

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique
Université de Ghardaïa

Laboratoire de Matériaux,
Technologie des Systèmes
Énergétiques et Environnement



Faculté des Sciences et Technologies
Département de Génie des Procédés



Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : *Génie des Procédés*

Spécialité : *Génie Chimique*

Par : Nabila BELLAOUAR Messaouda MEDDAH

Thème :

***Etude sur les Caractéristiques Physico-chimique du
Bitume Modifié par Polymère (SBS)***

Soutenu publiquement le 27/06/2019

Devant le jury :

Hamed BOUKHARAI	MCB	Univ Ghardaïa.	Président
Abderrahmane BELLAOUAR	MCA	Univ. Ghardaïa	Examineur
Abdelhakim LAKHDARI	MAA	Univ. Ghardaïa	Examineur
Farid TOUATI	MCB	Univ. Ghardaïa	Encadreur
MOHAMMED BOUCHERBA	Doctorant / ingénieur	Univ. Ouargla / LTPS Ghardaïa	Co- Encadreur

Année universitaire 2018/2019

N° d'ordre :
N° de série :

DEDICACES

Je dédie ce présent modiste travail à :

*À celle qui a inséré le goût de la vie et le sens de la
Responsabilité ma mère AICHA merci MA MÈRE.*

À celui qui a été toujours la source d'inspiration

Et de courage mon père KADA merci PAPA.

A mon cher mari pour son encouragement et leur patience

A mes enfons ANES, LOUAY, LOUDJIN et ma plus belle étoile ZIAD

A ma grand-mère Qui été toujours dans mon esprit et dans mon cœur

A mes adorables et chers sœurs : NAOEL, NASIMA, HADJER, AZZA,

CHERIFA, pour leur présences à mes côtés.

À mes frères

A mes beaux-frères MOHAMED AID, MASOUD, AMIN et HASSAN

A mes nièces et neveux DALAL, AYOUB, RIAD, SERIN, INASS, IMAD,

ILINE et la petite MARIA

A mes beaux-parents et toute la famille LACHEHEB

A toute la famille BELLAOUAR,

À mes amis sans exception.

B. NABILA



Dédicace

*A ma chère mère **Mahbouba** et ma maman deuxième **Mariam**, et mon père **Bouhafes** pour l'éducation et le grand amour dont ils m'ont entouré depuis ma naissance.*

Ainsi que pour leurs patiences et leurs sacrifices.

*A mes grands parents, **Fatna** que Dieu les garde et **Ismail** «Allah yarhmo», **Kheira** Et **Ahmed** «Allah yarhmhom».*

*A mes chers frères **Mohammed**, **Marouane**, **Ahmed**, **Ismail**,
Et a ma chère sœur **Safia**.*

A toute mes frères de l'allaitement.

*A mon cher marié **Taher**, et mes enfants **Zakaria**, **Islam Kosai**,
Houssam.*

*A mes cousins et cousines **Rachid**, **Mohammed**, **younes**, **Djihad**,
Noussa, **Hadjer**, **Tarek**, **Omar**, **Khaled** ...,*

*A toute La famille **Meddah** et **Bouhamida** et **Hadj Kouider**.*

*A ma chère proche amie **Hadjer**.*

*A ma cher collègue **Nabila** qui a contribué à la réalisation de ce
modeste travail.*

A tous mes amis

A tous ceux que j'aime

Je dédie ce travail

M.Messaouda



REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu Le Tout Puissant pour nous avoir donné le courage, la force et la volonté pour réaliser cette modeste mémoire.

Nous tenons à ce titre à remercier et à exprimer notre profonde gratitude à notre encadreur Dr FARID TOUAITI qui nous a permis grâce à ses conseils permanent de réaliser cette mémoire.

Nous tenons aussi à exprimer notre grande reconnaissance à tous les membres de jury d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

Nous exprimons toute notre gratitude au Dr MOHAMED BOUCHARBA ingénieur chargé d'étude direction technique au laboratoire des travaux publics du sud(LTPS) pour son parfait encadrement, ses précieux conseils, ses encouragements et sa disponibilité qui nous ont permis de mener à terme ce travail.

