurs de carburant dans le mélange d'air carburant et cela est du aux propriétés chimiques (la composition) de polystyrène et de caoutchouc et la marge de la température d'inflammation est assez grande et satisfaisante et vise principalement à accroître la sécurité aux manipulateurs aux chantiers.

La variation de la viscosité entre le bitume et les pourcentages des polymères on constate une diminution de la viscosité de bitume /polystyrène ; grâce à la structure ramifiée et sa faible densité ; il en résulte une grande malléabilité donc une augmentation de fluidité du mélange c'est-à-dire une faible résistance à l'écoulement.

### IV.3 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 :

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

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

% P.S	$\nu$ (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

#### IV.4 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 :

Par la mesure des pénétrabilités à deux températures différentes :

On applique la formule :

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

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

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

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

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

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

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

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

-Les résultats obtenus sont représentés ci-après:

**Tableau IV.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 IV.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

# *Conclusion générale*

## Conclusion générale

---

L'objectif de cette étude est d'étudier les propriétés et le comportement du bitume modifié par le polystyrène et le caoutchouc ; en adoptant un certain nombre d'essais pour l'évaluation de l'influence des polymères sur les caractéristiques de bitume modifié par des études expérimentale.

Les essais traditionnels de caractériser le liant sont insuffisants pour évolue le comportement de bitume ; spécialement le bitume modifier ; et les essais rhéologiques devient remplacer et compléter les caractéristiques mécaniques.

Notre étude réalisée sur le bitume pur 40/50 ; bitume modifié à un taux de 2 à 10% pour le caoutchouc et un taux de 5 à 25% pour le polystyrène.

A la lumière des résultats exposés tout au long de cette étude ; les différentes conclusions suivantes peuvent être tirées :

- ❖ Nous avons observé des valeurs de pénétration décroissantes et inversement ; des valeurs croissantes dans l'essai du point de ramollissement avec une variation des valeurs d'allongement dans l'essai de force ductilité ; ce qui est acceptable et réaliste car il est connu que la relation entre le test de pénétration et le test du point de ramollissement est inverse ceci est illustré par les résultats obtenus.
- ❖ 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
- ❖ 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.
- ❖ Le module de rigidité des bitumes augmente avec l'ajoute de différents types d'additif ; Ce paramètre reflète la résistance à l'orniérage des bitumes ; ces derniers sont des paramètres très importants pour évaluer le comportement du bitume modifie par polymères vie a vise les sollicitations dynamique provoque par le trafic routier.
- ❖ Compte tenu des résultats rhéologique ; peut dire que le teneur des polymères est un facteur très important dans le réussi de technique de bitume modifie ; d'autant plus qu'il améliore légèrement les caractéristiques des bitumes ; tandis que la teneur est nécessaire pour assurer la bonne performance de chaussé au cours de service.

## Références bibliographique

---

- [1] a.dony, 1991. liants bitumes-polymères - de la fabrication à la mise en œuvre en enrobés : influence de la nature du bitume sur leurs propriétés mécaniques, leur micromorphologie et leur stabilité thermique
- [2] 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.
- [3] 2. 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.
- [4] Palierne J.-F. Linear rheology of viscoelastic emulsions with interfacial tension *Rheol. Acta*, 29, 204- 214 (1990)
- [5] Stastna J. and Zanzotto L. Linear response of regular asphalts to external harmonic fields. *J. Rheol.*, 43, 719- 734 (1999)
- [6] Taylor G. I. The viscosity of a fluid containing small drops of another fluid. *Proc. Roy. Soc. (London)*, A138, 41-48 (1932)
- [7] Sayir, M. B., Hochuli A. and Partl M. N. Measuring the complex viscosity of bitumen in the kHz range with a new resonance rheometer. *Proc. Eurobitume Workshop on Performance Related Properties for Bituminous Binders*, Luxembourg, paper 106 (1999)
- [8] Bouldin M. G., Collins J. H. and Berker A. Rheology and microstructure of polymer/asphalt blends. *Rubber Chem. Techn.*, 64, 577-600 (1990)
- [9] Acevedo S., Ranaudo M. A., Escobar G. Adsorption of asphaltenes and resins on organic and inorganic substrates and their correlation with precipitation problems in production well tubing. *Fuel*, 74, 595-598 (1995)
- [10] Graessley W. W. and Edwards S. F. Entanglement interactions in polymers and the chain contour concentration. *Polymer*, 22, 1329-1334 (1981)
- [11] King G. N., King H. W., Harders O. et al. Influence of asphalt grade and polymer concentration on the low temperature performance of polymer modified asphalt. *J. Assoc. Asphalt Paving Techn.*, 62, 1-18 (1993)
- [12] Connan J. Use and trade of bitumen in antiquity and prehistory: molecular archaeology reveals secrets of past civilizations. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. B*, 354, 33-50 (1999)
- [13] Christensen D. W. and Anderson D. A. Rheological evidence concerning the molecular architecture of asphalt cements. *Proc. Chemistry of Bitumen*, 2, Rome, 568-595 (1991)

