

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'enseignement Supérieur et de

la Recherche Scientifique

Université Kasdi Merbah Ouargla

Faculté des Sciences Appliquées

Département de Génie Civil et Hydraulique



Mémoire de Master II
Filière : Travaux Publics
Option : Voies et Ouvrages d'Art

Présenté par
KEMASSI Nassima

Thème

Bitume Hautement Modifiés par Polymère (HiMA):
Influence des polymères sur la viscosité des liants –
Etude de cas : D0234

Soutenu publiquement le 29/06/2019 devant le jury composé de :

Mr. KEBAILI Nabil	UKM Ouargla	Président
Ms. KHENGAOUI Safia	UKM Ouargla	Examinatrice
Mr. BOUCHERBA Mohammed	UKM Ouargla	Encadreur

Année universitaire : 2018 / 2019

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'enseignement Supérieur et de

la Recherche Scientifique

Université Kasdi Merbah Ouargla

Faculté des Sciences Appliquées

Département de Génie Civil et Hydraulique



Mémoire de Master II
Filière : Travaux Publics
Option : Voies et Ouvrages d'Art

Présenté par
KEMASSI Nassima

Thème

Bitume Hautement Modifiés par Polymère (HiMA):
Influence des polymères sur la viscosité des liants –
Etude de cas : D0234

Soutenu publiquement le 29/06/2019 devant le jury composé de :

Mr. KEBAILI Nabil	UKM Ouargla	Président
Ms. KHENGAOUI Safia	UKM Ouargla	Examinatrice
Mr. BOUCHERBA Mohammed	UKM Ouargla	Encadreur

Année universitaire : 2018 / 2019

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à rendre grâce à Dieu, de nous avoir donné la force et la santé afin que je puisse accomplir ce travail

*Grand remerciement à mon encadreur **BOUCHERBA Mohammed**, Ingénieur Chargé d'Etude, Direction Technique, LTP Sud, de bien vouloir m'encadrer pour la réalisation de cette étude, pour sa présence, ses conseils et sa suivez au long de mon travail, aussi pour sa aide de réalisé les essais au sein de LTPS Ghardaïa.*

*Je remercie vivement Monsieur. **SALHI Hocine**, technicien de TOTAL BITUMES ALGERIE. Ouargla, pour son assistance et ses conseils, et de m'avoir facilité la réalisation d'une bonne partie de mon étude tout au long ma présence dans laboratoire.*

*Notre reconnaissance à Monsieur **SENHADJI** et à l'équipe de laboratoire central des travaux publique (LCTP) d'avoir accepté de préparer la modification du bitume au sein de son laboratoire.*

*Mes remerciements vont également à Monsieur **HADDADI Smaïl**, d'avoir facilité le travailler dans laboratoire d'Environnement, Eau, Géomécaniques et Ouvrages, à la faculté de Génie civil USTHB.*

à ceux que j'aurais très injustement oubliés...merci.

KEMASSI Nassima

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à mes chères parents qu'il sont contribué sa ma réussite le long de mon existence, et pour m'ont encouragé

A mes frères et sœurs qu'ils m'a beaucoup aidé et pour leurs soutien

N'oublie pas mes neveux et nièces

Tous mes camarades

Et à tous ma famille

KEMASSI Nassima

Sommaire	
Remerciements	i
Dédicaces	ii
Sommaire	iii
Liste des figures	vii
Liste des photos	ix
Liste des tableaux	x
INTRODUCTION GENERALE	01
PARTIE II : PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE	
CHAPITRE I :GENERALITE SUR LES LIANTS BITUMINEUX	
I.1. Introduction	05
I.2. Bitume	05
I.2.1. Définition	05
I.2.2. Origine et fabrication de bitume	05
I.3. Produits bitumineux	07
I.4. Bitume en Algérie	08
I.5. Composition de bitume	08
I.5.1. Séparation par précipitation	10
I.5.2. Séparation par chromatographie d'adsorption	10
I.5.3. Constituants des asphaltènes	11
I.5.4. Constituants des maltènes	12
I.6. Structure colloïdale du bitume	13
I.7. Comportement des bitumes purs	14
I.8. Conclusion	15
CHAPETRE II : LES POLYMERS ET MATIERES PLASTIQUES	
II.1. Introduction	17
II.2. Du pétrole au plastique	17
II.3. Définie les polymères	18
II.4. La polymérisation	19
II.4.1. Polymérisation par étape	19
II.4.2. Polymérisation en chaîne	19

Sommaire

II.5. Les types des polymères	19
II.5.1. Origine	19
II.5.2. L'architecture	20
II.5.3. Propriété	20
II.6. Domaines d'utilisation des polymères	21
II.7. Conclusion	21
CHAPITRE III : MODIFICATION DES LIANTS BITUMINEUX	
III.1. Introduction	23
III.2. Objectif de modification des liants bitumineux	23
III.3. Les différents types de bitume polymères et méthode de modification	23
III.3.1. Polymères thermoplastiques	24
III.3.2. Caoutchoucs naturels et synthétiques	25
III.3.3. Caoutchoucs thermoplastiques	25
III.3.4. Polymères thermodurcissables	27
III.4. Fabrication des bitumes modifiées avec des polymères	27
III.5. Structure microscopique des bitumes modifiées avec des polymères	28
II.6. Compatibilité et changement physique de mélanges bitume-polymères	28
III.7. Mécanisme et changement de phase de la modification	29
III.8. Caractérisation des bitumes modifiées	30
III.9. Conclusion	32
PARTIE II : PARTIE EXPERIMENTALE	
CHAPITRE IV : CARACTERISATION DES LIANTS BITUMINEUX MODIFIES ET NON MODIFIES	
IV.1. Introduction	35
IV.2. Les essais empiriques (classique)	35
IV.2.1. Essai de pénétrabilité (NF EN 1426)	35
IV.2.2. Essai du point de ramollissement (NF EN 14 27)	37
IV.2.3. La densité relatives (EN 15326)	37
IV.2.4. Point de FRAASS (EN 12593)	37
IV.2.6. Ductilité à 25°C (EN 13589)	38
IV.2.7. L'essai de retour élastique (EN 13398)	38

Sommaire

IV.2.8. Essai RTFOT "Rolling Thin Film Oven Test" (EN 12607-1)	38
IV.2.9. L'essai de PAV "Pressure Aging Vessel" (AASHTO PP1)	39
IV.2.10. Stabilité au stockage(EN13399)	40
IV.3. Essais rhéologiques (mécaniques)	40
IV.3.1. La viscosité dynamique "Rotational Viscometre" (EN 13702-2)	40
IV.3.2. DMA "Dynamic Mechanical Analyse" (AASHTO)	40
IV.3.3. BBR "Bending Beam Rhéometer" (EN 14771,AASHTO TP1)	41
IV.3.4. DSR "Rhéomètre à cisaillement dynamique" (AASHTO TP5)	42
IV.5. Conclusion	43
CHAPITRE V :DESPOSITIF EXPREMENTAL	
V.1. Introduction	45
V.2. Caractérisations des matériaux d'expérimentations	45
V.2.1. Identification de liant bitumineux	45
V. 2.2. Identification du polymère	46
V. 2.3. Fabrication de liant modifie	47
V.2.3.1. Protocole de modification	47
V.3. Les essais de comparative	48
V.3.1. Pénétrabilité	48
V.3.2. Point de ramollissement	49
V.3.3. Retour élastique	50
V.3.4. Stabilité au stockage	51
V.3.5. Viscosité dynamique	52
V.3.6. DMA (Dynamic Mechanical Analyse)	53
V.4. Conclusion	54
CHAPITRE VI : DISCUSSION DES RESULTATS	
VI.1. Introduction	56
VI.2. Pénétrabilité	56
VI.3. Point de ramollissement	58
VI.4. Retour élastique	58
VI. 5. Stabilité au stockage	59
VI.6. Viscosité dynamique	59
VI.7. DMA (Dynamic Mechanical Analyse)	60
VI.8. Conclusion	62

Sommaire

CONCLUSION GENERALE	64
Recommandations	65
Perspectives	66
Références bibliographiques	67
Annexes	68
Résumé	

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I :GENERALITE SUR LES LIANTS BITUMINEUX	
Figure I.1. Morceaux de bitume provenant de la mer morte	06
Figure I.2. Gisement de bitume naturel d'un gisement naturel en bordure LAKE ASPHALT Trinidad	06
Figure I.3. Schéma de procédé de fabrication des bitumes	07
Figure I.4. La structure chimique des molécules de bitume	09
Figure I.5. Séparation d'un bitume	10
Figure I.6. Séparation d'un bitume en familles génériques selon Corbett	11
Figure I.7. Structure hypothétique des asphaltènes des bitumes	11
Figure I.8. Exemple de structures pour la fraction des résines des bitumes (Barth,1962)	12
Figure I.9. Exemple de structures pour la fraction saturée des bitumes (Harlin, 1989)	12
Figure I.10. Exemple de structures pour la fraction aromatique des bitumes (Harlin, 1989)	13
Figure I.11. Schématisation de la structure colloïdale du bitume	13
Figure I.12. Structure « SOL » « GEL »	14
Figure I.13. Classes de comportement des bitumes en fonction de $ \eta $ et T	15
CHAPITRE II : LES POLYMERS ET MATIERES PLASTIQUES	
Figure II.1. Opération de transition du pétrole au plastique	18
Figure II.2. Type de polymère	20
CHAPITRE III : MODIFICATION DES LIANTS BITUMINEUX	
Figure III.1. Configuration des molécules de SBS	26
Figure III.2. Structure du caoutchouc thermoplastique (SBS)	26
Figure III.3. Les thermodurcissables	27
Figure III. 4. Microstructure d'un bitume modifié dans les trois cas	28
CHAPITRE IV : CARATERISATION DES LIANTS BITUMINEUX MODIFIES ET NON MODIFIES	
Figure IV.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille.	36
Figure IV.2. Principe de l'essai du point de ramollissement.	37

Liste des Figures

Figure IV.3. Essai de fragilité FRASS.	37
Figure IV.4. Appareil pou l'essai RTFOT	39
Figure IV.5. Appareil de l'essai PAV	39
Figure IV.6. Essai de viscosité dynamique	40
Figure IV.7. Bending Beam Rhéomètre	42
Figure IV.8. Classement des essais mécaniques sur le liant	42
CHAPITRE VI : DISCUSSION DES RESULTATS	
Figure VI.1. Evolution de la pénétrabilité en fonction de température	57
Figure VI.2. Variation de TBA en fonction de la teneur de SBS	58
Figure VI.3. Courbe de module de rigidité (E^*) en fonction de la fréquence	60
Figure VI.4. Courbe de module de cisaillement (G^*) en fonction de la fréquence	61
Figure VI.5. Histogramme comparatif des modules de rigidité mesurés	61

LISTE DES PHOTOS

CHAPITRE IV : CARATERISATION DES LIANTS BITUMINEUX MODIFIES ET NON MODIFIES	
Photo IV.1. Pénétrromètre	36
Photo IV.2. Ductilimètre	38
Photo IV.3. Viscosimètre (Brookfield) au LTPS Ghardaïa	40
Photo IV.4. Métravib au LEEGO de USTHB, Alger	41
CHAPITRE V :DESPOSITIVE EXPREMENTALE	
Photo V.1. Bitume pur	46
Photo V.2. Le polymère SBS utilisé	46
Photo V.3. Modification du bitume pur	48
Photo V.4. Les gobelets dans un bain marie	48
Photo V.5. Dispositif de mesure de la pénétrabilité	49
Photo V.6. Les deux anneaux à une température ambiante	49
Photo V.7. Position les anneaux et les billes dans le support	50
Photo V.8. Appareillage pour essai de TBA	50
Photo V.9. Eprouvettes de l'essai stabilité au stockage	51
Photo V.10. Les tubs viscosimètre (Brookfield) avec le bitume	52
Photo V.11. Dispositif de l'essai de viscosité	52
Photo V.12. Les échantillons de l'essai de DMA	53
Photo V.13. Dispositif de l'essai DMA par le Métravib	53

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I :GENERALITE SUR LES BITUMES BITUMINEUX	
Tableau I.1. L´analyse élémentaire d´un bitume	08
CHAPITRE III : MODIFICATION DES LIANTS BITUMINEUX	
Tableau III.1. Spécifications Afnor des bitumes modifiés	31
Tableau III.2. Tests rhéologiques effectués aux températures critiques du revêtement (Spécifications SHRP)	32
CHAPITRE IV : CARATERISATION DES LIANTS BITUMINEUX MODIFIES ET NON MODIFIES	
Tableau IV.1. Les essais mécaniques sur les liants	42
Tableau IV.2. Plages de température des sollicitations mécaniques et essais correspondants	43
CHAPITRE V :DESPOSITIVE EXPREMENTALE	
Tableau V.1. Résultats des essais sur le bitume pur	46
CHAPITRE VI : DISCUSSION DES RESULTATS	
Tableau VI.1. Résultats l´essai de pénétrabilité	56
Tableau VI.2. Valeurs de l´indice de pénétrabilité	57
Tableau VI.3. Résultats de l´essai point de ramollissement	58
Tableau VI.4. Résultats de l´essai retour élastique	58
Tableau VI.5. Résultats de l´essai stabilité au stockage	59
Tableau VI.6. Résultats de l´essai viscosité dynamique	59

INTRODUCTION GENERALE

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.

Des plusieurs études et recherches ont été menées dans le cadre d'amélioration le comportement des matériaux de construction de routes, en particulier du bitume et des enrobés bitumineux, par leurs caractéristiques thermiques et mécaniques, permettre formuler de mélanges bitumineux efficaces pour résister durablement aux contraintes.

À cet égard, on modifie le bitume que utilisé dans les enrobés bitumineux par des additifs, notamment des polymères, le technique de bitume modifie par des polymères est plus anciennes mais les recherches est encore en développement, dans ce contexte, s'est imposée la nécessité d'établir de nouvelles méthodes d'essai rhéologique et des procédures plus rationnelles pour le choix des matériaux et des formules d'enrobés bitumineux, aussi mise en œuvre des normes et la crée des essais capables de le comportement de bitume sur le site.

Dans cette étude, on présente une étude assez complète sur l'influence des polymères sur le bitume, spécialement le cas des bitumes hautement modifie, par un ensemble des essais empiriques contient un ensemble des essais utilises généralement pour caractériser les bitumes purs et modifiés, et des essais rhéologiques concentre sur le comportement des bitumes vis à vis les sollicitations mécaniques.

Par ce travail on expérimentant un nouveau type des essais sur les bitumes, et voir l'influence de polymère sur les paramètres rhéologique spécialement la viscosité, répondant aux questions : c'est quoi l'impact d'addition de polymère sur la viscosité de bitume ?

Le bitume étudié dans ce projet c'est un bitume modifiés et hautement modifiés par un SBS fournis par l'entreprise multinational « Kraton Corporation ». Cette étude comporte deux parties principales :

La première partie est entièrement consacré à une étude bibliographique, compose aussi trois chapitres :

- Le premier concerne une généralité sur les bitumes, définition, composition, fabrication et comportement.

Introduction Général

- Le deuxième chapitre, présenté un bref sur l'origine des polymères et matières plastiques, après leur définition, et les types de polymère ainsi que les domaines d'utilisation.
- Et le dernier chapitre traite la modification des liants bitumineux, ce chapitre pour répondre aux questions pourquoi on modifie le bitume, comment et c'est quoi les changements pendant la modification.

La deuxième partie est consacrée à l'expérimentation, elle compose aussi trois chapitres :

- Le quatrième chapitre on va mentionner les caractéristiques des liants par différents essais sur le bitume.
- Le cinquième chapitre sous-titre dispositif expérimental pour but de présenter le plan expérimental et détailler les matériaux utilisés.
- Le dernier chapitre présente les résultats et discute l'influence de la modification sur la viscosité du bitume.

Pour terminer, nous allons essayer de formuler une conclusion générale synthétisant les différents résultats obtenus à travers l'étude, les recommandations et les perspectives pour les recherches futures.

**PARTIE I : PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE**

CHAPITRE I :
GENERALITE SUR LES
LIANTS BITUMINEUX

CHAPITRE I :GENERALITES SUR LES LIANTS BITUMINEUX

I.1. Introduction :

Le nom « liant » peut être défini comme une substance qui sert à rassembler de façon durable, des particules généralement solides. Et le mot «hydrocarboné» indique que le produit renferme principalement des atomes de carbone et d'hydrogène; la substance, qui, additionnée aux particules solides (granulats), développe au sein d'un mélange d'où les 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 bitumineux (bitume) [1].

Il existe trois types de liant [2] :

- Les bitumes qui sont des produits solides ou semi-solides extraits du pétrole ;
- Les émulsions de bitume, qui résultent de la dispersion d'un bitume dans une phase réceptrice, en général aqueuse.
- Les cut – back ou les bitumes fluidifiés qui sont un mélange de bitume et fluidifiant, généralement kérosène.

I.2. Bitume :

I.2.1. Définition :

Les bitumes sont des substances hydrocarbures, très visqueux à la température ambiante et de couleur noire ; connu depuis la plus haute antiquité sous forme naturelle, il provient, de nos jours, presque exclusivement de la distillation des pétroles bruts.

Les bitumes jouent un rôle important dans la technique routière moderne, mais l'utilité de ce produit revient à 3800 avant J.C. dans la vallée de l'Euphrate en Mésopotamie (actuellement Iraq). En Amérique du Nord, le mot « Asphalt » désigne le bitume, tandis que le mot « bitumen » désigne la fraction du bitume, et en France le terme « bitume » désigner des produits du pétrole, comme en grande Bretagne ou en Allemagne [2].

I.2.2. Origine et fabrication de bitume :

Les bitumes comme un liant hydrocarboné ayant plusieurs origines naturel et industriel.

À l'état naturel, comme le Trinidad; certaines roches, telles que les calcaires asphaltites sont des roches poreuses imprégnées d'une certaine quantité de bitume naturel. La plupart de ces calcaires asphaltites contiennent moins de 10% en poids de bitume, donc La production mondiale est très faible puisqu'elle ne dépasse pas 200 milles tonnes [3].