Nous remercions Mr AMIEURE ABD NACER, le directeur technique a LTPS

Nous remercions énormément Mr BELLAOUAR BRAHIM conducteur technique service noir LTPS pour son aide précieuse et sa disponibilité tout le long de notre travail

Un grand merci à mon frère BELLAOUAR TITI pour son aide et son encouragement à effectuer ce travail.

Nous remercions énormément nos professeurs pour leurs précieux conseils et aides et tous les membre de université Ghardaïa

Nos derniers remerciements et ce ne sont pas les moindres, vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour l'aboutissement de ce travail.

PRESANTATION DE L'ENTREPRISE

1. HISTORIQUE:

LTP-Sud a été créé le 12 mars 1983 par décret n° 83-186. En octobre 1989, il est devenu une entreprise autonome dont le propriétaire est le Holding Public Réalisations et Grands Travaux et en 1998, il a été transformé en filiale faisant partie du groupe LCTP.



2. DENOMINATION :

Le LTP-Sud a pour mission d'intervenir dans les domaines des Travaux Publics et du Bâtiment. En étendant son champ d'action pratiquement sur trois quart de la superficie de l'Algérie. Il est implanté dans plusieurs Wilayat, ce qui lui permet de répondre aux sollicitations de la clientèle sur la majeure partie du territoire national.

LTPS est une Entreprise Publique Economique (EPE) société par actions, à caractère commercial. Portée du système de gestion Le système de gestion du LTPS s'applique aux activités d'études, de contrôles, d'expertises, d'analyses et de développement. Le représentant de la direction.

3. DOMAINE D'ACTIVITÉ :

La caractéristique géologique de l'Algérie associée à l'étendue du territoire fait en sorte que nos ingénieurs sont confrontés à divers types de sol et de roc. L'aménagement d'infrastructures requiert leur avis dans pratiquement tous types projets :

- Etudes géotechniques routières
- Etudes géotechniques pour sol de fondation
- Etudes géologiques et géophysiques
- Etudes géométriques des tracés routiers
- Etudes techniques des petites retenues d'eau
- Etudes d'assainissement et d'A.E.P
- Contrôle et suivi de réalisations de routes, aérodromes, ouvrages d'art et bâtiments
- Contrôle des matériaux (béton, liants hydrocarbonés, granulats, eau, etc.).

4. ACTIVITE DE LABO :

Recherches appliquées, études et analyses, tous essais et contrôles relatifs aux matériaux utilisés dans les travaux publics et dans le bâtiment se rapportant au domaine , à la mise en œuvre , ainsi qu'à la stabilité et aux fondations des travaux et des constructions :

- Etudes de sol et définition des fondations
- Bâtiments et constructions socio-éducatif
- Constructions industrielles
- Constructions d'ouvrages d'art et de barrages.

- Infrastructures et ouvrages hydrauliques
- Etudes géotechniques
- Etude des glissements de terrains et leur suivi
- Etudes des POS
- Etablissement de cartes de risques
- Etude géotechnique des tracés routiers autoroutiers et de chemins de fer
- Contrôle et homologation des liants hydrocarbonés
- Contrôle des agrégats routiers ou autres
- Contrôle des ouvrages en béton hydraulique finis
- Terrassement, coups de chaussées
- Contrôle destructif et non destructif des ouvrages TP et hydraulique
- Contrôles d'infrastructures
- Tracés routiers, autoroutiers, chemins de fer , pistes d'aérodrome et tunnels
- Prospection et recherches de matériaux;
- Hydrauliques et hydrocarbonés
- Base de donnée géotechnique
- Mise en place d'une base de donnée et établissement de carte géotechniques en milieu urbain.