## Références bibliographique

---

- [14] Christensen D. W. and Anderson D. A. Rheological evidence concerning the molecular architecture of asphalt cements. Proc. Chemistry of Bitumen, 2, Rome, 568-595 (1991)
- [15] Fennistein D. Structure colloïdale des produits pétroliers lourds. Thèse Univ. Paris 6, France (1998).
- [16] Andersen S. I. and Birdi K. S. Aggregation of asphaltenes as determined by calorimetry J. Colloid Interf. Sci., 142, 497-502 (1991)
- [17] Lian H., Lin J.-R. and Yen T. F. Peptization studies of asphaltene and solubility parameter spectra. Fuel, 73, 423-428 (1994)
- [18] Jennings P. W., Desando M. A., Raub M. F. et al. NMR spectroscopy in the characterization of eight selected asphalts. Fuel Sci. Techn. Int., 10, 887-907 (1992)
- [19] M.Medjahdi, «Influence de certains additifs sur les propriétés physico-chimiques et rhéologiques des bitumes de la raffinerie d'Arzew RA1/Z», Mémoire de magister, Université de Mostaganem, 2008.
- [20] Le manuel opératoire de la zone 10- la raffinerie d'Arzew.
- [21] Bitume info : GPB : Le groupement professionnel des bitumes
- [22] Rapport d'études/Benchmark stockage en raffinerie/Maitrise du vieillissement des installations industrielles.
- [23] G.Bertolini., «Homoplastiques», ed Sang De La Terr.
- [24] Chikhi kh., 2013, «Adsorption du zinc sur la bentonite de magnai», Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du diplôme magister, université kasdi merbah ouargla. P 6.
- [25] Bird G., C. Cottrell, M. Tankus, S. Kuran. 2008. Nuclear applications in the oil sands. Oil Sands and Heavy Oil Technologies Conference, Calgary. Alberta, July 16
- [26] Kunig R. 2009. The Canadian oil boom: scraping bottom. National Geographic. March: p. 46.
- [27] G.LIMA Cédric, «L'influence de la température sur les enrobés bitumineux en fonction du dosage en liant : Possibilité de réduire les dégradations précoces au niveau de la couche de surface », Mémoire de fin de formation pour l'obtention du diplôme d'ingénieur de conception, Université D'ABOMEY- CALAVI, 2016.
- [28] DONY Anne, « Liants bitumes-polymères de la fabrication a la mise en œuvre en enrobes:influence de la nature du bitume sur leurs propriétés mécaniques, leur micromorphologie et leur stabilité thermique », LCPC, No. CR15. 1991. ISSN 1160-976

## Références bibliographique

---

- [29] 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.
- [30] D.A. Storm, E.Y. Sheu and R.J. Barresi (1991), Colloidal properties of asphaltenes in vacuum residue, Proc. Chemistry of Bitumen, 2, 813-841.
- [31] Delautre Laurence., Gromier Laurent., Dupont Jens, S., « Floating floor with controlled sonority, modified bitumen sheet and laths there for », innovation/2001.
- [32] Article : « histoire de caoutchouc », Espace de science le champ libre.
- [33] G. Bertolini., « Homoplastiques », ed Sang De La Terre.
- [34] Raissi Abdelkrim., « origine des bitumes et domaines d'utilisation » séminaire sur le bitume 2008 Hilton.
- [35] 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.
- [36] 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
- [37] Routes roads " les liants modifiés, les liant avec additifs et les bitumes spéciaux" livre N°303, July 1999 page 50.
- [38] Cours «Les polymères», BTS BAT 1, BTS ENVELOPPE DU BATIMENT métropole 2000.
- [39] cours de Pr.BENRABAA Rafik(IAP :institut algérien du pétrole ).2015 .
- [40] CERCLÉ Claire, optimisation du phénomène d'émulsion dans les Mélanges Amidon thermoplastique/polyéthylène, Université de Montréal École Polytechnique de Montréal, mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de maîtrise ès sciences appliquées, génie chimique, octobre 2009, 33-40.
- [41] «Polymère», Portail lexical, Centra national de ressources textuelles et lexicales.
- [42] J.Rietsch, B. Bouette. The compression yield behaviour of polycarbonate over a wide range of strain rates and temperatures ,(1 990).
- [43] BOUGHAMSA Wassila, « Les Bitumes Modifiés Par Des Polymères », Mémoire demagister, Université de Skikda, 2008.
- [44] dictionnaire électronique "Petit Larousse".
- [45] Polymérisation; Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites; (A3 040).

## Références bibliographique

---

- [46] G. Bertolini., « Homoplastiques », ed Sang De La Terre.
- [47] Dossier Enseignant. « Voyage en industrie », La synthèse des plastiques, 2006.
- [48] Palu S, Ploch D, Du caoutchouc naturel en Europe, Pour la Science, août 2010.
- [49] Ramène tes sciences . site internet.
- [50] Wikipédia sous licence CC-BY-SA 3.0.
- [51] GRALON site internet.
- [52] (en) « Elastomer Designations »[archive] sur le site Orings (consulté le 30 avril 2012).
- [53] Techno-Science.net.
- [54] Isabelle Couillet., « Propriétés dynamiques en milieu aqueux de systemes mixtes micelles vermiculaires-polymères associatifs d'origine naturelle », 2005.
- [55] Article : « histoire de caoutchouc», Espace de science le champ libre.