Figure I.1. Morceaux de bitume provenant de la mer morte [4].



Figure I.2. Gisement de bitume naturel d'un gisement naturel en bordure LAKE ASPHALT Trinidad [4].

D'autre part, l'origine de bitume industriel obtenu depuis la distillation des pétroles (Figure I.3). Aujourd'hui, avec le développement des méthodes modernes de raffinage du pétrole brut domestique, on peut obtenir des matériaux bitumineux à coût moindre. C'est ainsi que les autres bitumes précités sont devenus non compétitifs. La plupart des pays produisent donc le bitume à partir du pétrole brut [3]. Ces étapes de raffinage de certains bruts pétroliers sont :

a) La distillation atmosphérique : Dans un premier temps, après avoir effectué les opérations de décantation et de dessalage, le pétrole brut est porté à une température d'environ 300°C. La phase vapeur est éliminée et condensée pour séparer les différents produits hydrocarbures (kérosène, gaz, essences, fuel, fuel lourd, ...) en fonction de leur volatilité. La fraction lourde restant au fond de la colonne constitue le résidu de la distillation directe et sert à l'élaboration du bitume [1];

b) La distillation sous vide : Ce résidu est ensuite injecté dans une tour de distillation sous vide où la séparation des différents constituants se poursuit en jouant sur les paramètres débit, pression et température. Le produit formé en fond de cuve est alors un résidu de distillation sous vide [1];

c) Le soufflage : Une opération de soufflage peut être pratiquée sur le résidu de distillation sous vide pour des colonnes peu performantes ou selon d'autres procédés de fabrication des essences et des huiles minérales sur les résidus pour les amener à la dureté souhaitée. Le soufflage des bitumes consiste à injecter de l'air au sein d'une base bitumineuse elle-même portée à une température comprise entre 250°C et 300°C. De très nombreuses réactions chimiques se déroulent provoquant une condensation des résines et de molécules d'asphaltènes. Le bitume obtenu est appelé bitume soufflé, il est peu employé en technique routière mais il est plus utilisé comme produit d'étanchéité de bâtiment [1].

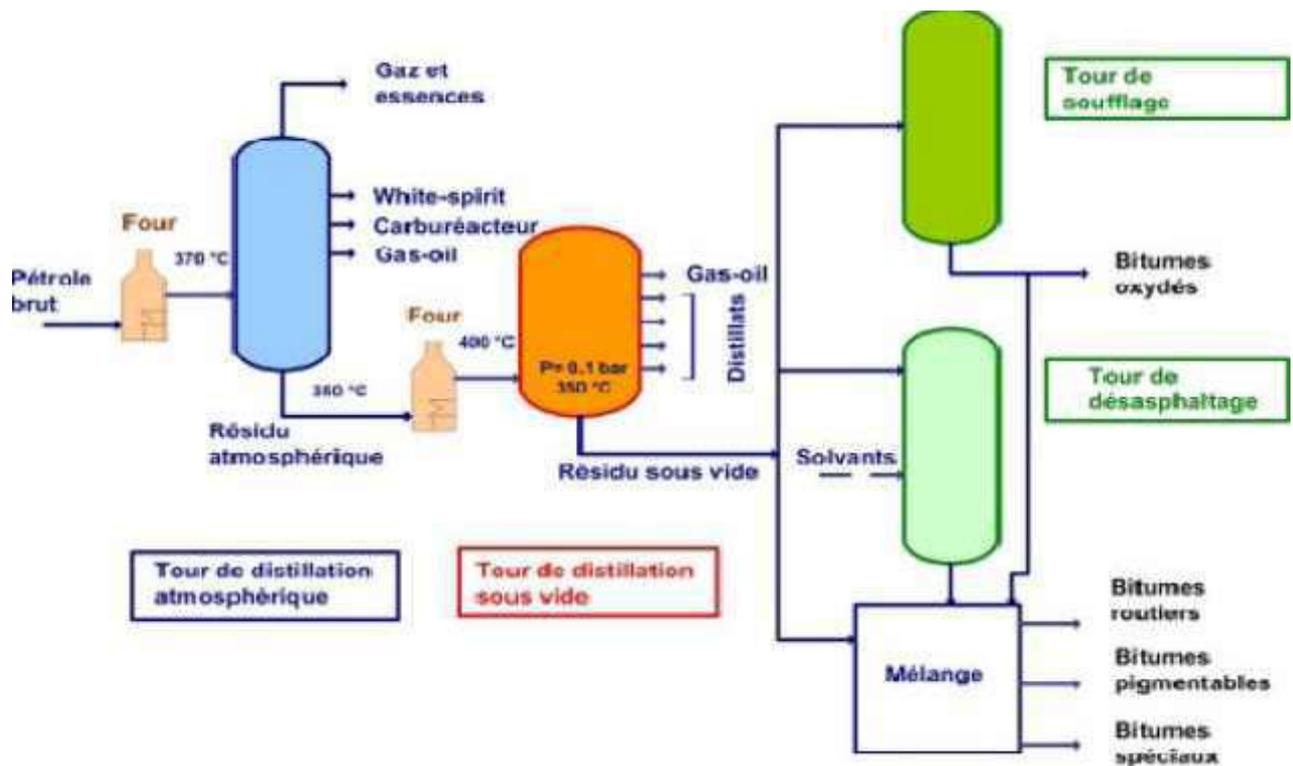


Figure I.3. Schéma de procédé de fabrication des bitumes [2].

I.3. Produits bitumineux :

a) Bitumes purs :

D'après leur mode de fabrication, on peut obtenir des bitumes dont leur consistance est variable. Cette dernière est déterminée par l'essai de pénétrabilité. Et sur la base de ces résultats on peut distinguer plusieurs classes [2]:

- Les bitumes très durs (20/30)
- Les bitumes durs (40/50)
- Les bitumes semi – durs (80/100)
- Les bitumes semi – mous (180/200)
- Les bitumes mous (280/300)
- Les bitumes très mous (300/350).

b) Cut-backs :

Ce sont des bitumes fluidifiés, obtenus par un mélange de bitume soit avec des fractions légères de distillation du pétrole telles que le kérosène, soient avec des huiles légères ou plus souvent moyenne, provenant de la distillation de la houille afin de réduire leur viscosité. Ce procédé permet notamment de les utiliser à une température nettement plus basse que celle nécessaire à la mise en œuvre du bitume pur [2].

c) Les émulsions :

Les émulsions de bitume sont des dispersions de fines particules de bitume dans l'eau, au moyen généralement d'un agent émulsif qui est un type de savon résineux qui stabilise le produit. Les émulsions éliminent les dangers d'incendie et l'effet toxique exposé dans le cas d'utilisation des cut-backs [2].

I.4. Bitume en Algérie :

En Algérie, Les classes de bitumes purs employés en techniques routières sont 35/50 (40/50) et 70/100 (80/100). Le pétrole algérien n'est pas assez dense (lourd) pour extraire du bitume, celui-ci est alors importé soit sous forme :

- de matière première : brut réduit, raffiné à Arzew et à Skikda
- d'un produit fini : bitume pur.

Le bitume 35/50 est fabriqué à la raffinerie d'Arzew par soufflage, il est destiné aux enrobés à chaud.

Et pour le bitume 70/100 est fabriqué à la raffinerie de Skikda par la distillation sous vide.

Concernant le bitume fluidifié, il est fabriqué aux unités de NAFTAL à partir du bitume pur 70/100 auquel il est ajouté un solvant. Celui-ci est destiné aux enduits superficiels. Quant à l'émulsion est destinée aux enrobés à froid [2].

I.5. Composition de bitume :

Le bitume généralement est constitué d'un mélange très complexée d'hydrocarbures et la composition élémentaire est fortement dépendante à l'origine de son brut et techniques de raffinage. L'analyse élémentaire met en évidence ses constituants que montre sur ce tableau ci-dessous :

Tableau I.1: Analyse élémentaire d'un bitume [2].

Éléments Massique	Carbone	Hydrogène	Soufre	Azote	Oxygène	Vanadium	Nickel
	(%)					Ppm : part par million	
Teneur	80 à 87	8-12 %	1-9 %	0-1,5 %	0,5- 1,5 %	10-2000	20-200

Ainsi que des traces de métaux (Fe, Ca, Ti, Mg, Na, Co, Cu, Sn, Zn), le mélange hydrocarbonés de bitume ont des masses molaires et des structures chimiques variées, la taille de ces molécules varie de quelques nanomètres à quelques dixièmes de micromètres pour les grandes tailles.

Les molécules de ces composés sont constituées de quatre principaux types d'hydrocarbures, paraffiniques, naphthéniques, aromatiques et oléfiniques [5]:

- Paraffiniques saturés linéaires ou ramifiées(chaines linéaires sans cycle) (Figure I.4.a)
- Naphténiques saturés cycliques (cycles à liaisons simple) (Figure I.4.b).
- Aromatiques : présence d'au moins un cycle avec doubles liaisons de type benzène (Figure I.4.c).
- Oléfines : chaines contenant une ou plusieurs doubles liaisons (Figure I.4.d).

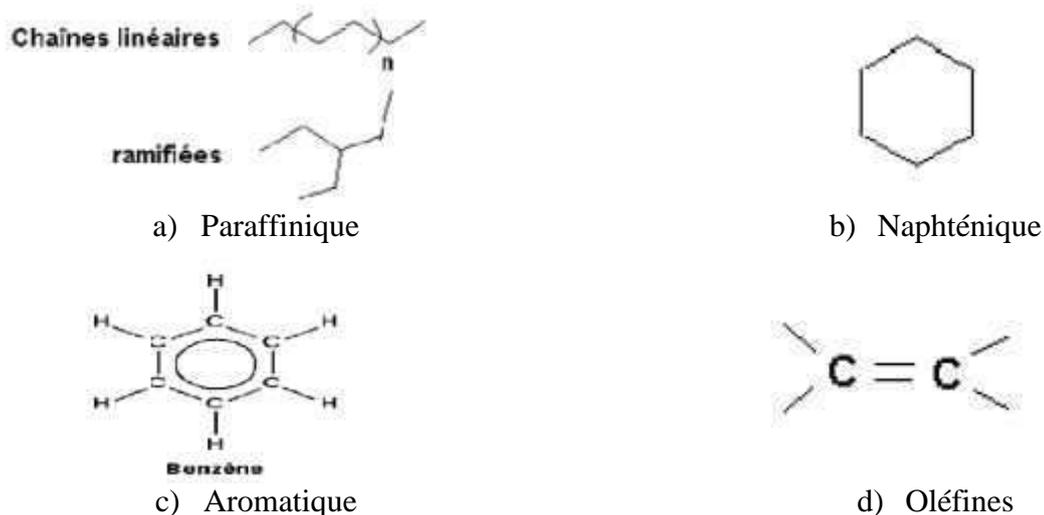


Figure I.4. Structure chimique des molécules de bitume [5].

Il faut également préciser que parmi les différentes molécules présentes dans les bitumes, rares sont celles constituées d'un seul des quatre types de motifs cités. Compte tenu de cette diversité, il n'est pas réaliste de vouloir déterminer la composition exacte des bitumes [1].

Les premiers travaux sur la chimie du bitume sont dus à Boussingault, qui a séparé une fraction soluble qu'il a nommé « pétrolènes » maintenant appelée plutôt « maltènes » et une fraction non-soluble s'appelle asphaltènes [2].

Plus récemment, le développement des techniques de chimie analytique a permis de mieux définir et caractériser ses fractions, mais la séparation des bitumes en maltènes et asphaltènes est encore très largement acceptée [2], les différentes méthodes de séparation sont :

I.5.1. Séparation par précipitation :

La séparation par solvant (Figure I.4) la plus utilisée est celle qui permet de séparer les bitumes en asphaltènes et en maltènes : les asphaltènes constituent la partie insoluble des bitumes dans les solvants de type n-alcanes, les maltènes la partie soluble. Ces derniers sont séparés en résines, hydrocarbures aromatiques et saturés (huile) par chromatographie d'adsorption.

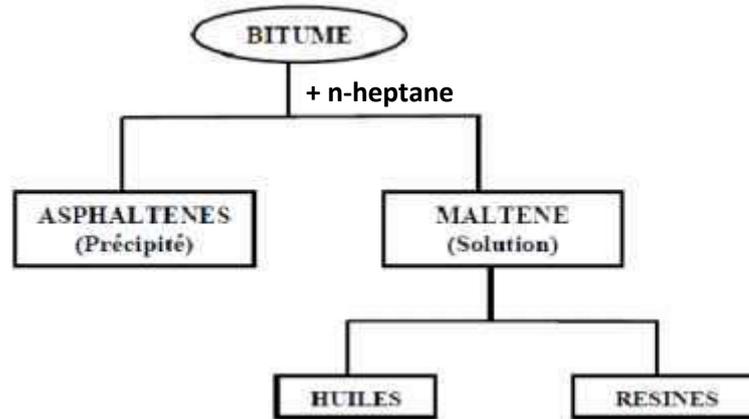


Figure I.5. Séparation d'un bitume [7].

I.5.2. Séparation par chromatographie d'adsorption :

Les techniques chromatographiques ont été les plus utilisées pour l'étude chimique des bitumes. Dans la plupart des méthodes, les asphaltènes sont préalablement séparés des maltènes par précipitation. La chromatographie est alors faite sur la fraction maltenique en solution dans les solvants de type n-alcane, et a servi de base à la séparation des bitumes en fonction de la polarité des composés. Cette chromatographie schématisée sur la figure I.6 sépare le bitume en quatre familles génériques :

- Saturé
- Aromatique
- Résine
- Asphaltène.

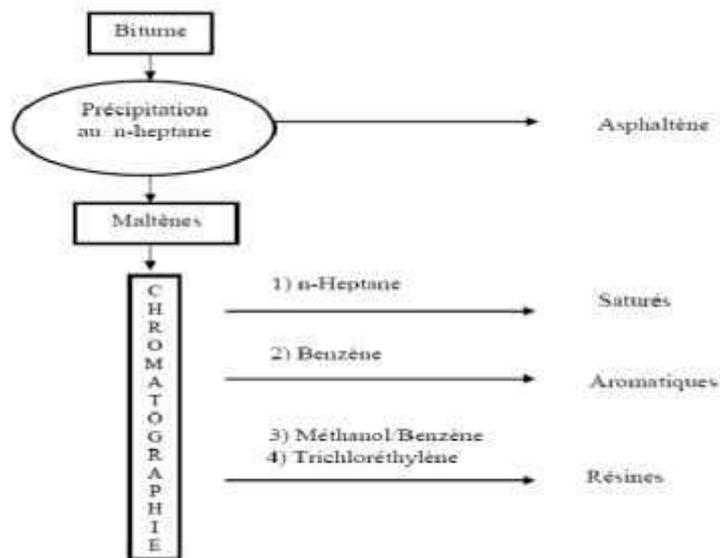


Figure I.6. Séparation d'un bitume en familles génériques selon Corbett [7].

I.5.3. Constituants des asphaltènes :

Les asphaltènes représentent de 10 à 30% des bitumes et leur masse moléculaire (1000- 100 000g /mol), est assez variable suivant l'origine du bitume et selon qu'il a été soufflé ou non. Ils se présentent sous la forme d'un solide dur friable, brun-noir qui contribue largement à la couleur noire du bitume, constituant à Carbone, Hydrogène, Azote, Oxygène et Soufre, ce sont des composés très lourds à structure condensée, cylindrique et aromatique (Figure I.7). Les asphaltènes sont considérés comme l'entité la plus responsable du comportement rhéologique des bitumes, données au bitume la résistance et rigidité.

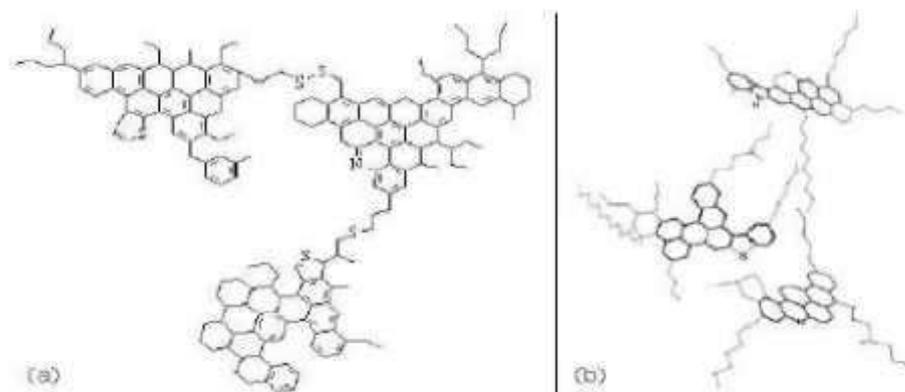


Figure I.7. Structure hypothétique des asphaltènes des bitumes, a) d'après Yen (1991) ; b) d'après Groenzin et Mullins (2000) [5].

I.5.4. Constituants des maltènes :

a) **Les résines** : elles ont un caractère nettement plus aromatique. La structure des résines est beaucoup plus complexe (Figure I.8) que celle des huiles et leur masse moléculaire moyenne est plus élevée. Les résines ont un rôle essentiel vis-à-vis la stabilité colloïdale du bitume. Elles ont un rôle tensioactif qui permet de stabiliser la dispersion d'asphaltènes dans la matrice maltène.