Liste des Tableaux

Tableaux n° 01 : Composition élémentaire du pétrole brut algérien	10
Tableaux n° 02 : Caractérisation de pétrole brut algérien par la méthode SARA.....	10
Tableaux n° 03 : Composition élémentaire des asphaltènes Algériens	10
Tableaux n° 04 : Composition chimique du bitume suivant son caractère rhéologique.....	17
Tableaux n° 05 : Catégories de bitume commerciales	18
Tableaux n° 06 : Caractérisation des bitumes purs selon la norme européenne EN 12591 [B.LOMBARDI ; 2005.....	21
Tableaux n° 07 : Spécification des bitumes purs	41
Tableaux n° 08 : Résultats de point de ramollissement des bitumes – SBS (MC).....	49
Tableaux n° 09 : Résultats de pénétrabilité des bitumes – SBS (MC).....	50
Tableaux n° 10 : Résultats de point de ramollissement des bitumes – SBS (MP).....	52
Tableaux n° 11 : Résultats de pénétrabilité des bitumes – SBS (MP).....	53

Liste des figures

Figure 01 : Fabrication des bitumes par raffinage du pétrole (schéma de principe).....	08
Figure 02 : Structure hypothétique des asphaltènes.....	12
Figure 03 : Structure d'asphaltènes.....	13
Figure 04 : Structures Aromatique	13
Figure 05 : Structure Saturé	14
Figure 06 : Schéma des séparations chimiques des constituants du bitume	14
Figure 07 : Représentation du modèle de structure colloïdale des bitumes	15
Figure 08 : Représentation schématique de Bitume structure type SOL (a) et type GEL (b)	17
Figure 09 : Pénétrömètre a : à aiguille, b : automatique.....	18
Figure 10 : Principe de l'essai de pénétrabilité du bitume	18
Figure 11 : Schéma de principe de l'essai TBA	19
Figure 12 : Essai RTFOT	20
Figure 13 : Modèle schématique de la synthèse d'un polymère	25
Figure 14 : Polymères linéaires	26
Figure 15 : Polymères ramifiés	26
Figure 16 : Polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes	27
Figure 17 : Figure à gauche bitume pur et à droite bitume modifier aux polymères.....	32
Figure 18 : Thermoplastiques.....	33
Figure 19 : Structure du caoutchouc thermoplastique (SBS).....	35
Figure 20 : Thermodurcissables.....	36
Figure 21 : Mécanismes de la dispersion d'un copolymère dans le bitume	39
Figure 22 : Echantillon de bitume pur.....	41
Figure 23 : Styrène –butadiène -styrène (SBS).....	42
Figure 24 : Formule chimique de toluène.....	42

Figure 25 : Deux anneaux remplis de bitume-SBS.....	44
Figure 26 : Echantillon de l'essai TBA sur un Bitume-SBS	45
Figure 27 : Disposition du bitume-SBS sur le guide	45
Figure 28 : Chauffage graduel des échantillons de bitume-SBS.....	46
Figure 29 : Affichage de résultats d'essai	46
Figure 30 : Principe de l'essai de pénétrabilité à l'aiguille	47
Figure 31 : Pénétration de l'aiguille.....	47
Figure 32 : Variation de point de ramollissement de bitume modifié par SBS en fonction des jours	50
Figure 33 : Variation de pénétrabilité en fonction de la teneur en SBS.....	51
Figure 34 : Variation de point de ramollissement en fonction de la teneur en SBS.....	52
Figure 35 : Variation de la pénétrabilité en fonction de la teneur en SBS.....	54
Figure 36 : Variation de TBA entre la méthode chimique et physique du bitume modifié par SBS.....	55
Figure 37 : Variation de pénétrabilité entre la méthode chimique et physique du bitume modifié par SBS.....	55

Liste Abréviations

APP : Polypropylène Atactique
BMP : Bitume Modifié par Polymère
CPA : Copolymères Polyester-Polyamide
CPE : Copolymères Polyesters
CR : Polychloroprène
DMTA : Analyse Thermomécaniques Dynamiques
EMA: Ethylène Méthacrylate
EVA : Ethylène Vinyle Acétate
FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
IC : Indice stabilité Colloïde selon Gaestel (Gastel C. et al. 1971) :
IP : Indice de Pénétrabilité
IPP : Polypropylène Iso Tactique
IR : Poly Isoprène
NBR : Copolymère Acrylonitrile Butadiène
NC : Caoutchoucs Naturels
VF EN : Version Française de la Norme Européenne
NF : Norme Française
NR : Caoutchouc Naturel
PE : Polyéthylène
Pen : Pénétrabilité
PS : Polystyrène:
PVC : Chlorure de Polyvinyle
RTFOT : Rolling Thin Film Oven Test
SARA : Saturés-Aromatiques-Résines-Asphaltènes
SBC : Caoutchouc Styrène- Butadiène
SBR : Copolymère Butadiène Styrène
SIS : Styrène Isoprène
SBS : Styrène- Butadiène- Styrène
TBA : Température du Point de Ramollissement « méthode billes et anneaux »
TPE : Élastomères Thermoplastiques
Tg : Température de Transition Vitreuse
TPO : Dérivés des Polyoléfines
TPU : Polyuréthanes Thermoplastiques