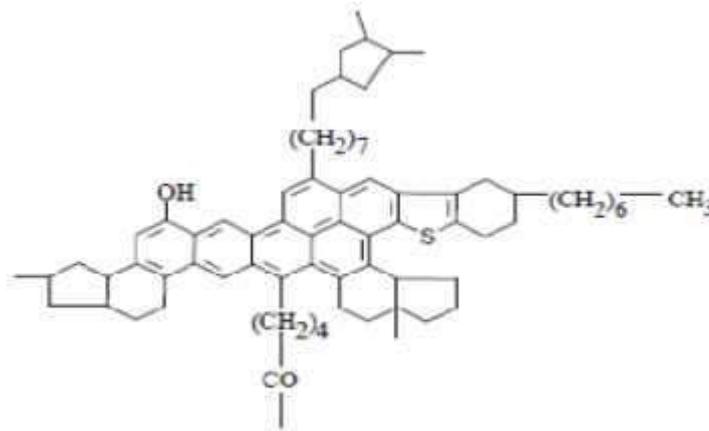


Figure I. 8. Exemple de structures pour la fraction des résines des bitumes (Barth, 1962)[5].

b) **Les huiles** : cette fraction est généralement soluble dans tous les solvants organiques, elle représente 40% à 60% du bitume, sa masse moléculaire moyenne est généralement relativement faible et leur viscosité peu élevée et selon la chromatographie on peut séparer les huiles à deux familles :

- Les saturés ont de faibles masses molaires, autour de 600 g/mol et comportent un faible pourcentage d'alcane linéaires pouvant cristalliser, qui se rapprochent des cires ou paraffines et généralement appelés « fractions cristallisables ». Ces fractions dépassent rarement les 5 % massiques du bitume, mais peuvent parfois atteindre 10 % voire plus pour certains bitumes chinois ou d'Europe de l'Est par exemple [2].

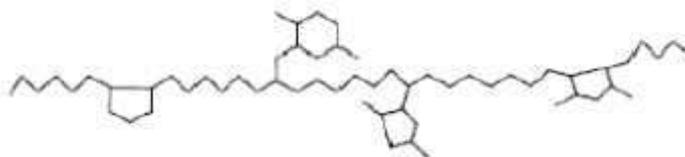


Figure . 9. Exemple de structures pour la fraction saturée des bitumes (Harlin, 1989) [5].

- Les aromatiques sont les fractions présentes en majorité (environ 60 %) leur couleur (rouge, brun, sombre) et sont notamment les espèces impliquées dans la transition vitreuse du bitume, en conjonction avec les saturés non-cristallisés. Leur vitrification se produit ainsi pour des températures de l'ordre de -50 à $-10^{\circ}C$, suivant la nature du brut, ce qui correspond aux températures de transition vitreuse des bitumes. Leur masse moyenne est généralement autour

de 800 g/mol et ils sont peu différents d'une huile minérale de forte viscosité [2] et donnée au bitume la viscosité et fluidité.

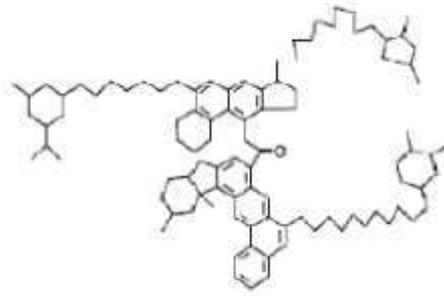


Figure I. 10. Exemple de structures pour la fraction aromatique des bitumes (Harlin, 1989) [5].

I.6. Structure colloïdale du bitume :

Selon la composition chimique et les concentrations respectives des constituants du bitume, l'équilibre colloïdal va être plus ou moins déplacé et donc va conférer au bitume des comportements rhéologique différente selon la température.

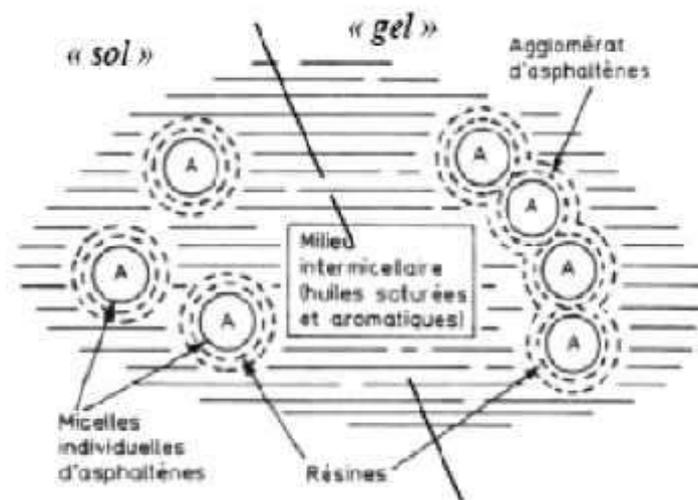


Figure I. 11. Schématisation de la structure colloïdale du bitume [2].

On distingue trois types fondamentaux de structure que KOLBANOSKAJA n'a classé qu'en fonction de la tenue relative des divers constituants (Asphaltène, résine et huiles) tandis que DRON, BESTOUGEUF ET VOINOVITCH prennent en compte en plus les températures de transition entre les divers états [6] :

a) Structure « SOL » :

Une structure colloïdale sol caractérisée par la peptisation totale des micelles d'asphaltènes, par les résines, on obtient ainsi une solution diluée et bien stabilisée d'asphaltènes dans un milieu dispersant structuré par les résines, ceci se rencontre dans les bitumes à phase maltène riches en aromatiques. Ces bitumes ont un comportement visqueux (newtonien).

b) Structure « GEL » :

Une structure colloïdale sol caractérisée par l'agglomération de micelles d'asphaltènes formant ainsi un réseau continu dans des milieux dispersant faiblement structurés par les résines, les bitumes a structure gel sont riches en asphaltènes et ont une phase maltène pauvre en hydrocarbures aromatiques. Ils ont un comportement élastique.

c) Structure «SOL-GEL » :

Une structure colloïdale sol caractérisée par des agrégats de micellée d'asphaltènes baignant dans un milieu dispersant structuré par les résines. Cette structure est intermédiaire entre les structures précédentes. Les bitumes routiers ont généralement une structure sol-gel et leur comportement rhéologique est viscoélastique.

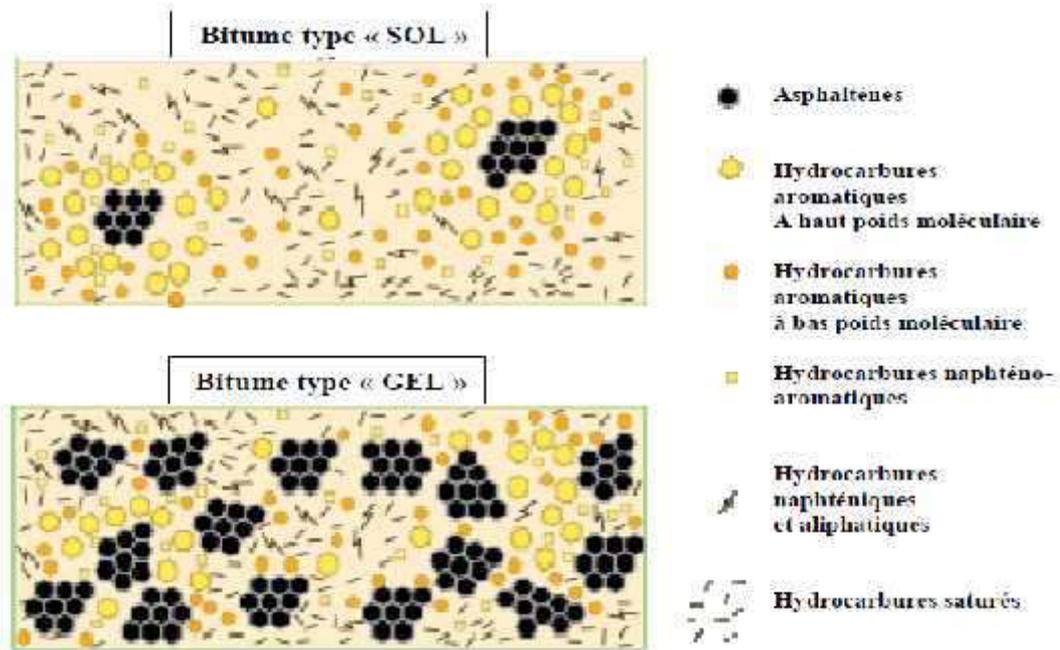


Figure I. 12. Structure « SOL » « GEL » [7].

I.7. Comportement des bitumes purs :

La figure I.13 permet d'identifier simplement les principaux types de comportement des bitumes en fonction de l'amplitude de la déformation ϵ et de la température T, pour une vitesse de déformation fixée. On y distingue [2] :

- Les domaines fragiles et ductiles, où la résistance à la traction σ_p peut être mesurée ;

- La rupture fragile, qui peut être caractérisée par la ténacité K_c ou l'énergie de rupture G_c (Mécanique Linéaire de la Rupture),
- Le comportement élastique linéaire, caractérisé par les modules E et G ,
- Le domaine viscoélastique linéaire, caractérisé par les modules complexes E^* et G^* ;
- Le comportement purement visqueux (Newtonien), caractérisé par la viscosité η ;
- Pour des déformations de l'ordre de quelques pour cent, le domaine ou le comportement est fortement non linéaire.

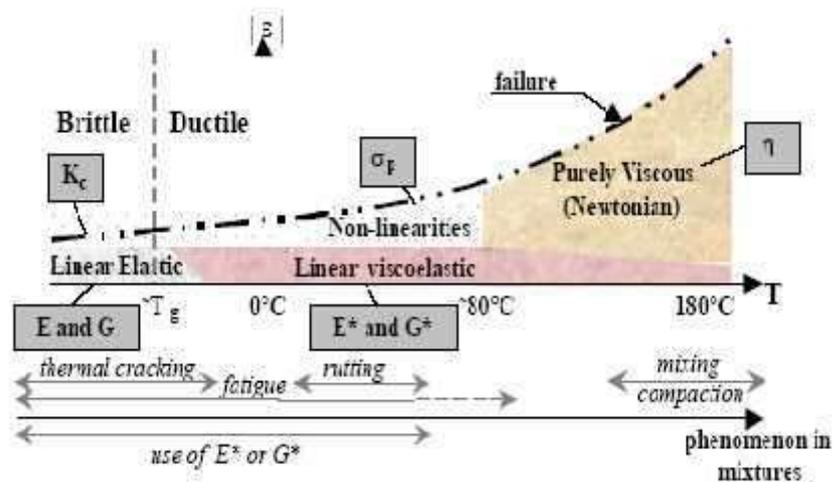


Figure I. 13. Classes de comportement des bitumes en fonction de γ et T [2].

I.8. Conclusion :

On conclut que le bitume est un corps viscoélastique et mélange complexe d'hydrocarbures, Il existe plusieurs types de bitume et sa structure varie selon son origine et son procédé de fabrication.

On modifie le bitume pur par différents aditifs pour améliorer leurs propriétés d'usage et notamment des polymères.

CHAPETRE II :
LES POLYMERS ET
MATIERES PLASTIQUES

CHAPETRE II : LES POLYMERS ET MATIERES PLASTIQUES

II.1. Introduction :

L'utilisation de matières plastiques remonte à l'antiquité plusieurs siècles av. J.-C ; les hommes utilisaient les propriétés plastiques de la corne, des écailles de tortue, de l'ambre, du caoutchouc,...etc., chauffés et moulés pour fabriquer de nombreux objets.

À partir de la fin du XIXe siècle débute la mise au point de nouvelles matières : les plastiques semi-synthétiques faits de polymères naturels modifiés chimiquement par des produits chimiques.

Les matières plastiques seront essentiellement fabriquées par la pétrochimie, à partir du pétrole ou du gaz naturel. Les usages sont très variés et entrent «dans les petits objets de la vie de tous les jours». Plus de 250 millions de tonnes de plastiques sont produits chaque année, essentiellement à partir de pétrole [8].

II.2. Du pétrole au plastique :

Après avoir été extrait du sous-sol, le pétrole brut est envoyé dans une raffinerie pour séparer les différents constituants (raffinage). On obtient du fioul (utilisé pour le chauffage), du gazole, du kérosène et de l'essence (utilisés pour les transports) et du naphta.

Le naphta subit une importante étape de transformation (le craquage) permettant d'obtenir de petites molécules, les monomères (éthylène, propylène, styrène, butadiène, benzène, éthanol, acétone, ...) qui seront la matière de base des matériaux plastiques. Avec une réaction chimique de polymérisation, ces monomères s'assemblent et forment de longues molécules, les polymères (polyéthylène, polypropylène, polystyrène,...etc.) qui sortiront de la raffinerie sous forme de granulés, de liquides ou de poudres.

En ajoutant des adjuvants et additifs à ces polymères, on obtient des matériaux plastiques variés à qui on donnera des formes variées (tuyau, pots, formes complexes,...etc.) par moulage, extrusion, injection ou encore thermoformage dans les usines [8].

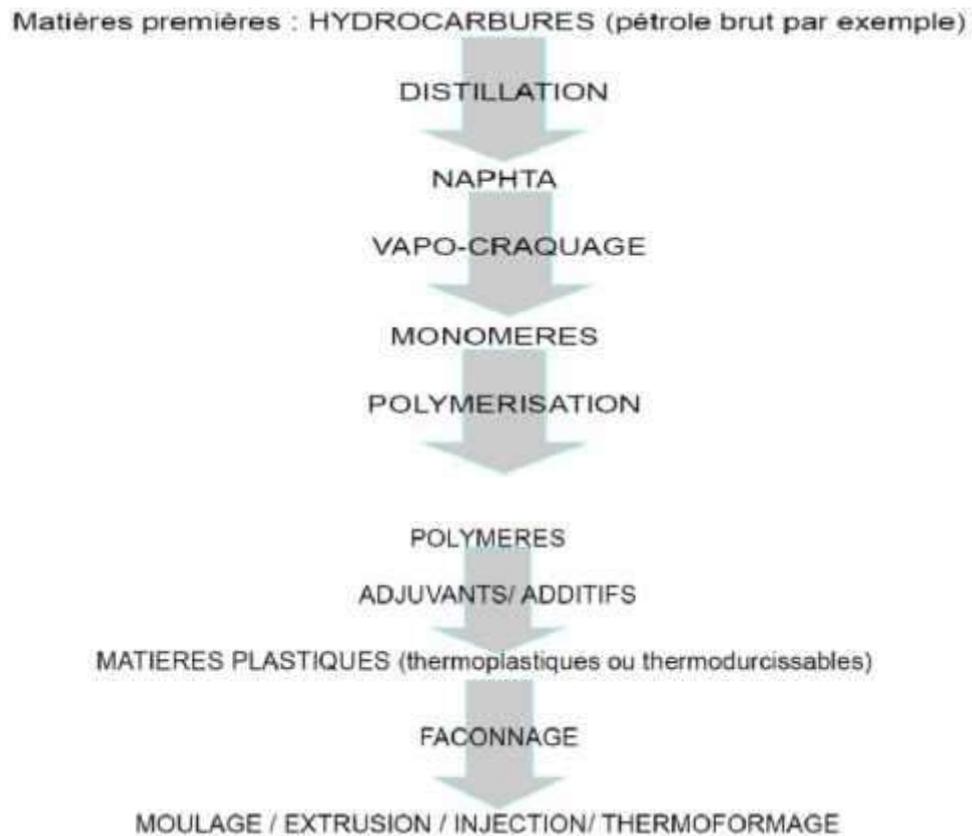


Figure II.1. Opération de transition du pétrole au plastique [8].

II.3. Définition du polymère :

Le mot polymère vient du grec « polus » plusieurs et « meros » parties soit « plusieurs parties » ou « plusieurs unités ».

C'est une substance généralement organique (composées essentiellement d'atome de carbone et d'hydrogène), liquide ou solide à température ambiante, de masse moléculaire élevée. Elle est caractérisée par la répétition d'un ou de plusieurs types de motifs monomères liés les uns aux autres par des liaisons covalentes.

Le nombre moyen de monomères dans un polymère est le degré de polymérisation.

Le haut polymère est celui dont le degré de polymérisation est élevé, si celui-ci est faible, le composé est un oligomère [2].

Les polymères industriels peuvent être fabriqués à partir d'un seul type de monomères, ils sont alors dits homopolymères, ou bien à partir de plusieurs types de monomères et ils sont dits copolymères [2].

II.4. La polymérisation :

La polymérisation est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liants des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules.

Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés). Deux mécanismes entièrement différents sont utilisés pour la synthèse de polymères lors de la polymérisation [9] :

II.4.1. Polymérisation par étape : où la croissance des macromolécules est le résultat de réactions chimiques classiques entre les groupements fonctionnels réactifs des monomères.

Une réaction de polycondensation avec libération d'un sous-produit de la réaction, (souvent de l'eau...) est une réaction de polymérisation par étape.

II.4.2. Polymérisation en chaîne : et résulte de la formation d'un centre actif A^* qui fixe de façon successive de nombreuses molécules de monomère :



Le polymère obtenu présente un degré de polymérisation $n+1$.

Une réaction de polyaddition sans libération de sous-produit est une réaction de polymérisation en chaîne. Dans ce cas, le mécanisme implique généralement l'ouverture d'une double liaison ($C=C$, par exemple) ou l'ouverture d'un cycle.

II.5. Types des polymères :

On peut classifie les polymères selon différents catégorie, tels que [2]:

II.5.1. Origine :

❖ Polymère naturel

Ils existent en l'état dans la nature, ils sont couramment subdivisés selon leur provenance végétale, animale ou minérale, tels que le caoutchouc, la cellulose, le collagène et l'amylose.

❖ Polymère artificiels régénérés

Ils résultent d'une transformation chimique de constituants de base d'origine naturelle, tels que les dérivés cellulosiques dont la molécule de base est la cellulose.

❖ Polymères synthétiques

Ils sont souvent proches des polymères naturels bien que leurs constituants de base n'existent pas dans la nature, tel que le caoutchouc synthétique et le polypropylène [1].

II.5.2. L'architecture :

- ❖ **Linéaire ou monodimensionnels** : L'enchaînement est dans une seule direction de l'espace (Figure II.2.a).
- ❖ **Bidimensionnels** : L'enchaînement s'étend dans deux directions de l'espace, tel que le graphite (Figure II.2.b).
- ❖ **Tridimensionnels** : Par pontage des molécules linéaires peuvent être transformés en 3D (Figure II.2.c).

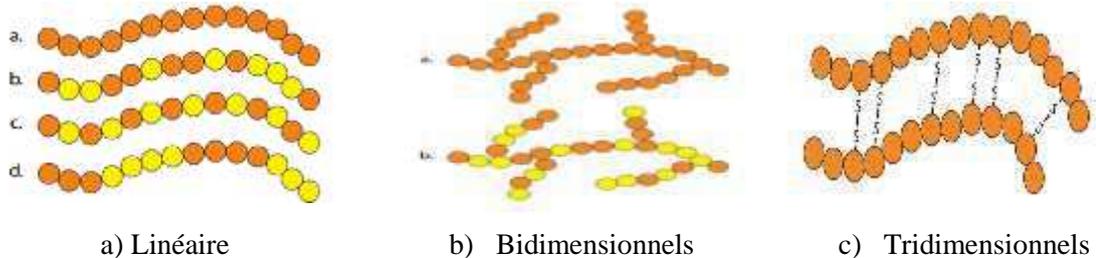


Figure II.2. Type de polymère [9].

II.5.3. Propriétés :

a) Thermoplastiques

Ils sont constitués de macromolécules de structure linéaire ou ramifiée qui sont liées entre elles par des liaisons faibles qui peuvent être rompues, soit par élévation de la température, qui entraîne un ramollissement progressif réversible, soit par dissolution dans un solvant adéquat. Après refroidissement ou évaporation du solvant, les liaisons se rétablissent et le polymère retrouve son état solide initial. Les thermoplastiques sont donc faciles à mettre en œuvre et recyclables et peuvent être combinés au bitume à température élevée.

b) Thermodurcissables :

Ils sont constitués de macromolécules formants un réseau tridimensionnel. L'élévation de la température ou l'addition d'un solvant ne permet pas de rompre les liaisons covalentes. Les thermodurcissables sont alors infusibles et insolubles après réticulation d'où ils sont non recyclables.

c) Élastomères

Ils sont obtenus à partir de polymères linéaires par une réticulation (ou vulcanisation), dont la densité est beaucoup plus faible que dans le cas des polymères thermodurcissables, ce qui conduit à la formation d'une structure partiellement tridimensionnelle.

La vulcanisation ou (pontage) permet de transformer un polymère à comportement plastique en un matériau à comportement élastique. Du fait de la légère vulcanisation, ce matériau a de grandes déformations élastiques réversibles qui peuvent atteindre 100%.

Les élastomères sont difficilement recyclables, ils résistent bien à l'influence des produits tels que les huiles, les essences et sont insensible à l'eau et ils résistent également bien à l'oxygène et au rayonnement solaire, donc au vieillissement naturel.

Les élastomères contiennent de 50 à 60% de polymères, le reste est composé de charges, agents de vulcanisation, accélérateurs, produits retardant le vieillissement et d'autres additifs[2]. Les élastomères sont classés en trois familles principales :

- ❖ **Élastomères à usages généraux tels que** : Le caoutchouc naturel (NR), le poly isoprène (IR), le copolymère butadiène styrène (SBR).
- ❖ **Élastomères à usages spécifiques tels que** : le polychloroprène (CR), le copolymère acrylonitrile butadiène (NBR).
- ❖ **Élastomères thermoplastiques (TPE)** : Ils ne sont pas vulcanisés (ou réticulés) lors de la fabrication, mais ils possèdent, à la température de service, des propriétés similaires à celles du caoutchouc vulcanisé. Ces dernières disparaissent lors du chauffage pour les mettre en œuvre et réapparaissent, lorsque le matériau revient à la température de service [2].

II.6. Domaines d'utilisation des polymères [2] :

- L'étanchéité ;
- Les réseaux de transport d'énergie ou de fluides ;
- Les revêtements et les équipements routiers ;
- La protection des ouvrages par peinture ou revêtement plastique ;
- Les appareils d'appuis ;
- Les gaines pour câble d'haubanage ou de précontrainte ;
- Les emballages ;
- Le cosmétique ;
- Les peintures et vernis ;
- Les films, fibres textiles et matériaux composites ;
- Les pneumatiques.

II.7. Conclusion :

Ce chapitre a été dédié pour l'identification sur les polymères et leur types que permet l'utiliser comme des additives avec le bitume.

Les principaux types sont les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères, le plus utiliser dans le bitume modifier sont des élastomères tels que le styrène butadiène et polyéthylène.

CHAPITRE III :
MODIFICATION DES
LIANTS BITUMINEUX

CHAPITRE III : MODIFICATION DES LIANTS BITUMINEUX

III.1. Introduction :

Les liants bitumineux tels que produits dans des raffineries ne possèdent pas les performances suffisantes pour les besoins dans la construction des routes spécialement avec la croissante des charges et trafic intense et l'augmentation de température causé par le changement climatique crée des conditions climatiques très rigoureuses.

Pour augmenter les performances de ces liants, on fait donc appel à des techniques de modification [2].

III.2. Objectif de modification des liants bitumineux :

Les performances imposées aux liants routiers par les contraintes de trafic actuel conduisent à dresser le portrait-robot d'un « liant idéal » : il doit avoir une susceptibilité thermique très faible dans toute la plage des températures d'utilisation (-30°C à $+60^{\circ}\text{C}$) mais très forte aux températures de mise en œuvre (130 à 170°C). Sa susceptibilité aux temps de charge doit être fortement faible alors que sa résistance à la déformation permanente, à la rupture et à la fatigue doit être forte. Parallèlement, il faut au moins maintenir les bonnes propriétés d'adhésivité des liants traditionnels. Enfin la résistance au vieillissement doit être forte aussi bien à la mise en œuvre que sur la route.

Cependant, toutes ces qualités ne peuvent pas être trouvées sur un bitume pur, c'est pourquoi on utilise et met au point des liants modifiés, plusieurs recherches ont été effectués Depuis une trentaine d'années sur le bitume modifier et l'amélioration de cette modification par trouver des additifs plus performants, moins coûteux et facile à incorporer dans des matrices bitumineuses [6].

III.3. Les différents types de bitume polymères et méthode de modification :

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

Si ce bitume est appelé à être utilisé dans le pavage des routes, il doit être capable de se malaxer dans des équipements conventionnels. Dans tous les cas, le bitume doit être disponible, moins coûteux et stable pendant le stockage et l'application. Les problèmes majeurs que posent les bitumes modifiés avec des polymères résident dans la mauvaise solubilité de certains polymères dans la matrice bitumineuse qui peut conduire à la séparation de phases. Les principaux groupes de polymères utilisés pour la modification des bitumes sont les suivants:

- ❖ Polymères thermoplastiques ;
- ❖ Caoutchoucs naturels et synthétiques ;
- ❖ Caoutchoucs thermoplastiques ;
- ❖ Polymères thermodurcissables.

Actuellement, les bitumes sont modifiés surtout avec des caoutchoucs thermoplastiques, aussi bien qu'avec des polymères thermoplastiques. Les caoutchoucs naturels et synthétiques sont difficilement appliqués comme additifs, tandis que les résines thermodurcissables sont utilisées dans des applications particulièrement spéciales.

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

Quelques fois, deux différents polymères sont ajoutés simultanément, dans le but de conférer au bitume modifié les performances requises. Il est important de rappeler que chaque classe de polymères est caractérisée par son poids moléculaire, sa structure, sa viscosité, ... etc., et que dans chaque cas, les caractéristiques propres du polymère devraient être étudiées avant que ce dernier soit incorporé dans la matrice bitumineuse [2].

III.3.1. Polymères thermoplastiques :

Les polymères thermoplastiques sont caractérisés par le ramollissement durant le chauffage et par le durcissement durant le refroidissement. Le polyéthylène (PE), le polypropylène atactique et isotactique (aPP, iPP), le chlorure de polyvinyle (PVC), le polystyrène (PS), l'éthylène acétate de vinyle (EVA) et l'éthylène méthacrylate (EMA) sont les principaux polymères de ce groupe expérimentés comme modifiants [2].

Les polymères thermoplastiques s'associent avec le bitume à la température ambiante en augmentant sa viscosité. Cependant, ils ne confèrent pas, d'une manière significative, de déformation élastique du bitume, par contre ils peuvent se séparer pendant le chauffage. Plus le polymère est finement dispersé en gardant sa structure spéciale, plus le mélange est stable. Les polymères poly-oléfiniques ne contiennent pas de double liaison, par conséquent, ils possèdent une bonne résistance thermique et un bon comportement au vieillissement. Le polyéthylène se disperse mal dans le bitume et risque de provoquer le phénomène de ségrégation [2].

III.3.2. Caoutchoucs naturels et synthétiques :

Les caoutchoucs naturels (NC) et synthétiques tels que le polybutadiène, le poly isoprène, le butyle caoutchouc, le caoutchouc styrène butadiène (SBC) et le polychloroprène ont tous été testés avec les bitumes. Le caoutchouc naturel est susceptible à la décomposition et à l'oxydation.

Il possède un poids molaire trop élevé pour être directement dissous dans le bitume. Le caoutchouc naturel doit être partiellement décomposé et mécaniquement homogénéisé. Les caoutchoucs naturels et synthétiques sont mieux dispersés sous forme de latex.

Généralement, les caoutchoucs synthétiques fabriqués à partir des polydioléfiniques sont plus faciles à incorporer dans les matrices bitumineuses que les poly-mono-oléfiniques et confèrent des caractéristiques d'élasticité d'une manière plus évidente que les matériaux thermoplastiques. Les doubles liaisons contenues dans toutes les chaînes entraînent une décomposition partielle du polymère par chauffage ou par oxydation. Les doubles liaisons sont, entre autres, des points d'initiation de la réaction de vulcanisation. Le bitume 'vulcanisé' ayant une ductilité et une élasticité améliorées peut être produit par addition de soufre au mélange bitume-caoutchouc. Par ailleurs, le caoutchouc peut être directement utilisé dans un état vulcanisé sous forme de poudrette et pour bien le disperser dans la matrice bitumineuse, il est nécessaire d'employer des températures élevées et des longues durées de malaxage.

Le caoutchouc partiellement dévulcanisé se comporte comme un liant hétérogène et agit principalement comme une charge flexible [2].

III.3.3. Caoutchoucs thermoplastiques :

Les élastomères thermoplastiques utilisés comme adjuvants pour les bitumes sont des blocs de copolymères de mono et dioléfiniques. Comme mono-oléfine, le styrène est le plus utilisé, tandis que comme dioléfiniques, ce sont le butadiène et l'isoprène. Ces blocs copolymères sont sous forme de SBS

(ou SIS), où **S** représente le polystyrène, **B** le polybutadiène et **I** (poly isoprène). Ces copolymères se distinguent par leur teneur en styrène, leur poids moléculaire et leur configuration (Figure III.1).



Figure III.1. Configuration des molécules de SBS[2].

Les caoutchoucs thermoplastiques forment une nouvelle classe d'élastomères qui a retenu l'attention de l'industrie depuis une quinzaine d'années, car ils allient les propriétés d'élasticité et de résilience aux caractéristiques de mise en œuvre des thermoplastiques. De telles propriétés sont liées à la conformation particulière de ces copolymères qui conduit à une microstructure originale.

Les blocs polystyréniques sont reliés par une séquence polybutadiénique, d'où leur sigle : SB-S. Les polymères linéaires montrent un comportement similaire à celui des réseaux réticulés, ceci est dû au fait que le polystyrène et le bloc d'agrégats dans le domaine de la température ambiante agissent comme jonctions de réseaux vitreux pour les chaînes élastiques de polybutadiènes [2].

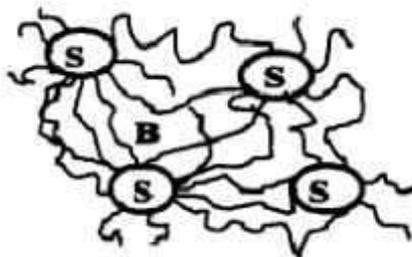


Figure III.2. Structure du caoutchouc thermoplastique (SBS) :

S – polystyrène, B – polybutadiène[2].

Ces matériaux tirent leur force et leur élasticité de la réticulation physique des molécules en un réseau tridimensionnel. Ils deviennent fluides et mouillables à des températures élevées (> 100°C), à la différence des caoutchoucs chimiquement réticulés. Tous les caoutchoucs thermoplastiques introduisent dans le bitume des éléments forts de déformation élastique et permettent d'obtenir des dispersions stables.

Toutefois, la résistance au chauffage et à l'oxydation est plus faible que celle des polyoléfines, ce qui est dû à la présence de doubles liaisons dans des chaînes principales.

Plusieurs types de copolymères de SBS, en particulier les SBS réticulés, sont utilisés comme additifs dans divers pays sous différents noms commerciaux. La modification par SBS diminue la susceptibilité thermique, augmente la cohésion et améliore le comportement rhéologique des bitumes[2].

III.3.4. Polymères thermodurcissables :

Les polymères thermodurcissables ne ramollissent pas durant le chauffage. Ils ne sont pas très utilisés dans le pavage des routes, en raison de leur coût élevé et de la méthode de leur mise en œuvre. Toutefois, les propriétés qu'ils conservent au bitume sont remarquables. Les produits les plus connus sont basés sur des résines époxy.

Ils sont utilisés en mélange de deux composants dont l'un contient la résine et l'autre un durcissant qui réagit chimiquement pour former une structure tridimensionnelle forte.

Mélangées avec du bitume en quantité substantielle, les résines époxy montrent plus les propriétés des résines thermodurcissables modifiées que celles des bitumes. Quand les deux composants (résine et durcissant) des résines thermodurcissables se mélangent, la durée de vie du liant se trouve limitée. Le bitume modifié n'exhibe pas d'écoulement visqueux ; il devient très résistant aux attaques des produits chimiques, notamment des solvants et des fuels. Depuis son introduction sur le marché, le bitume époxy est utilisé pour couvrir des aires spéciales des aéroports et des ponts [2].

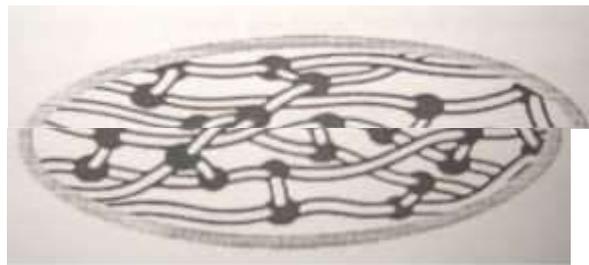


Figure III.3. Les thermodurcissables [2].

III.4. Fabrication des bitumes modifiés avec des polymères :

Différentes procédures ont été développées pour produire les bitume-polymères. Les principaux facteurs influençant le taux de dispersion des polymères dans la matrice bitumineuse sont les dimensions des particules de polymère, la température, et le cisaillement appliqué aux mélanges. La température de mélange est généralement comprise entre 150°C et 200°C ou plus. La durée de mélange varie de quelques minutes à quelques heures. La durée optimale de mélange est atteinte quand les propriétés désirées du bitume-polymère, telles que le point de ramollissement, la pénétration et la viscosité deviennent constantes.

III.5. Structure microscopique des bitumes modifiés avec des polymères :

Les propriétés des BMP dépendent du degré de dispersion du polymère dans la phase bitumineuse. Le test le plus important qui est effectué sur les BMP est l'observation de sa structure par microscopie.

La technique de visualisation est basée sur l'utilisation de la fluorescence par la lumière simulée UV. La phase bitumineuse ne montre aucune fluorescence évidente, toutefois, certains polymères dispersés, tels que les polystyrènes, produisent une fluorescence jaune verdâtre. Une grande variété de formes est observée selon le type de polymère utilisé.

L'examen d'un nombre de produits commerciaux a montré que plusieurs d'entre eux étaient sous forme de dispersion, fine ou poussière, de globules de polymère dans la phase continue du bitume (Figure III.4.a). Avec l'augmentation de la concentration de polymère et de la durée de mélange, une inversion de phases peut se produire en causant une réelle modification de la structure du BMP et un changement important de ses propriétés (Figure III.4.b) [2].

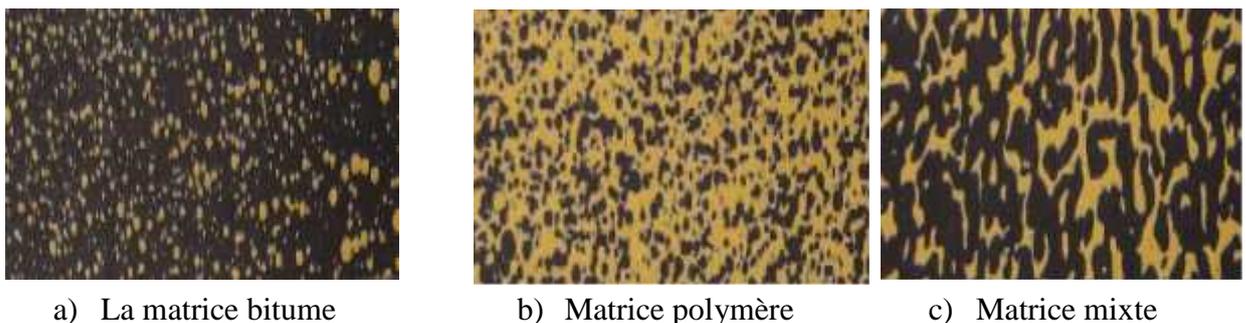


Figure III. 4. Microstructure d'un bitume modifié dans les trois cas [2].

II.6. Compatibilité et changement physique de mélanges bitume-polymères :

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

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

La compatibilité des mélanges bitume-polymères dépend non seulement de la composition du pétrole brut à partir duquel le bitume est produit, mais aussi du procédé de fabrication de ce dernier [2].

La concentration des constituants du bitume qui agissent comme agents solubilisant ou de gonflement pour les polymères joue un rôle très important. Par ailleurs, le bitume qui convient pour le mélange avec du SBS devrait avoir une haute teneur en aromatiques et une faible concentration en asphaltènes. Les tests menés sur des mélanges obtenus avec des fractions de bitume ont montré une incompatibilité des polymères dans les asphaltènes, et une bonne dispersion dans les aromatiques et les résines [2].

Dans certains cas, des fractions pétrolières spécifiques sont ajoutées au bitume pour améliorer sa compatibilité avec les polymères. En effet, l'ajout d'huile aromatique, dans les mélanges bitume– SBS montre que les concentrations des aromatiques et des résines du bitume doivent être suffisantes pour la peptisation des asphaltènes et du caoutchouc. Les huiles pyrolytiques et les résidus des acides gras sont aussi utilisés comme agents comptabilisant.