SOMMAIRE

I-Dédicace	
II-Remerciement	
III-PRESANTATION DE L'ENTREPRISE	
IV-Liste des tableaux	
V-Liste des figures	
VI-Liste d'abréviation	
VII-Sommaire	
VIII-INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I: Bitume purs	
I-1. Introduction	5
I-2. Définition	5
I-3. Origine et fabrication :	6
I-3.1. Distillation atmosphérique :	7
I-3.2. Distillation sous vide :	7
I-3.3. : Désasphaltage :	7
I-3.4. Soufflage :	7
I-4. Différents types de bitumes :	9
I-4.1.Bitumes purs :	9
I-4.2. Cut-backs :	9
I-4.3. Émulsions :	9
I-5. Bitume en Algérie :	9
I-6. Structure chimique :	10
I-6.1. Asphaltènes :	11
I-6.2. Maltènes :	12
I-6.3. Caractérisation et séparation des différentes familles :	14
I-7. Structure colloïdale du bitume :	15
I-7.1. Organisation structurale du bitume :	15
I-7.2 Description de la structure Sol/Gel d'un bitume :	16
I-8. Caractérisation du bitume :	17
I-8.1. Caractérisation classique :	17
I-8.1.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille (NF T66-004) :	18
I-8.1.2. Point de ramollissement bille et anneau (NFT66-008) :	18
I-8.1.3. Essai RTFOT (NF T 66-032) :	19

CHAPITRE II: Polymères

II-1. Introduction	23
II-2. Historique.	24
II-3. Définition :	24
II-4. Structure des polymères	25
II-4.1. Polymères linéaires	25
II-4.2. Polymères ramifiés	26
II-4.3. Polymères réticulés	26
II-5. Domaines d'utilisation :	27
II-5.1 Différentes classes de polymères :	27
II-6. Classification selon l'origine :	28
II-6.1. Classification selon la structure chimique :	28
II-6.2. Classification selon le comportement thermique :	28
II-6.3. Classification selon l'importance économique :	29

CHAPITRE III: Bitume modifié par polymère

III-1. Introduction	31
III-2. Nécessité de modification des liants bitumineux	32
III-3. Principaux types de bitume-polymères	32
III-4. Différents types de polymères utilisés pour La modification des bitumes	33
III-4.1. Polymères thermoplastiques	33
III-4.2. Caoutchoucs naturels et synthétiques :	34
III-4.3. Caoutchoucs thermoplastiques :	34
III-4.4. Polymères thermodurcissables :	35
III-5. Compatibilité des mélanges bitume-polymères :	36
III-6. Fabrication des bitumes modifiés avec des polymères :	37
III-7. Mécanisme de modification :	38
III-8. Domaines d'utilisation :	39

CHAPITRE IV: Partie expérimentale

IV-1. Introduction	41
IV-2. Matériaux :	41
IV-3. Méthode de chimie de modification de bitume :	43
IV-4. Méthode physique de modification des bitumes par polymère :	43
IV-5. Caractérisation des échantillons de bitumes modifiés par des polymères :	44
IV-5.1. Essai de la température Bille Anneau (TBA) (NF EN 1427) :	44
IV-5.2. Essai de la pénétrabilité (NF EN 1426) :	46

CHAPITRE V: Résultat et discussions

V-1. Introduction	49
V-2. Bitume modifié par la méthode chimique :	49
V-2.1. Point de ramollissement :	49
V-2.2. Pénétrabilité :	50
V-3. Bitume modifié par la méthode physique :	52
V-3.1. : Point de ramollissement :	52
V-3.2. Pénétrabilité :	53
V-4. Discussion Comparative	54
V-4.1. Point de ramollissement :	54
V-4.2. Pénétrabilité :	55
Conclusions et recommandations	58
Références Bibliographiques	60
Résumé	