Il existe une relation complexe entre la composition chimique des bitumes routiers, leur structure colloïdale et leurs propriétés physiques et rhéologiques. Toute modification portée à la composition chimique de la matrice bitumineuse par un moyen physique ou chimique conduit automatiquement à la modification de sa structure [2].

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

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

III.7. Mécanisme et changement de phase de la modification :

Une des hypothèses les plus souvent avancées pour tenter d'expliquer la modification des propriétés des bitumes par adjonction de systèmes thermoplastiques est leur gonflement par les huiles du bitume. Toutefois pour qu'un polymère soit utilisable pour la modification d'un bitume, il doit être au moins gonflable, éventuellement soluble, dans les fractions hydrocarbonées de faibles masses moléculaires du liant.

KRAUS pense que lorsque le polymère est ajouté au bitume préalablement chauffé, ce dernier commence immédiatement à pénétrer dans les particules du polymère.

Sous l'influence du cisaillement de l'agitation, le polymère gonflé devient mobile et se disperse dans le bitume. Le taux de dispersion est tributaire des paramètres suivants :

- ❖ La température : la vitesse de diffusion du bitume dans les particules de polymère augmente avec la température et modifie le moment où le cisaillement devient efficace.
- ❖ La taille des particules : plus elles sont petites, plus la surface de l'échange est importante et plus grande est la vitesse de diffusion du bitume dans les particules.
- ❖ Le cisaillement : malgré le gonflement les molécules deviennent d'autant plus mobiles qu'elles ont été rompues.

III.8. Caractérisation des bitumes modifiés :

Les fabricants de liants soient purs ou modifiés utilisent des bruts pétroliers de qualité supérieure et ils appliquent des procédures plus rigoureuses de contrôle de la composition de leurs produits. Et chaque école à leurs philosophies dans le contrôle, les américains utilisant des technologies développées dans le projet SHRP, qu'il produit le système *superpave* contient une vaste catégorie de liants conçus tout spécialement pour répondre aux exigences des conditions météorologiques locales. Les européennes prendre une diverse vision, les spécifications européennes venue unifier les différentes spécifications propres à chaque pays (France, Allemagne, Royaume-Unis à partir de 1999), ces spécifications étaient essentiellement basées sur la pénétration à 25°C, base sur la nécessité d'une meilleure maîtrise de la consistance aux températures de service élevées a conduit les pays européens à adopter trois critères [10] qui sont :

- L'indice de pénétrabilité (Suisse et Espagne) ;
- La viscosité à 60°C (Suède, Finlande et Norvège) ;
- La température bille et anneau (Allemagne et France).

Afin d'éviter des bitumes trop fragiles à basse température, la suisse, l'Allemagne, l'Espagne et la France ont adopté une spécification sur la température de fragilité FRAAS. L'analyse des spécifications américaines proposés par le SHRP et les spécifications européennes montre qu'elles sont très différentes car :

- Les spécifications américaines sont essentiellement basées sur le module déterminé sous sollicitation sinusoïdales ou à partir de la fonction fluage. Elles prennent en compte l'évolution in situ en la simulant par le PAV ;
- Les spécifications européennes reposent principalement sur la température de ramollissement.

Une comparaison globale des deux systèmes de spécifications peut se résumer comme suit :

CHAPITRE III : MODIFICATION DES LIANTS BITUMINEUX

Les spécifications européennes ont l'avantage de n'utiliser que du matériel simple, peu coûteux et ne nécessitant pas de personnel très spécialisé. Par contre, elles présentent plusieurs inconvénients :

- Les consistances ne sont appréciées qu'indirectement par les pénétrations et les températures de ramollissement. L'interprétation des résultats implique donc l'existence de relations biunivoques entre ces données technologiques et les propriétés rhéologiques intrinsèques des matériaux. Elle suppose également l'acquisition d'une culture générale permettant de les expliciter et de les exploiter. Cela implique, en grande partie, les difficultés rencontrées pour établir des spécifications sur les liants modifiés ;
- L'évolution in situ n'est prise en compte que de façon indirecte et quelque peu arbitraire.

Les spécifications américaines, inversement, présentent l'avantage de mesurer directement les propriétés rhéologiques intrinsèques des matériaux, mais :

- Elles nécessitent l'utilisation de matériel plus complexe, plus coûteux et du personnel plus spécialisé ;
- Leur pertinence n'est pas encore établie, en particulier en ce qui concerne l'adéquation au comportement sur chantier.
- Le critère pris en compte pour l'évaluation de la résistance à la fatigue a été largement remis en cause depuis l'établissement de ces spécifications. Il apparaît que ce critère relié à la recherche d'une minimisation de la dissipation d'énergie dans l'enrobé est surtout valable dans le cas de couches minces sur supports rigides.
- Par ailleurs, les deux critères relatifs à l'orniérage et à la fissuration thermique ne permettent pas de répondre complètement à la diversité de nature et de concentration des bitumes polymères.

Tableau III.1. Spécifications Afnor des bitumes modifiés.

Pénétrabilité à 25 °C	EN 1426	10-40 Classe 2	25-55 Classe 3	45-80 Classe 4	65-105 Classe 6	90-150 Classe 8	120-200 Classe 9
Point de ramollissement	EN 1427	70 Classe 4	65 Classe 5	60 Classe 6	55 Classe 7	50 Classe 8	45 Classe 9

NOTE : La classe de chaque caractéristique est sélectionnée en fonction des exigences ou des applications techniques en évitant toute combinaison inexploitable.

Tableau III.2. Tests rhéologiques effectués aux températures critiques du revêtement (Spécifications SHRP).

T °C	Essais	Propriété d'usage	Spécification
Haute	DSR	Orniérage	$G^* / \sin \delta \geq 1 \text{ kPa (liant frais)}$ $G^* / \sin \delta \geq 2.2 \text{ kPa (résidu RTFOT)}$
Moyenne	DSR	Fatigue	$G^* / \sin \delta \geq 5 \text{ kPa (résidu RTFOT)}$ $G^* / \sin \delta \geq MF + 1 \text{ (Résidu RTFOT + PAV)}$
Basse	BBR	Fissuration thermique	$S \leq 300 \text{ (Résidu RTFOT)}$ $S \leq MF$
	DTT		$\Delta \leq 3.0 \text{ MPa}$ $L/L_i \geq 1\%$

III.8. Conclusion

On présente dans ce chapitre le bitume modifié et les changements qu'il supporte dans ce mélange complexe, ou le polymère joue le principal rôle dans la modification pour stabilité et compatibilité de mélange et pour assurer ces derniers, aux mêmes temps l'évitée de séparation.

La solubilité de polymère dans le bitume dépend de nombreux paramètres dont le plus important sont :

- ❖ La concentration des fractions de bitume ;
- ❖ La nature, structure et la proportion des polymères ;
- ❖ La température et la durée du mélange.

Les bitumes modifiés par des polymères ou BMP, montrent une amélioration dans la résistance du bitume à des différentes températures par rapport aux bitumes purs.

Les méthodes de caractérisation de bitume soit pur ou modifié, sont différentes entre les américaines et les européennes, les américaines spécifiques sous le projet de SHRP, basé sur des systèmes sollicitation dynamique représentés le Trafic routier, contrairement les européennes spécifiques par des relations empiriques entre les performances d'enrobe et liant.

**PARTIE I : PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE**

CHAPITRE IV :

**CARATERISATION DES LIANTS
BITUMINEUX MODIFIES ET NON
MODIFIES**

CHAPITRE IV : CARACTÉRISATION DES LIANTS BITUMINEUX MODIFIÉS ET NON MODIFIÉS

IV.1. Introduction :

Nous allons présenter dans ce chapitre quelques essais expérimentales qui seront employés dans l'étude des caractéristiques des bitumes, tout d'abord les essais empiriques (classique) que permettent de classifie des bitumes ou caractériser la consistance du bitume dans des conditions différents. Ils définissent les spécifications sur lesquelles sont fondés les choix des bitumes pour les diverses application; ensuite les autres essais rhéologiques (moderne) permettent de préciser le comportement des bitumes dans une large gamme de température et de sollicitation en vue d'atteindre les meilleures conditions d'utilisation des bitumes, et par ces essais on peut de mesurer une grandeur physique définie telle que : module, complaisance, viscosité, module, ...etc. Les essais ci-après englobent des exemples à des différents essais.

IV.2. Les essais empiriques (classiques) :

IV.2.1. Essai de pénétrabilité (NF EN 1426) :

La pénétration standard d'un bitume se définit comme étant la pénétration à 25 °C, d'une aiguille normalisée, chargée de 100 g, et abandonnée durant 5s. Elle s'évalue en dixièmes de mm, que l'on appelle points (Figure IV.1).

La mesure se fait avec un appareil appelé pénétromètre (Photo IV.1). La pénétration standard est en fait la mesure de dureté qui sert de base à la classification des bitumes routiers. Ces bitumes sont caractérisés par deux nombres qui représentent les limites inférieures et supérieures de la pénétrabilité à 25°C.

La pénétration standard d'un bitume caractérise son état de viscosité à une température standard (25 °C), la température ayant une grande influence sur la dureté des bitumes, il est très important de préciser la température à laquelle l'essai est réalisé [3].

Pour mieux définir la caractéristique viscoélastique de bitume par sa susceptibilité thermique, ce dernier c'est la variation de consistance avec la température par effectuer quelques fois des essais à plusieurs températures ce qui permet de tracer une courbe de pénétrabilité en fonction de la température [11] :

$$\text{Log(Pen)} = AT + C(1)$$

Où : C c'est une constante,
T : la température (°C),

pen : la pénétration (1/10 mm).

La relation linéaire entre le logarithme de la pénétration et la température permette aussi définir l'indice de pénétrabilité « IP » par la formule suivant :

$$\frac{\Delta(\log \text{pen})}{\Delta T} = \frac{1}{50} \frac{20-IP}{10+IP} \quad (2)$$

Qui devient, si on a déterminé la susceptibilité thermique (A) :

$$IP = \frac{20-500A}{1+50A} \quad (3)$$

La détermination de coefficient(A)diffère selon deux méthodes :

- ❖ La méthode de Pfeiffer et Van Dormaal, utilise la pénétration à 25°C et le TBA par une estimation que la pénétration de bitume pur est 800 sur la température TBA « Pen (TBA)=800 », et sur la base de cette estimation, le coefficient (A) définie comme suit :

$$A = \frac{(\log \text{pen}) - \log 800}{T_{\text{test}} - T_{\text{TBA}}} \quad (4)$$

- ❖ La méthode LCPC consiste la mesure la pénétration à cinq températures, et détermine (ne calcul pas) par l'utilise de courbe de tendance, qui à la plus occasion statistiquement de passer par les cinq points [courbe log(pen) en fonction de température.

Selon le IP on peut classifie le bitume à trois catégories :

- ❖ Plus très susceptible : le IP fortement négatif (IP < -2) ;
- ❖ Moyennement susceptible : le IP est très faible (proche à 0), la plupart de bitume de cette catégorie, ces des bitumes obtenus par la distillation directe ;
- ❖ Peu susceptible : le IP nettement positif, les bitumes de cette catégorie sont bitumes soufflés.

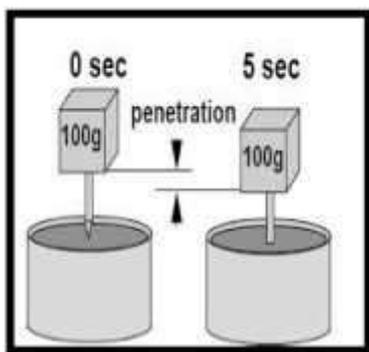


Figure IV.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille.



Photo IV.1. Pénétromètre.

IV.2.2. Essai du point de ramollissement (NF EN 14 27) :

L'essai consiste à déterminer la température (notée TBA) pour laquelle une bille d'acier normalisée traverse un échantillon de bitume maintenu dans un anneau métallique (Figure IV.2), plus la température bille - anneau est faible, plus le bitume est susceptible à la température ; et plus il est élevé plus le bitume est dur et moins susceptible.

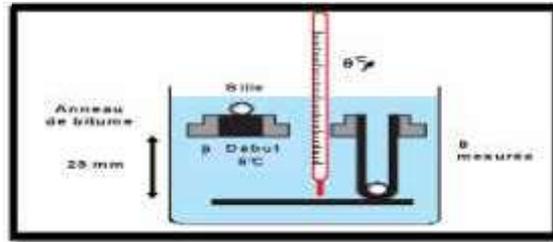


Figure IV.2. Principe de l'essai du point de ramollissement.

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

IV.2.3. La densité relative (EN 15326):

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. Elle est aussi utilisée dans la détermination des vides dans les mélanges bitumineux compactés.

Par définition, la densité relative est la proportion de la masse de n'importe quel volume du matériau à la masse d'un volume égale d'eau, les deux étant à une température spécifiée. Ainsi, une densité relative de 1.05 signifie que le matériau est 1.05 fois plus pesant que l'eau à la température indiquée [5].

IV.2.4. Point de FRAASS (EN 12593):

Le point de fragilité FRAAS est un indicateur permettant de caractériser la fragilité du bitume à basse température (Figure IV.3), il consiste à mesurer la température à laquelle apparaissent des fissures sur un film étalé sur une lame soumise à des flexions successives. Plus la température FRAAS est élevée, plus le bitume est fragile.

Cet essai permet de caractériser le maintien de l'élasticité du bitume lorsque la température baisse.



Figure IV.3. Essai de fragilité FRASS.

IV.2.6. Ductilité à 25°C (EN 13589) :

La ductilité d'un matériau bitumineux est la distance à laquelle peut être allongée une éprouvette de bitume immergée dans un bain de 25°C de température à une vitesse spécifiée de 50mm/min et ceci au moment de la rupture du filament ainsi formé. Dans le cas des bitumes modifiés l'essai réalise sur le mode force ductilité (force en fonction l'allongement) ce dernier permet de caractérisée la cohésion de bitumes.

IV. 2. 7. L'essai de retour élastique (EN 13398) :

Le retour élastique, il est applicable uniquement sur les bitumes modifiés, spécialement qui sont modifiés par élastomères tels que les caoutchoucs. Ce paramètre est un indicateur qui permet de caractériser la capacité du liant à retrouver ses caractéristiques géométriques d'origine à la suite d'une déformation. Il est déterminé aussi à l'aide de ductilimètre (Photo IV.2).



Photo IV.2. Ductilimètre.

IV.2.8. Essai RTFOT "Rolling Thin Film Oven Test" (EN 12607-1):

Cet essai est employé pour caractériser le vieillissement des bitumes à l'enrobage. En effet, lors de la fabrication d'un enrobé, les granulats chauffés aux environs de 180°C sont mis en contact avec le bitume chaud qui répartit en film mince autour du granulat, ce contact induisant un vieillissement du liant.

Pour l'essai RTFOT, dans des conditions d'essai précises, le bitume placé en film mince, est régulièrement exposé à un flux d'air chaud dont le débit est contrôlé (Figure IV.5). On mesure ensuite les propriétés habituelles du liant : pénétrabilité et température de ramollissement bille et anneau. Ces valeurs, dites après RTFOT, sont alors comparées aux valeurs initiales. Elles sont plus proches de celles du liant extrait de l'enrobé, que celles obtenues sur le bitume d'origine [2].

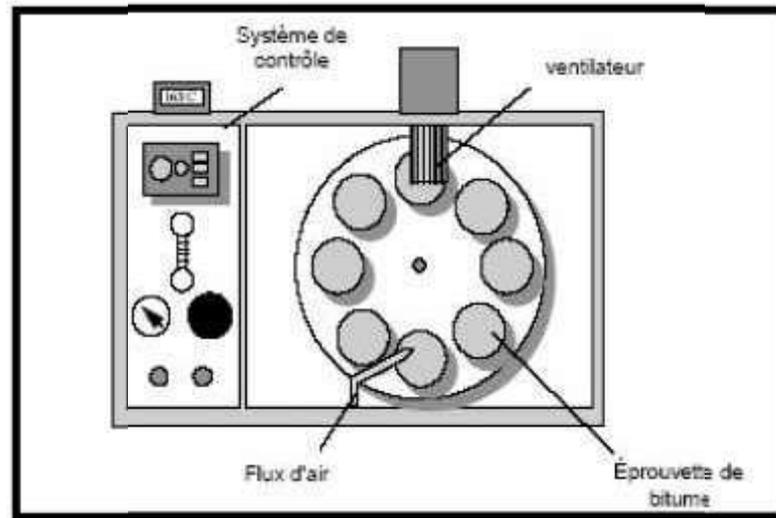


Figure IV.4. Appareil pour l'essai RTFOT.

IV.2.9. L'essai de PAV "Pressure Aging Vessel" (AASHTO PP1) :

Cet essai est employé pour permettre de caractériser le vieillissement des bitumes in-situ (après 3 à 5 années de service).

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

On mesure alors les propriétés habituelles du liant : pénétrabilité et température de ramollissement bille et anneau. Ces valeurs, dites après PAV, sont alors comparées aux valeurs initiales et aux valeurs obtenues après RTFOT [2].

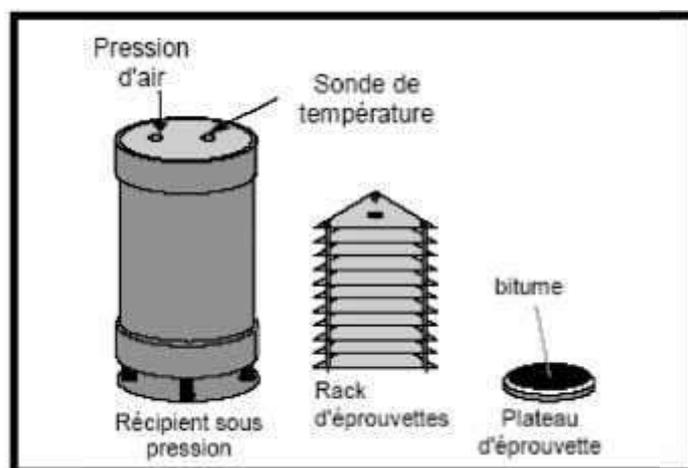


Figure IV.5. Appareil de l'essai PAV.

IV.2.10. Stabilité au stockage (EN13399) :

Cet essai assure une dispersion homogène des polymères dans les bitumes modifiés par la mesure de température de ramollissement des parties inférieure et supérieure d'un échantillon de bitume soumis aux conditions d'entreposage.

IV.3. Essais rhéologiques (mécaniques) :

IV.3.1. La viscosité dynamique "Rotational Viscometre" (EN 13702-2) :

Aux températures d'enrobage et de compactage où les liants se comportent généralement comme des fluides newtoniens, le viscosimètre rotatif Brookfield (adopté par le SHRP, norme ASTM D4402 ; qui comme son nom l'indique permet la mesure de la viscosité du bitume) a été choisi à la place du viscosimètre à tubes capillaires.

L'appareil permet des taux de cisaillement contrôlés qui sont plus proches de ceux observés pendant les opérations d'enrobage et de compactage. Comme le souligne Anderson (1994), on peut conduire des essais à différentes températures avec le même échantillon.

Les viscosimètres de type Brookfield sont des rhéomètres cylindre-cylindre. Ils permettent de mesurer la viscosité newtonienne du fluide grâce à la mesure de la vitesse de rotation et du couple appliqué.

A vitesse constante, le couple appliqué est proportionnel à la résistance sur l'axe immergé, et donc à la viscosité du fluide [12].

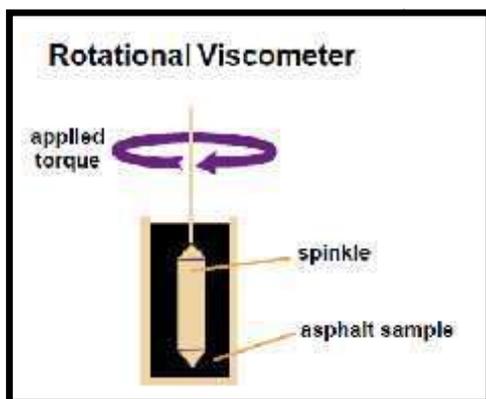


Figure IV.6. Essai de viscosité dynamique.



Photo IV.3. Viscosimètre (Brookfield) au LTPS Ghardaïa.

IV.3.2. DMA "Dynamic Mechanical Analyse" (AASHTO):

L'essai de module complexe sur les liants bitumineux ont réalisée avec un appareil Métravib sur un domaine de fréquence compris entre 6,3et 250Hz. Pour les températures compris entre -30 et +30°C, des essais de traction/compression ont été menés sur un éprouvette cylindrique (diamètre= 10mm, hauteur= 20mm). Et pour les températures dans l'intervalle +30 à +60°C, les essais réalisés ont

consisté en un cisaillement annulaire sur éprouvettes en cylindre creux (diamètre intérieur= 8mm, diamètre extérieur= 10mm, et hauteur= 20mm).

En ce qui concerne le prélèvement et la fabrication des éprouvettes :

- ❖ En traction-compression les boîtes de conditionnement des bitumes sont chauffées à 180°C maximum, pendant 30 minutes environ. L'échantillon est alors moulé avec les dimensions requière respecter l'élanement $H/D = 2$. On attend ensuite qu'il soit stabilisé à la température ambiante pendant environ 30 minutes. L'échantillon de bitume est ensuite stocké au réfrigérateur 10 minutes avant de l'introduire dans la machine pour réaliser l'essai, l'éprouvette collés sur les deux plateaux supérieures et inférieures, pour que l'éprouvette puisse bouger avec eux en traction– compression (1 cycles).
- ❖ En cisaillement annulaire, on prélève à la température ambiante, au moyen d'une spatule, un morceau de bitume qu'on installe directement dans l'anneau. Ensuite, on chauffe à 80°C pendant 10 minutes pour que l'éprouvette se mette en place. On se place alors à la température d'essai.

Le temps de stabilisation appliqué entre chaque palier de température est de 15min. [12].



Photo IV.4. Métravib au LEEGO de USTHB, Alger.

IV. 3. 3. BBR "Bending Beam Rhéomètre" (EN 14771,AASHTO TP1):

C'est un essai spécialement conçu pour effectuer des mesures fondamentales sur les liants bitumineux à basses températures. Il fournit des résultats répétables.

Pour conduire l'essai, on coule du bitume dans des moules de formes prismatiques. Puis, après refroidissement, le barreau de bitume est conditionné pendant un temps déterminé dans un bain d'alcool à une température contrôlée. On applique ensuite une charge constante de l'ordre de 1N au milieu du barreau (flexion), Au cours du chargement, on enregistre la déflexion au milieu du barreau par les capteurs LVDT1.

Le chargement et la température du barreau de bitume sont enregistrés pendant l'essai [1].

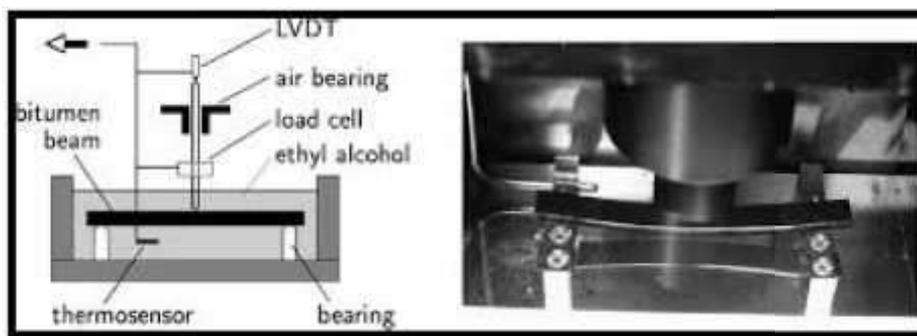


Figure IV.7. Bending Beam Rhéomètre.

IV.3.4. DSR "Rhéomètre à cisaillement dynamique" (AASHTO TP5) :

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

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

Tableau IV.1. Les essais mécaniques sur les liants[13].

Type de l'essai	But de l'essai
Dynamic Shear Rhéomètre (DSR)	Mesurer les propriétés du liant à hautes et moyennes températures
Rotational Viscometre (RV)	Mesurer les propriétés du liant à hautes températures
Bending Beam Rheometer (BBR) (Essai de flexion de poutre)	Mesurer les propriétés à Basse températures
Essai de traction directe (DTT)	Mesurer les propriétés à Basse températures

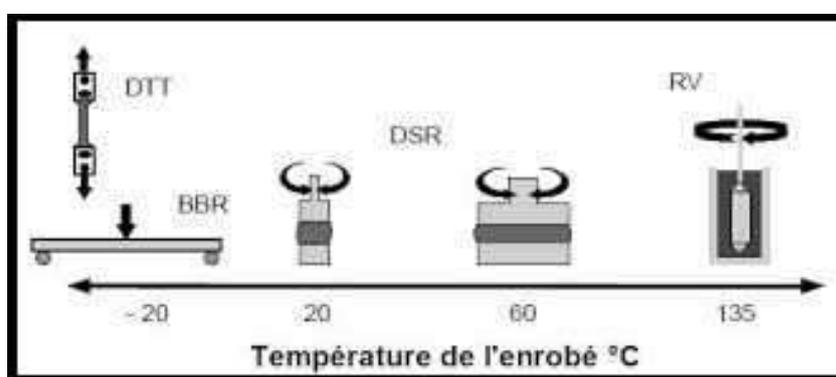


Figure IV.8. Classement des essais mécaniques sur le liant.

Tableau IV.2. Plages de température des sollicitations mécaniques et essais correspondants [13] :

Phénomène	Fissuration Fragilité	Fatigue thermique et mécanique	Orniérage	Fabrication et Mise en œuvre
Marge de températures [°C]	Basse -20	Moyenne +20	Elevée +60	Très élevée 130 à 180
Essais empiriques	Fraass	Pénétrabilité	TBA-IP Pfeiffer	RTFOT
Essais mécaniques	DDT BBR	BBR DSR DMA	Viscosité à 60°C DSR DMA	Viscosité à 135°C DSR DMA

IV.4. Conclusion :

Le bitume utilisé dans les enrobés doit être caractérisé bien pour assurer des performances de la résistance à l'orniérage, à la fatigue, au fluage, et à la fissuration thermique, ce dernier assuré par un ensemble des essais au niveau de laboratoire.

Certaines méthodes utilisent des relations empiriques pour caractériser le liant, comme le cas de la normalisation européenne, d'où d'autres utilisent des systèmes mécaniques pour évaluer l'efficacité de ces liants anti ces phénomènes, ce dernier basé sur la simulation des sollicitations dynamiques et sinusoïdales.

CHAPITRE V :
DISPOSITIF EXPERIMENTAL

CHAPITRE V : DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

V.1. Introduction :

Après le succès de la technique de bitume modifié au polymère spécialement par l'ajoute SBS, dans l'amélioration des performances et résoudre les problèmes techniques, les conditions de mise en œuvre c'est la question appartient à la surface. Le changement dans la structure colloïdale de bitume après l'ajout de polymère crée deux points peut considérer comme inconvénient, ou un effet secondaire. Le premier c'est une instabilité de la structure colloïdale lui-même (le rapport I_C), le deuxième c'est l'augmentation de la viscosité résultant à la perte des huiles absorbant par le polymère dans la phase de gonflement. C'est pour cela plusieurs chercheurs recommandent de ne dépasse pas 5% de polymère dans la modification des bitumes au but d'éviter ces phénomènes, mais à l'autre part, cette limite de polymère c'est une limite des taux d'amélioration de bitume et empêche de voir des enrobes résistant à la fissuration, fatigue, orniérage ... etc., avec les spécifications requiers.

Dans ce chapitre, on caractérise un bitume pur de grade 35/50 fortement modifiés par un SBS avec certain spécifié (voir l'annexe A) à un teneur de 5 (la limite recommande) et 7.5% (fortement modifiés) au but de prendre des valeurs meilleures sans voir les deux problèmes discuter précédemment

V.2. Caractérisations des matériaux d'expérimentations :

V.2.1. Identification de liant bitumineux :

Le liant utilisé dans notre partie expérimentale provient de la station de NAFTAL (ALGER), c'est un liant pur et pour caractériser on réalise l'ensemble des essais :

- La pénétrabilité à l'aiguille à 25°C,
- Point de ramollissement bille et anneaux (TBA),
- Viscosité dynamique à 135 °C,
- Indice de pénétrabilité par Méthode Pfeiffer et Van M....., et LCPC l'ensemble des températures (20, 25, 30, 35 et 40°C).

Tableau V.1. Résultats des essais sur le bitume pur :

	Unité	Liant	Observation
Pénétrabilité	1/10 mm	37,93	Grade de pénétrabilité : 35-50
TBA (°C)	°C	50,5	50 – 58
IP Pfeiffer Van M	-	-1.7	Négative
IP LCPC	-	2.320	Positive
Viscosité dynamique	mPa.s	1500	-
Taux de torsion	%	0.30	-
Contrainte de cisaillement	Pa	0.42	-



Photo V.1. Bitume pur.

V.2.2. Identification du polymère :

Le produit de modification c'est un l'additif le plus utilisé pour la modification des bitumes, le copolymère SBS c'est un caoutchouc synthétique dont les blocs polystyrènes sont reliés par une séquence polybutadiène : Styène, Butadiène, Styène, sous l'abréviation SBS.

Il confère notamment au bitume ses propriétés d'élasticité, de résistance au fluage, et de durabilité.



Photo V.2. Le polymère SBS utilisé.

V.2.3. Fabrication de liant modifié :

La fabrication c'est une étape très importante et l'essentielle pour la réussite de notre étude, que nécessitant un contrôle pendant l'opération sur les facteurs influant sur le mélange; ces facteurs sont :

- Température du mélange,
- Vitesse de cisaillement (agitation),
- La durée de malaxage.

On modifier le bitume pur à deux teneurs de SBS, 5% et 7.5%.

V.2.3.1. Protocole de modification :

Tout d'abord on a besoin les équipements suivants :

- Un agitateur électrique à hélice avec une vitesse de cisaillement élevée (dans notre cas c'est : 5000 tr/min) ;
- Une plaque chauffante réglable ;
- Un thermomètre digital.

Ensuite en commence maintenant dans l'opération :

- ❖ Préchauffer le bitume dans l'étuve à 140°C pendant 3- 4h.
- ❖ Placé le bitume sur la plaque chauffante qui puisse régler et contrôler la température.
- ❖ Mettre en marche le malaxeur dans le bitume à une vitesse de malaxage de à 5000 tr/min, pour crée un vortex.
- ❖ A ce moment en prépare la teneur de polymère soit 5% et 7.5%, et après ajouté là au bitume et maintenir la vitesse de malaxage en 5000tr/min pendant 1h jusqu'à dissolution complète du polymère, tout en maintenant la température à 180°C.
- ❖ On réduire la vitesse de malaxage à 500tr/min pendant 1h à 2h (Phase de maturation dans notre cas c'est 2h), la température peut être réduite à 160-180°C.
- ❖ Arrêter le une fois que la phase est bien homogène, et le mélange étant prés pour les essais.

NB : des techniques comme l'image microscopique peut utiliser pour évaluer l'homogénéité de nouveau liant, dans notre cas on observe l'évolution de TBA en fonction de temps.



Photo V.3. Modification du bitume pur.

V.3. Les essais comparatives :

V.3.1. Pénétrabilité :

On réalise cet essai sur les trois types de bitume (pur, modifier à 5% et hautement modifier à 7.5%) et mesuré la pénétration à différents températures (20, 25, 30, 35, 40°C), et à partir d'une courbe de pénétrabilité en fonction de la température on peut calculer l'indice de pénétrabilité (IP) et définir la susceptibilité thermique de chaque type de bitume.

a) Mode opératoire :

- On préparer et chauffant les échantillons et les gobelets à une température de 180°C ;
- Remplir les gobelets avec le bitume après le bien agiter pour éviter les bulles d'air puis laisser refroidir à une température ambiante pendant 90 min ;
- Mettre les gobelets remplis dans un bain marie (Photo V.4) à la température choisie pendant 90 min ;



Photo V.4. Les gobelets dans un bain marie.

- Retirer les gobelets au terme de la durée de conservation dans l'eau, placer les échantillons sous l'appareil de pénétrabilité ;



Photo V.5. Dispositif de mesure de la pénétrabilité.

- Effectuer les mesures.

NB : Le changement de température fait au niveau de bain marie.

V.3.2. Point de ramollissement :

Le but de cet essai comme on a mentionné dans le paragraphe § IV.2.2, c'est la mesure de point de ramollissement pour renseigner sur la consistance du bitume, on a lancé l'essai sur les trois types de bitume.

a) Mode opératoire

- Le bitume doit être suffisamment fluide (généralement à une température de 180°C), pour verser dans les anneaux,
- On met les deux anneaux sur une plaque enduite d'un agent démoulant de glycérine (une huile dans notre cas), remplir les anneaux avec le bitume et laisser refroidir à la température ambiante pendant 30 min.



Photo V.6. Les deux anneaux à une température ambiante.

- Et après ça on élever excédent de bitume et arasé la surface des anneaux par une spatule chaude pour que chaque échantillon soit au niveau des anneaux.
- On mettre chaque anneau sur le cercle extérieur puis dans le support et placer le bille d'acier au centre d'anneau.



Photo V.7. Position les anneaux et les billes dans le support.

- Mettre le support dans le bécher pendant 15 min, que on déjà préparer le bécher avec l'eau à une température de 5°C.
- Après 15 min, on placer le bécher sur la plaque chauffante pour lancer l'essai et à l'aide d'un thermomètre on déterminer sur a quelle température s'enfonce les deux billes d'acier à travers bitume et toucher la plaque de support, la vitesse d'échauffement c'est 5 °C/min.

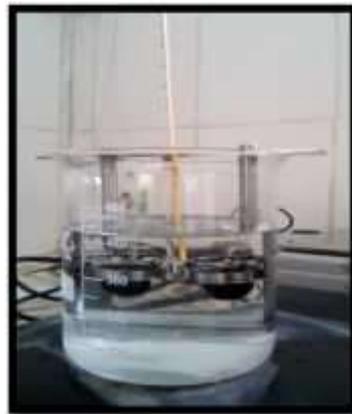


Photo V.8. Appareillage pour essai de TBA.

NB : la température de point de ramollissement, c'est la moyenne de température des deux billes toucher la plaque de support.

V.3.3. Retour élastique :

L'essai de retour élastique faire seulement sur les bitumes modifiés par des élastomères pour déterminer la capacité de bitume modifier à retrouver ses caractéristiques géométriques d'origine à la suite d'une déformation.

a) Mode opératoire

- Le bitume doit être suffisamment fluide (généralement à une température de 180°C) pour verser le bitume dans des moules d'éprouvette qu'ont déjà enduite avec un agent démoulant (huile).
- Après le refroidissement pendant 90 min, mettre les éprouvettes dans un bain marie à une température ambiante de 25°C pendant 30 min.
- On place les éprouvettes sur le ductilimètre (dispositif de traction), puis étire l'éprouvette à une vitesse de 50 mm/min jusqu'à une élongation de 200 mm noté L_0 .
- Couper le fil de bitume formé après l'opération de traction au milieu 10 mm pour obtenir deux moitiés de fils, et laisser reposer pendant 30 min afin de déterminer le retour élastique.
- Après 30 min terminée, et à l'aide d'une règle, on mesure la distance entre les extrémités des deux moitiés de fils (L_1) et calcule le retour élastique par l'équation suivante :

$$RE (\%) = (L_1 / L_0) \cdot 100$$

V.3.4. Stabilité au stockage :

On réalise cet essai sur les bitumes modifiés dans notre étude (5 et 7.5%), pour contrôler l'homogénéité et la compatibilité de bitume-SBS.

a) Mode opératoire

- Mélanger le bitume modifié afin d'homogénéiser et remplir dans les tubes d'aluminium.
- Laisser les tubes dans des conditions normalisées pendant trois jours.
- Diviser chaque tube sur trois morceaux et garder les deux morceaux supérieurs et inférieurs.