INTRODUCTION GENERALE

Connu depuis la plus Antiquité, le bitume a toujours été utilisé pour ses qualités d'adhésivité, d'imperméabilité, d'élasticité : matière premier pour la confection de coupes ou statuettes, ciment dans la construction de bâtiments et comme mastic pour lutter contre les infiltrations d'eau. Mais ce n'est qu'au XIXe siècle qu'apparurent les premiers trottoirs asphaltes de paris, et en 1925 commence l'emploi des produits bitumineux sur les routes françaises.

Actuellement les bitumes sont surtout utilisés les revêtements routier ou autoroutiers, piste d'aéroport, terrains de sport et toitures d'étanchéité. Leur consommation en France s'élève pour atteindre environ 2.5 millions de tonnes par ans.

Longtemps considéré comme un résidu, le bitume et cependant devenu peu à peu un produit plus technique faisant même l'objet de nombreuses recherches. Cet intérêt technique est lié, d'une part au développement de laboratoires, que ce soit au sein des entreprises, des compagnies pétrolières ou encore de l'administration, qui ont permis de distinguer les liants en fonction de leur application, d'autre part à l'accroissement du trafic et l'augmentation des sollicitation des revêtement: les bitumes proposés ne suffisaient pas pour répondre aux exigences et des produits plus performants étaient nécessaires.

Le développement des macromoléculaire, dans les années 60, à inciter les chercheurs à introduire des polymères dans les bitumes. Depuis une vingtaine d'années, nombre de chaussées ont été recouvertes en liant modifié par des polymères avant même qu'on comprenne de la modification. Parallèlement, cependant, les recherches menées aux laboratoires ont été souvent fructueuses, mettant notamment en évidence l'intérêt de l'adjonction des polymères dans les bitumes, que ce soit par des essais classiques ou spécifiques (augmentation de l'intervalle des températures d'utilisation, des durées de vie de la chaussée, et de la souplesse du revêtement). La méthode de fabrication de ces nouveaux liants est basée sur un mécanisme de gonflement de polymère dans la structure de bitume, ce mécanisme posé de limites telles que la nécessité d'un polymère gonflable, une énergie thermique élevée pour chauffer le polymère à une température supérieure ou égal à la température transition vitreuse (T_g) et la durée de modification qui arriver des fois jusqu'à 4 heures. Ce genre de modification consommé une énergie très grande pour améliorer les bitumes par des polymères

L'objectif de notre étude c'est la recherche dans une nouvelle méthode de modification qui consommé moins d'énergie et donne même efficacité, et c'est pour cela on a basé sur la solubilité de polymère comme l'SBS (copolymères de styrène butadiène styrène) de forme poudre dans un solvant comme le toluène et ajouter au bitume pur et suivre l'évolution de ces caractéristiques comparativement au un bitume modifié avec l'ancienne méthode qui basé sur l'énergie thermique pour modifier le bitume.

Sur la base des résultats on peut évaluer la méthode nous proposons et répondre à la question : Es que la solubilité d'un polymère dans un solvant peut être efficace pour améliorer le bitume ?