Photo V.9. Eprouvettes de l'essai stabilité au stockage.

- Faire l'essai de point de ramollissement pour que l'échantillon de la partie supérieure sur un anneau (anneau gauche) et l'autre anneau (anneau droit) avec l'échantillon de la partie inférieure.
- Comparer la température de ramollissement pour les deux parties de même tube (la différence entre TBA d'anneaux gauche et droit).

V.3.5. Viscosité dynamique :

Pour la viscosité dynamique on est réalisée à 135°C, sur les trois types de bitume, c'est la température pendant de l'opération de compactage, à l'aide de viscosimètre rotatif Brookfield pour déterminer la viscosité, taux de torsion et contrainte de cisaillement, grâce à la vitesse de rotation constante.

a) Mode opératoire

- Le bitume doit être suffisamment fluide (généralement à une température de 180°C), et remplir des tubes cylindriques avec le bitume à la quelle niveau permet la tige a immerge dans le tube.



Photo V.10. Les tubs viscosimètre (Brookfield) avec le bitume.

- Laisse les tubes refroidie pendant 1 heure, et après ça, ont placé le tube dans le viscosimètre pour lancée l'essai après régler les paramètres :
 - La température,
 - Type de tige,
 - Vitesse de rotation.
- Lancé le viscosimètre et la tige commencer à tourner dans le bitume.



Photo V.11. Dispositif de l'essai de viscosité.

- On arrêté le viscosimètre et enregistré les résultats.

V.3.6. DMA (Dynamic Mechanical Analyse) :

L'essai réalisée sur les bitume pur et bitume modifier à 7.5%, pour déterminer le module de rigidité (E) et calculer le module de cisaillement (G), ces modules permettent connaître le comportement rhéologique de notre échantillon par l'application des sollicitations en traction/compression à une température 30°C.

a) Mode opératoire :

- Le bitume doit être suffisamment fluide (généralement à une température de 180°C), pour verser dans des moules spécifiques avec élancement $H/D = 2$.
- L'échantillon est alors moulé, puis laissé à température ambiante pendant environ 30 min.
- Après l'échantillon stabilisée bien et gardée la forme. On placer l'échantillon dans la machine (Métravib) pour réaliser l'essai.

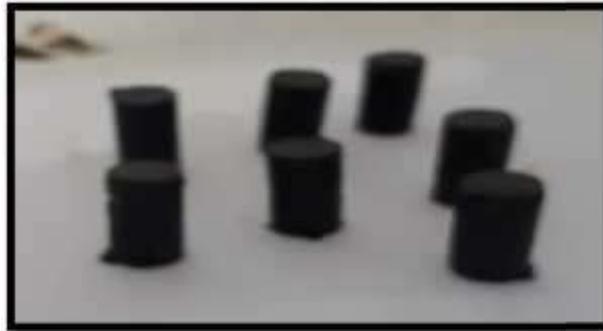


Photo V.12. Les échantillons de l'essai de DMA.

- On placer l'échantillon dans la machine (Métravib) pour réaliser l'essai.



Photo V.13. Dispositif de l'essai DMA par le Métravib.

- Le machine mesurer le E : module de Young (rigidité), et le l'angle de déphasage, et calculer le module de cisaillement (G) par la formule suivante : $E = 3G$

V.4. Conclusion :

Réalisation des essais qu'on fait dans cette étude, pour identifier le liant et analysée le comportement de bitume avant et après la modification des SBS, ils réalisée au sien des laboratoires suivants :

Pour les essais des identifications de bitume (35/50) au sien de laboratoire de TOTAL Bitume ;mais l'étape de modification par des SBS au niveau de LCTP ; pour l'essai de viscosité Brookfield au niveau de LTPS Ghardaïa et le DMA au sein de Laboratoire d'Environnement, Eau, Géomécaniques et Ouvrages à USTHB.

Les résultats obtenus à partir des essais effectués sur le bitume pur, modifie à 5% et hautement modifie à 7.5% ceux-ci seront exposés dans le chapitre qui suit avec leurs interprétations.

CHAPITRE VI :

DISCUSSION DES RESULTATS

CHAPITRE VI : DISCUSSION DES RESULTATS

VI.1. Introduction :

Dans ce chapitre on va discuter les résultats obtenus des essais qu'on a réalisé dans laboratoire sur le bitume pur 35/50 et le bitume modifié par le SBS (BMP) à 5% et 7.5%, Ces essais ont pour but d'évaluer l'influence de polymères sur la viscosité de bitume hautement modifiées.

VI.2. Pénétrabilité :

L'essai de pénétrabilité effectuée sur les trois types des bitumes : BP, BMP à 5% et BMP à 7.5% de SBS, réalise en cinq différentes températures 20, 25, 30, 35 et 40°C, et ont résumé les résultats dans le tableau suivant :

Tableau VI.1. Résultats l'essai de pénétrabilité.

Essai	Température	Pur 35/50	BMP 5 %	BMP 7,5 %
Pénétrabilité (1/10 mm)	20	24,12	16,7	16,1
	25	37,93	23,06	22,22
	30	57,1	35,3	29,56
	35	73,56	45,96	41,13
	40	90,43	67,6	55,03

Selon ces résultats on remarque que la mesure de pénétrabilité en 25°C, réduit avec l'augmentation de la teneur SBS dans le bitume, la pénétrabilité de bitume pur donne 37.93mm qui lui permet d'être classé sous la catégorie 35-50, c'est à dire que le bitume témoin c'est un bitume dur.

La décroissance de la pénétrabilité à 25°C pour les bitumes modifiés en SBS, exprime une amélioration de la consistance à température ambiante, c'est à dire que les bitumes modifiés sont plus durs comparativement au bitume témoin.

La mesure de pénétrabilité effectuée aux températures 20, 25, 30, 35 et 40°C, que résumé dans le tableau ci-dessus, la façon typique de représenter ces résultats expérimentaux est de tracer un courbe de la pénétrabilité en fonction de la température (Figure VI. 1). Les résultats obéissent à une relation linéaire de type : $P = AT + B$.

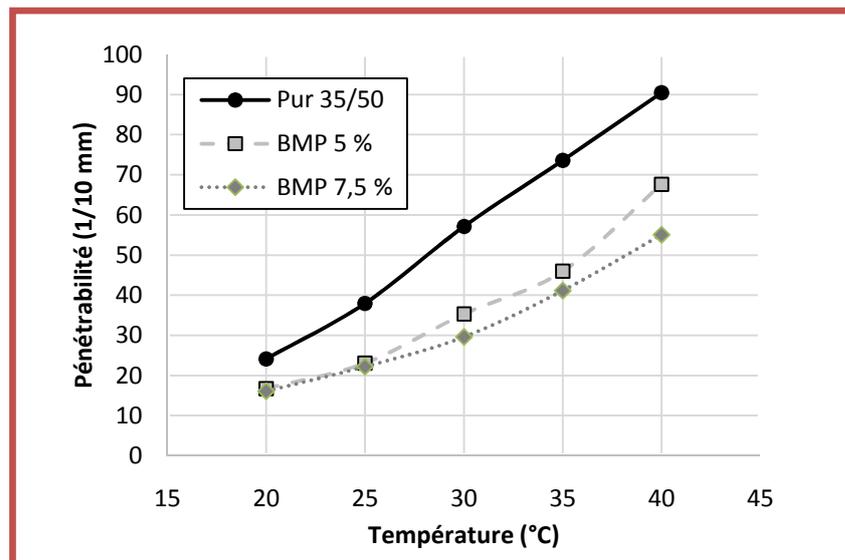


Figure VI.1. Evolution de la pénétrabilité en fonction de température.

On constate que la pénétrabilité diminue avec l'augmentation de la teneur de SBS dans le bitume. Et les courbes des trois bitumes (Figure VI.1) croissent avec la température, pour que la courbe de bitume pur augmente plus rapidement linéairement par contre on remarque que les courbes des bitumes modifiés, ils ont des symétries dans l'intervalle de 20-25°C, mais dans l'intervalle de 20-40°C, BMP à 5% augmente plus rapidement par rapport à BMP à 7.5%.

Influence de la température sur la dureté et la consistance du bitume discuté dans différentes recherches précédentes, d'où il est possible de relier ces dernières à la susceptibilité thermique des bitumes à travers un indice qui s'appelle l'indice de pénétrabilité (IP) dans l'intervalle de température donné, le tableau VI.2, représente les valeurs de l'indice de pénétrabilité par deux méthodes, LCPC et Pfeiffer :

Tableau VI.2. Valeurs de l'indice de pénétrabilité.

	Méthode	Pur 35/50	BMP 5 %	BMP 7,5 %
Indice de pénétrabilité	Pfeiffer	-1,7	0,3	2,7
	LCPC	2,320	1,928	2,848

On remarque selon ces résultats, la valeur de IP augmente avec la teneur en SBS dans la méthode Pfeiffer, ce dernier montre que le bitume pur 35-50 avec la valeur négative mesurée c'est un bitume très susceptible à la température. Et après la modification avec 5 et 7,5 % les valeurs augmentent à environ de zéro (0) pour 5 % exprime une moyenne de susceptibilité thermique et environ de trois (3) c'est à dire une faible susceptibilité thermique. Donc le SBS diminue la susceptibilité thermique du bitume.

Pour la méthode LCPC, les valeurs sont complètement différentes par rapport à Pfeiffer, toutes les valeurs sont positives, varient entre 2 et 3, expriment une faible susceptibilité thermique.

VI.3. Point de ramollissement :

Afin de caractériser le comportement des bitumes modifiés par SBS aux hautes températures, l'essai de point de ramollissement ou température de bille et anneau (TBA) ont été effectués sur les trois types de bitumes : BP, BMP à 5% et BMP à 7.5% de SBS, les résultats sont présentés au tableau VI. 3.

Tableau VI.3. Résultats de l'essai point de ramollissement.

Essai	Pur 35/50	BMP 5 %	BMP 7,5 %
TBA (°C)	50,5	65,5	82

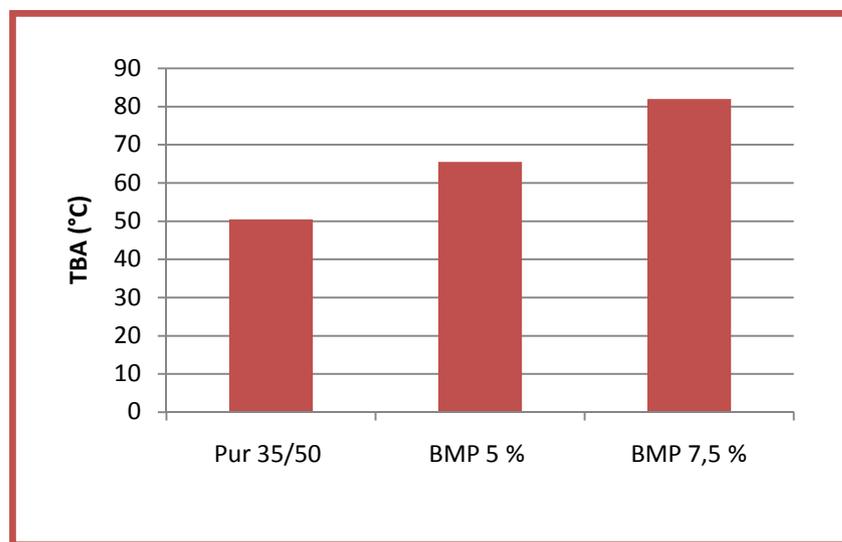


Figure VI.2. Variation de TBA en fonction de la teneur de SBS.

Selon ces résultats de figure VI. 2, on remarque que le TBA augmente avec la teneur de SBS dans le bitume, tandis que le BMP à 7.5% a le plus élevé de TBA. D'après ça on observe que le bitume à la faible valeur de pénétrabilité en 25°C (le plus dur), a le plus grand TBA.

VI.4. Retour élastique :

L'essai de retour élastique effectué seulement sur les bitumes modifiés à 5% et 7.5%, Le tableau suivant résume les résultats d'essai :

Tableau VI.4. Résultats de l'essai retour élastique.

Essai	BMP 5 %	BMP 7,5 %
Retour élastique (%)	74,2	79,5

On constate à partir les valeurs présentes dans le tableau précédent, que le BMP à 7.5% atteint la valeur le plus élevé que donne 79.5%, le BMP à 5% donne 74.2% avec une différence de 5%. Les deux valeurs sont des bonnes valeurs exprime une bonne réversibilité après le retirer chargement.

Les valeurs montrent que l'augmentation de pourcentage SBS, influence sur positivement le retour élastique, ce dernier a une relation avec le comportement mécanique élastique (élastomère) de SBS.

VI.5. Stabilité au stockage :

La réalisation de l'essai de Stabilité au stockage sur les deux bitumes modifier de SBS, 5% et 7.5%, données ces résultats que représente dans le tableau suivant :

Tableau VI.5. Résultats de l'essai stabilité au stockage.

Essai	Anneau	BMP 5 %	BMP 7,5 %
Stabilité de stockage (TBA (°C))	Anneau gauche	65	82
	Anneau droite	64	83
	Différence	1	1

Selon ces résultats on observe qu'il y a une différence acceptable (de 1°C) entre les valeurs de TBA dans les parties supérieures et inférieures des tubes, ceci montre que le bitume garde son homogénéité après trois jours de stockage.

Ont conclu que le SBS bien dispersés dans le bitume et les échantillons ne subissent pas de séparation de phase pendant le stockage.

VI.6. Viscosité dynamique :

Le tableau VI.6, que représente les résultats d'essai viscosité dynamique à 135°C, que sera sur les trois types de bitume :

Tableau VI.6. Résultats de l'essai viscosité dynamique.

Viscosité dynamique à 135 °C	Viscosité	Pur 35/50	BMP 5 %	BMP 7,5%
	Taux de torsion	1500 mPa.s	4500 mPa.s	9500 mPa.s
	Contrainte de cisaillement	0,30%	0,90%	1,90%
		0,42 Pa	1,26 Pa	2,66 Pa

D'après les résultats de cet essai, on observe que l'ajout de SBS au bitume augmente la viscosité (réduit la fluidité) des bitumes et change leur comportement de gel a fortement gel.

On mesure aussi la contrainte de cisaillement appliqué durant la mesure, on note que pour faire pivoter la tige par une vitesse de 1 tr/min, les bitumes modifiés demandent un taux de rotation et contrainte de cisaillement trois et six fois plus pour les BMP 5 et 7.5 % respectivement.

VI.7. DMA (Dynamic Mechanical Analyse) :

Le DMA (Dynamic Mechanical Analyse), réalisé sur le bitume pur et le BMP à 7.5% pour définir les modules complexe (rigidité et cisaillement) aux mêmes températures de 30°C et à différentes fréquence,

L'essai mesure le module de rigidité (Young) E^* , l'angle de phase () à différentes fréquences de chargement, et tandis que le module de cisaillement G^* que ce trouve par établir la formule suivante : $E^* = 3G^*$, les résultats de cet essai résumant dans l'annexe B.

Selon ces tableaux, les valeurs des modules E^* et G^* augmentent en parallèle avec l'augmentation de la fréquence, contrairement l'angle de phase ;

D'après la figure (VI. 3 et 4), les courbe des deux bitumes présente une augmentation de module en fonction de la fréquence, pour les deux modules E^* et G^* .

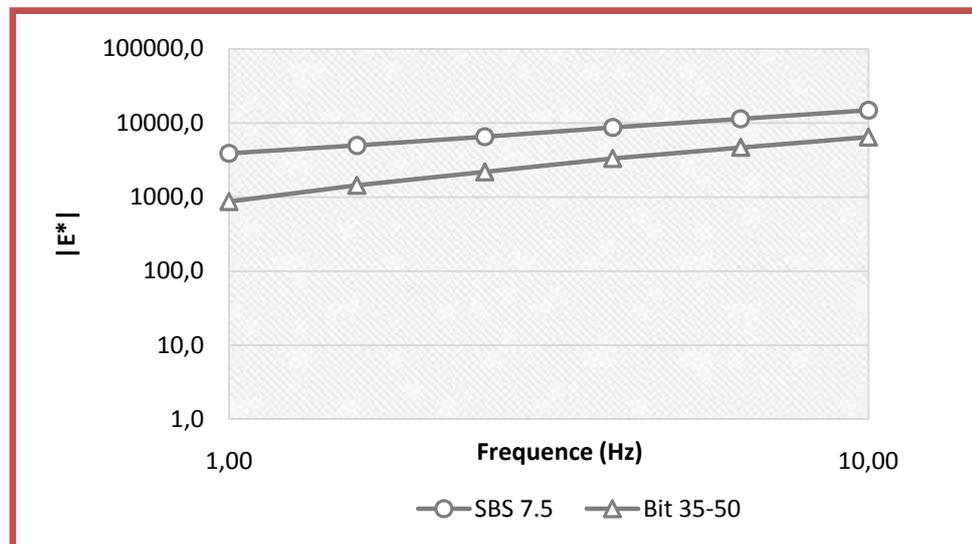


Figure VI.3. Courbe de module de rigidité (E^*) en fonction de la fréquence.

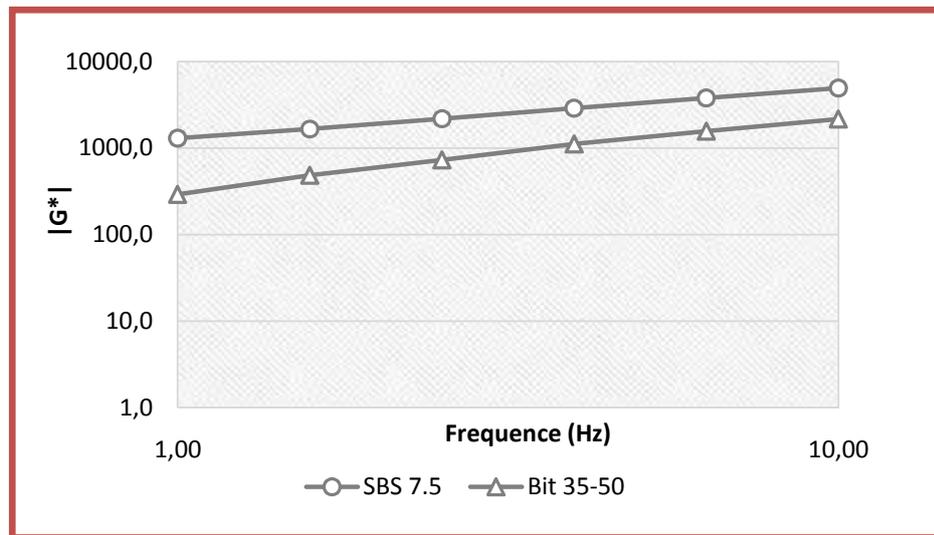


Figure VI.4. Courbe de module de cisaillement (G*) en fonction de la fréquence.

Ont conclu que l’ajout de SBS au bitume dans le bitume influent sur le module de rigidité (E*) et de cisaillement (G*), les figures VI.5. présentes un histogramme comparatif des modules de rigidité mesurés

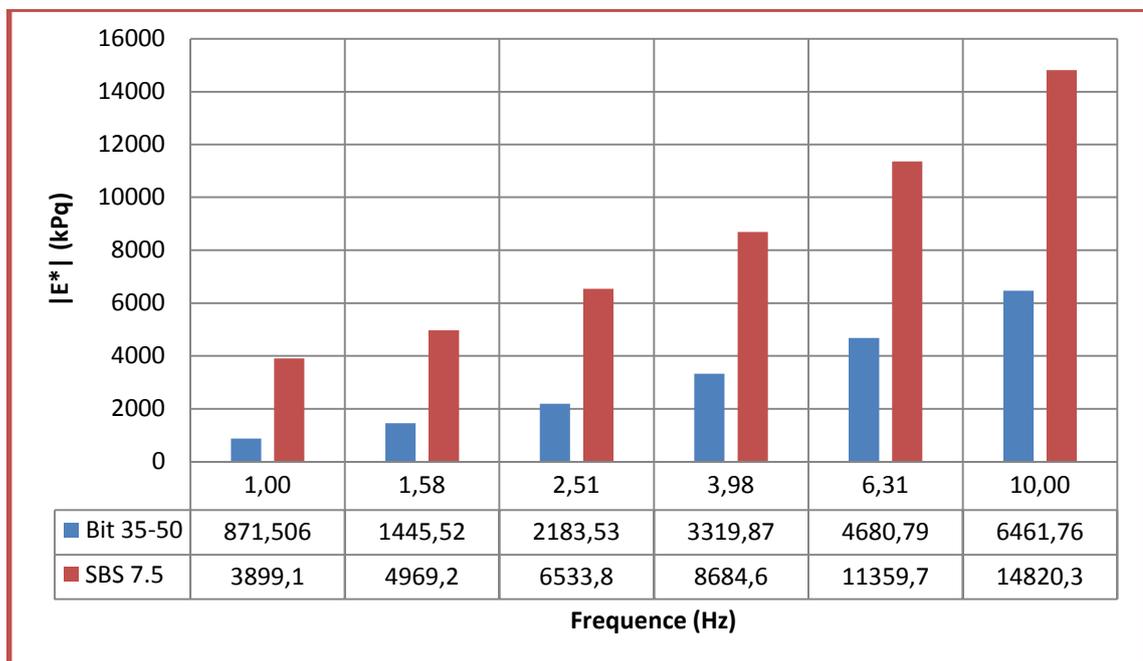


Figure VI.5. Histogramme comparatif des modules de rigidité mesurés.

L’histogramme ci-dessus présentes une comparaison entre les valeurs de modules de rigidité mesuré pour le bitume pur, et bitumes modifies, les rigidités augmentes de 2 à 4 fois plus dans les bitumes modifiés avec 7.5 % de SBS par rapport le bitume témoin dépendant à la fréquence de chargement appliqué.

VI.8. CONCLUSION

L'ajout de polymère au bitume a été toujours une technique d'amélioration des liants bitumineux, la nature de polymère, forme, comportement et caractéristiques ont été toujours des paramètres joués un rôle important dans les performances de liant modifiés sort après la modification. Généralement les différents chercheurs recommandent de ne dépasse pas le 5% comme teneur pour éviter un effet secondaire et des fois négative. Malgré ça notre travail trouve que le SBS choisi pour ce projet d'étude avec un teneur de 7.5 % présente :

- Augmentation de consistance à température ambiante (dureté de liant diminuée)
- Augmentation de consistance à température élevée (TBA arrive à 82 °C)
- Une peu susceptibilité thermique (IP positive),
- Une bonne stabilité au stockage,
- Un bon retour élastique (réversible et élastique a 79 %)
- Augmentation de viscosité c'est un effet secondaire négative,
- Amélioration de rigidité d'une façon importante.

Ces effets une relation avec le changement physique dans la structure de bitume après la modification, les polymères absorbant les huiles aromatiques et saturés compose le liant pour gonfler, ces huiles sont les composants responsables sur la viscosité, sensibilité thermique et la diminution de taux des huiles exprime une augmentation de viscosité (réduction de fluidité) et sensibilité thermique.

A l'autre part, les teneurs d'asphaltènes augmentes dans le bitume modifié, ces éléments sont des responsables sur la dureté et rigidité de bitume, donc l'augmentation d'asphaltènes c'est l'augmentation de dureté et rigidité de bitume, et c'est ça l'origine des valeurs de pénétrabilité et rigidité (DMA) et change le comportement de gel (bitume 35-50) à fortement gel (bitume 10-40 selon les spécifications françaises)

Le retour élastique et la stabilité au stockage sont des paramètres très importants pour la production des enrobés bitumineux. Augmentation de la valeur de viscosité a un effet sur la température de production d'enrobe, c'est à dire les bitumes modifiés demande une température plus élevée pour prendre une viscosité équivalente de bitume pur (généralement 180°C au lieu 160°C).

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Dans le cadre d'amélioration des performances des chaussées routières vis-à-vis des conditions climatiques et des chargements de plus en plus croissants, il vient le but de notre étude, c'est évaluation d'influence des polymères sur les caractéristiques de bitume spécialement la hautement modifié par étude expérimentale comparative entre le bitume modifie, fortement modifié et non modifie.

Les essais empiriques traditionnelles de caractériser le liant sont insuffisants pour évalue le comportement de bitume, spécialement les bitume modifier ; et les essais rhéologiques (moderne) devient remplacer et compléter les caractéristiques mécaniques qui sont applique sous le programme de grande recherche à grande échelle (SHRP).

Notre étude réalisée sur le bitume pur 35-50, bitume modifié à taux de 5% et bitume hautement modifier de 7.5%, la modification sera par le polymère SBS.

Les essais classiques que on utilise au niveau de laboratoire sont : pénétrabilité à l'aiguille, température de ramollissement Bille et Anneau (TBA), retour élastique et stabilité au stockage. Et pour le comportement rhéologique de bitume à basse de température à été étudié en réalisant : l'essai de viscosité et DMA (Dynamic Mechanical Analyse), afin d'aboutir à des résultats concluants sur l'influence des polymères sur la différente caractéristique de bitume.

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

- 1- De l'analyse des résultats obtenus pour l'essai classique sur liants testé :
 - ❖ Teneur de 7.5% SBS donne un meilleur en termes de dureté, consistance et sensibilité thermique.
 - ❖ La température de ramollissement augmente relativement avec la teneur de polymère, que la valeur de 82°C, améliorant la résistance le phénomène d'orniérage.
 - ❖ L'indice de pénétrabilité comme un paramètre d'évaluation la performance de bitume sous différentes températures, augmente avec l'ajoute de SBS à 7.5%, donc le bitume classé peu susceptible thermique.

Ces résultats montrent que le bitume modifié en 7.5%, sera bien résisté aux différentes températures.

- 2- L'ajoute de 7.5% de SBS au bitume, améliorer son retour élastique, tandis qu'offre une souplesse pour la chaussé.
- 3- Généralement le problème de bitume modifié, c'est la mauvaise dispersion des additifs dans la matrice de bitume, les recommandations menés par différents chercheurs spécifie 5 % comme

Conclusion Général

le teneur en polymère maximal pour éviter l'hétérogénéité de bitume, mais le SBS étudié à 7.5% a la capacité de former des bitumes homogène, stable et stockable.

- 4- La viscosité dynamique de bitume est relative à la teneur de SBS, l'augmentation en SBS, en générale, une augmentation de la viscosité qu'exigé une augmentation des températures de service soit au niveau pompage, malaxage et compactage.
- 5- Les résultats trouvés lors de l'essai de DMA, montre que, l'ajoute de SBS augmente les modules de rigidité et cisaillement, et diminuer l'angle de phase, ces derniers sont des paramètres très importants pour évaluer le comportement du bitume modifié par polymères vis à vis les sollicitations dynamique provoqué par le trafic routier.

Compte tenu des résultats rhéologique, peut dire que le teneur de SBS dans le bitume est un facteur très important dans le succès de technique de bitume modifié, d'autant plus qu'il améliore légèrement les caractéristiques des bitumes, tandis que la teneur 7.5% on a utilisé dans cette étude suffisant pour assurer la bonne performance de chaussé au cours de service.

Recommandations

Les recommandations suivantes peuvent être émises:

- ❖ La technique de bitume modifié par SBS très efficace pour le bitume d'adapter avec des conditions et les changements climatiques de notre région, et peut être une solution pour les défis de notre région.
- ❖ Les essais rhéologiques de projet SHRP caractérisé bien le comportement de bitume contrairement les essais empiriques de spécification européenne.
- ❖ Les températures de service des enrobés à base bitume modifié sont élevée par rapport les enrobés à base de bitume pur, et ces températures choisi vis à vis les résultats de viscosité à différentes températures.

Perspectives

C'est très important pour continuer dans ce projet d'étudier, de sorte aussi avec quelques perspectives, qui sont :

- Réalisation plus des essais rhéologiques tels que BBR et DSR pour évaluer le comportement des bitumes modifiés en différentes conditions thermiques.
- Réalisation des essais de FTIR, UV pour évaluer les changements de la structure, et l'homogénéité des bitumes modifiés.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références Bibliographiques

- [1] NGUYEN Hoai Nam, «Etude numérique de la fissuration d'un milieu viscoélastique » : Analyse de l'essai de rupture sur bitume, thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées – LAMI, 2008.
 - [2] BOUGHAMSA Wassila, « Les Bitumes Modifiés Par Des Polymères », Mémoire de magister, Université de Skikda, 2008.
- [3] SARR Moussa, « Etude du comportement des bitumes utilisés en enrobés denses au Sénégal », Projet de fin d'études, En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur de Conception, UNIVERSITÉ de Sénégal, 2003.
- [4] 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.
- [5] BAZZINE Rabia, « Influence de l'Ajoute de la Poudrette de Caoutchouc Sur la Stabilité des Enrobés Bitumineux », Mémoire de Magister, Université de Ouargla, 3013.
- [6] 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.
- [7] MERBOUH M'hammed, « Contribution a la modélisation du comportement rhéologique des enrobés bitumineux Influence des conditions extrêmes de température et de trafic en fatigue », Thèse de Doctorat, Bordeaux-1, France 2010.
- [8] N. Brinad, Rubrique 5 : Plastiques et pollution par plastique, MobiScience, 2014.
- [9] P. WEISS. La Chimie des Polymères, Université Médicale Virtuelle Francophone, 2010.
- [10] OLIVIER Martine, Introduction au SHRP Classification superpave des liants, AASHTO MP 1, COLAS Poster maquette final, 2004.
- [11] MOUTON Yves, Organic Materials in Civil Engineering, ISTE Ltd, Great Britain and United States, 2006.
 - [12] OLARD François, « Comportement Thermomécanique des Enrobés Bitumineux à Basses Températures Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé », thèse de doctorat, L'institut National des Sciences Appliquées de LYON, 2003.
- [13] KEBAILI Nabil, « L'Asphalte Caoutchouc Valorisation de La Poudrette de Caoutchouc en Domaine Routier », Thèse de doctorat, université de Ouargla, 2017.

Annexe

Fiche technique de SBS utilisé :

KRATON

K0552
Europe
5/26/2015

KRATON™ D0243 E Polymer

Data Document

Identifier : K552D0d17E

Description

Kraton D0243 E polymer is a clear, diblock copolymer based on styrene and butadiene with bound styrene of 31% mass. It is supplied from Europe in the physical form identified below.

- Kraton D0243 ET - supplied as a porous pellet dusted with talc

Kraton D0243 E is used as a modifier of bitumen or thermoplastics and in compound formulations. It is also suitable as an ingredient in formulating compounds for footwear applications and may be used in formulating adhesives, sealants and coatings.

Sales Specifications

Property	Test Method	Units	Sales Specification Range	Notes
Polystyrene Content	KM 03	%m	30.0 TO 34.0	
Antioxidant	KM 08	%m	0.35 TO 0.48	a
Total Extractables	KM 05	%m	≤ 1.0	
Volatile Matter	KM 04	%m	≤ 0.3	
Ash (ET)	ISO 247	%m	0.2 TO 0.5	

a Non-staining phenolic antioxidant

Typical Properties (These are typical values and may not routinely be measured on finished product)

Property	Test Method	Units	Typical Value	Notes
300% Modulus	ISO 37	MPa	1.0	a
Tensile Strength	ISO 37	Mpa	2	a
Specific Gravity	ISO 2781		0.94	
Vinyl content	KM03	%	≥ 35	
Hardness, Shore A	ISO 868	Shore A (10 sec)	70	a
Diblock content	n/a		75	

a Estimated value

Packaging

Kraton Polymers are available in a number of different package types. For information specific to this grade, please contact your local Kraton Polymers representative.

KRATON™ and the Kraton logo are either trademarks or registered trademarks of Kraton Corporation, or its subsidiaries or affiliates, in one or more, but not all countries.

©2016 Kraton Corporation

Résultats de DMA sur bitume pure_35-50:

N° Fichier 01dB-METRAVIB	C:\Documents and Settings\DMA\Bureau\Bitume pure_35-50.fva							
Version	Machine	6,83	1					
Date Mesure	26/04/2019							
Type de sollicitation :	Traction-compression							
Dim, (mm) :								
H = 19,77 Ø = 10,03	8							
	T	D dyn	Freq	Freq	E	E	G	
	°C	m	Hz	Hz	Pa	kPa	kPa	°
Mesure n°	1							
	30,1	1,00E-06	1,00	1,00	871506	871,506	290,50	81,17
	30,1	1,00E-06	1,58	1,58	1445520	1445,52	481,84	63,53
	30,1	1,00E-06	2,51	2,51	2183530	2183,53	727,84	73,62
	30,1	1,00E-06	3,98	3,98	3319870	3319,87	1106,62	65,64
	30,1	1,00E-06	6,31	6,31	4680790	4680,79	1560,26	69,11
	30,1	1,00E-06	10,00	10,00	6461760	6461,76	2153,92	64,44

ميكانيكية	–	لمعدنية لمكونة للطريق يتميز	يعتبر
لأخيرة، ه	هـ	بالتأكيد	ية
بتقليل حساسيتها	لأخير	لديه حساسية حرارية متوسطة	رقها حيث يتميز بكونه صلب
لبوليمير	لزفتية	لأخير	شبهها لها
		تحسين	نته صلابته.
سنة تأثيره	ين	مركبة من سترين	ل هـ
		7.5	سنة تم تعديل مو
			فتية بنسبة 5
			لتغير ميكانيكية لسلوكية للزفت.
			جرنت بأ
			هـ
			7,5
			لطريق لكنه يحمل أيضا جانب سلبي وذلك بالرفع من لزجته.
			صاحبه تحسن في سلو
			مير
			سترين
			ين
			لمفتاحية :
			لحساسية للحر
			DSR DMA
			كفياد.

Résumé

Dans l'industrie routier, le bitume est le composant nécessaire pour lier des matières minérales de la chaussées, le bitume routier a un comportement viscoélastique, and leur caractéristiques mécaniques et thermique limité, le choix de grade de bitume il dépend aux conditions climatiques de la région, a causé ces raison climatiques l'Algérie choisi le bitume 35-50 à cause de leur dureté et ces sensibilité thermique moyenne a faible, mais ce dernier il arrive à sa limite dans ces derniers année, s'impose à l'Algérie et d'autre pays d'améliore les bitumes par l'ajoute des polymères, que permettre réduire la partie sensible à température, et augmente le taux de éléments rigide et élastique.

Dans cette étude on modifie le bitume par 5et 7.5% de SBS, et étudier l'influence de polymère sur la viscosité de bitume et changements des caractéristiques mécaniques et rhéologiques.

On montre par les essais réalisés, que la teneur 7.5% de SBS, augmente la rigidité, l'élasticité et réduit la susceptibilité thermique, cette amélioration a un impact positif sur le comportement de bitume au site et aussi négatif par l'augmentation de sa viscosité.

Mots clés : bitume, polymères, SBS, viscosité, rigidité, susceptibilité thermique, DMA, DSR, Brookfield.

Abstract

The asphalt is the important component to adhesion the mineral materials of the road, of the bitumen has a the viscoelastic behavior, and mechanical and thermal characteristics limited, and the choose of the grade is in relation with the climatographic proprieties of each region, and because of this climatographic proprieties Algeria choose the bitumen 35-50 to build their roads, is hard, has a medium to low thermal sensitivity but in the last few years it reach his limits. This reason, impose at Algeria and other country similar to it in the last year to improve the pavement materials specially the bitumen, by adding the polymers that allow to reduce the thermal sensitivity, and increases its flexibility and rigidity.

In this study, we modified the asphalt by 5et 7.5% of SBS, and follow the influence of polymer on asphalt viscosity, and their mechanical and rheological characters changes.

The tests results carried out showed that adding of 7.5% by SBS, increase the rigidity, elasticity and reduce thermal susceptibility, this increase in performances followed by an amelioration in the behavior of asphalt on the road, but has a side effect on the viscosity of the bitumen.

Key words : asphalt, polymers, SBS, viscous, rigidity, thermal susceptibility, DMA, DSR, Brookfield.