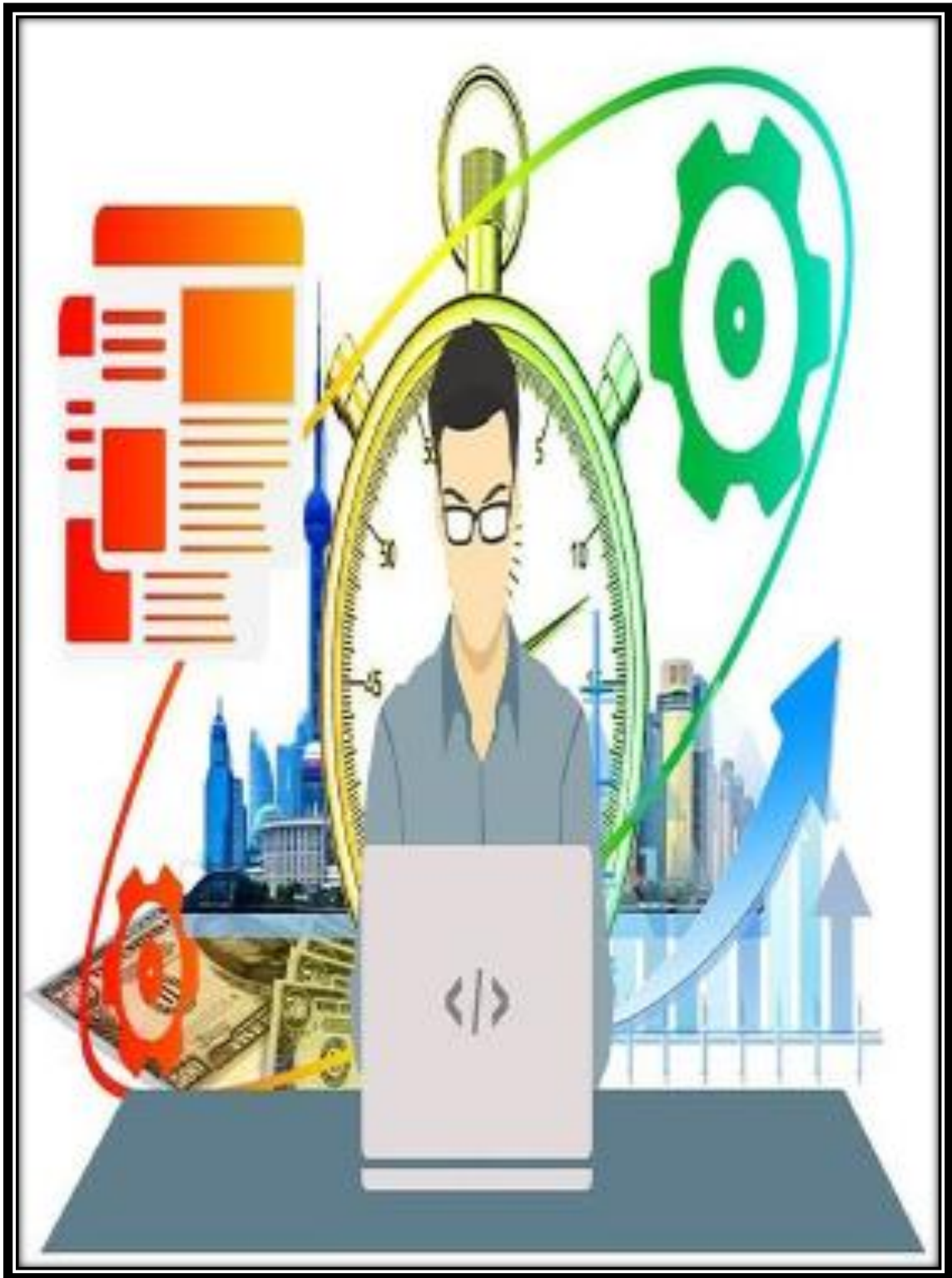
La réponse au ce question fait le bute de cette mémoire master qui est composée de :

- Chapitre 1, présente des rappels bibliographiques englobant des généralités sur les bitumes, leur origine et fabrication, leur différents types, la structure chimique, et leurs propriétés physico-chimiques.
- Chapitre 2, présente une généralité sur les polymères, c'est quoi un polymère, leurs structure, leurs domaines d'utilisation ainsi que leur classification, leur comportement thermique et mécanique.
- Chapitre 3, présente la modification des bitumes, dans ce chapitre en présente des notion général sur les bitume modifiés par polymère, la nécessité de modification, les principaux type de bitumes-polymère, les différentes agents de modification d'une part, et d'autre part leur fabrication, et leur mécanisme de modification, ainsi que leur domaine d'utilisation.
- Chapitre 4, présente la partie expérimentale une description des matériaux choisis, du matériel utilisé et de la méthodologie suivie pour étudier les des différents caractéristiques dans la méthode chimique et la méthode physique des composant.
- La dernière partie exprime l'analyse et interprétation des résultats obtenus dans la méthode chimique de la variation des propriétés des bitumes modifie par l'SBS en fonction de temps ainsi que l'identification des caractéristiques dans la méthode physique.

On terminer par conclusion général résumé les divers points qui sont ressortis depuis ce travail, et les recommandations et des perspectives pour les travaux futurs.

Synthèse Bibliographie

BITUME PURS



I-1. Introduction

Le bitume est un matériau exploité depuis toujours pour ses qualités d'adhésivité et d'étanchéité. De l'arche de noé aux citernes d'Egypte, des jardins de babylone aux navires grecs et romains, nombreuses sont les civilisations qui ont su l'utiliser. Selon l'ancien testament, c'est lui qui a été utilisé pour calfater l'arche de noé et le berceau de moïse. Ababylone, l'étanchéité des terrasses, des palais et des jardins suspendus était assurée par du bitume. Les Egyptiens s'en servaient pour recouvrir les voies sacrées des temples, colmater canaux, digues et citernes.[1]

En France, dès la fin du XVIIIème siècle, le bitume a été exploité pour les encres d'imprimerie, pour l'étanchéité des fortifications ou encore le graissage des essieux de canon.

Au début des années 1820, il sert de revêtement pour les trottoirs et les rues de Paris et de Londres : c'est le début d'une longue histoire entre le bitume et les voies de circulation. Aujourd'hui, c'est plus de 85 % de la production française de bitume qui est utilisée pour la construction des routes et des voiries urbaines.[1]

Durable et recyclable, le bitume est aujourd'hui le matériau de référence en construction comme en entretien de routes. L'industrie routière a, au fil des années, développé des enrobés bitumineux de plus en plus performants : enrobés acoustiques qui réduisent le bruit de roulement ; enrobés « anti-orniérants » qui permettent de supporter le trafic lourd sans déformation de la chaussée ; enrobés à haute adhérence qui permettent de réduire les distances de freinage ; enrobés colorés ; enrobés intégrant de l'oxyde de titane permettant de catalyser la transformation en nitrates des oxydes d'azote dégagés par les gaz d'échappement, etc. Les techniques d'utilisation du bitume relèvent souvent de hautes technologies ; les entreprises françaises jouent, au niveau mondial, un rôle de premier plan dans ces innovations. [1]

I-2. Définition

C'est un mélange complexe d'hydrocarbures naturels non volatils de poids moléculaire élevé, appartenant en majorité aux groupes aliphatiques à chaînes linéaires ou ramifiées, naphéniques ou cycliques et saturés. Il contient en moyenne 80 à 85 % de carbone, 10 à 15 % d'hydrogène, 2 à 3 % d'oxygène et, en moindre quantité, du soufre et de l'azote ainsi que divers métaux à l'état de traces, mais liés chimiquement aux molécules les plus lourdes. A la température ambiante, il est très visqueux, presque solide, et présente deux caractéristiques

importantes : c'est un agglomérant à fort pouvoir adhésif, en particulier sur les minéraux destinés aux ouvrages, et il est totalement imperméable à l'eau.

Ces propriétés sont exploitées dans la construction routière, sa principale utilisation, où il fournit le liant pour les enrobés, et dans diverses applications pour les travaux publics et l'industrie qui mettent principalement à profit son étanchéité pour les toitures, les terrasses ou les bassins [2].

I-3. Origine et fabrication :

L'usage du bitume remonte à l'aube de notre histoire et les récits de l'Antiquité sont riches en références à ce matériau dont les anciens Egyptiens se servaient pour calfater les embarcations, construire les édifices et... préparer les momies. Les Grecs et les Romains, qui en connaissaient l'usage, l'avaient baptisé respectivement "asphaltos" et "bitumen". Les deux mots existent encore aujourd'hui sous des formes très proches (asphalte, asphalt, bitume, bitumen...) dans les langues occidentales modernes. En français, le mot bitume désigne à l'origine un produit dérivé du pétrole, présent à l'état naturel sous forme suintante (Mexique, Venezuela, Trinidad...), dans des dépôts sous forme d'amas ou en imprégnation dans des roches poreuses (Madagascar, Pont-du-Château en France...). L'asphalte désigne, également à l'origine, des roches calcaires, où le bitume est présent, généralement dans la proportion de 8 à 10 %, quelque fois davantage. Asphalté et bitume sont donc à l'origine des produits naturels associés à l'huile de pierre (pétrole). Les bitumes et les asphaltes naturels ne sont plus guère utilisés, sinon occasionnellement en tant qu'additifs pour enrichir le bitume, désormais obtenu par raffinage du pétrole.

Le bitume utilisé de nos jours est obtenu par traitement de certains pétroles bruts, appelés "bruts à bitume", dont il constitue la partie la plus dense et la plus visqueuse, Sur les 1 300 bruts environ référencés dans le monde, seuls 10 % sont choisis par les pétroliers pour la fabrication du bitume. [2]

Le bitume est obtenu en fractionnant le pétrole brut par distillation atmosphérique puis "sous-
vide".

I-3.1. Distillation atmosphérique :

Cette étape permet de séparer le pétrole brut en coupes d'hydrocarbures. En effet, celui-ci est composé de différents hydrocarbures conduisant à diverses utilisations (kérosène, asphalte, bitume...). La séparation des différents constituants est faite selon leur volatilité. La phase vapeur est éliminée et condensée. La fraction lourde, restant en fond de colonne constitue le résidu de distillation atmosphérique (fioul lourd).[3]

I-3.2. Distillation sous vide :

La pression réduite (4 à 5 kPa en tête, 13 kPa en fond) qui règne à l'intérieur de la tour de distillation, permet de poursuivre la séparation des constituants du pétrole sans les dégrader thermiquement. Les soutirages latéraux donnent des distillats qui constituent les bases pour l'industrie de la lubrification. Plus le point de prélèvement est proche du fond de tour, plus la viscosité du distillat est forte. Enfin, en fond de tour, du fioul lourd ou du bitume est recueilli suivant les conditions de marche de cet équipement. En effet, pour fabriquer du bitume par distillation il faut à la fois que les deux conditions suivantes soient réunies : [3]

- Utilisation d'un brut à bitume dans le cocktail à distiller
- Conditions de fonctionnement (température et pression réduite) qui permettent d'atteindre le point de coup correspondant

I-3.3. : Désasphaltage :

Ce procédé est destiné à traiter des bruts à huiles peu chargées en bitume, qui donneraient un trop faible rendement en fond de tour sous vide. Il consiste à précipiter le bitume à l'aide de propane liquide. La précipitation est réalisée dans une tour d'une dizaine de mètres de hauteur en mélangeant 6 à 10 volumes de propane avec un volume de «fond sous vide». La réaction se fait à une température variant de 45°C à 75°C sous forte pression pour maintenir le propane en phase liquide. En tête de tour, le propane emporte l'huile désasphaltée et en fond, le résidu dit de «désasphaltage» qui est évacué, contient encore du propane. Les deux courants doivent subir un dégazage avant de partir vers leur stockage. [3]

I-3.4. Soufflage :

La rectification à l'air consiste à traiter un résidu atmosphérique donné dans une unité dite «d'oxydation» pour le durcir. L'opération se déroule dans une tour à oxyder ou tour de

soufflage, le plus souvent en mode dit «continu».

Le résidu, porté à une température comprise entre 250°C et 280°C, est traversé par un fort débit d'air. très nombreuses réactions chimiques qui se déroulent au sein de la charge sont globalement de trois types :

- déshydrogénation de certains sites moléculaires
- condensation moléculaire
- craquage thermique des liaisons les moins stables

Le bitume soutire de l'unité présente une viscosité plus élevée que celle de la charge. Au cours de l'oxydation, les molécules d'asphaltenés se condensent et les molécules appartenant à la famille dite des «résines», font de même. Ces condensations entraînent d'une part une augmentation de la concentration en asphaltènes et de la masse molaire des asphalténés et des résines, et d'autre part une réduction de la teneur en résines par transformation de certaines de ces dernières en asphaltènes. Le bitume ainsi obtenu est nettement plus structure et de ce fait présente une moindre sensibilité à la température. [3]

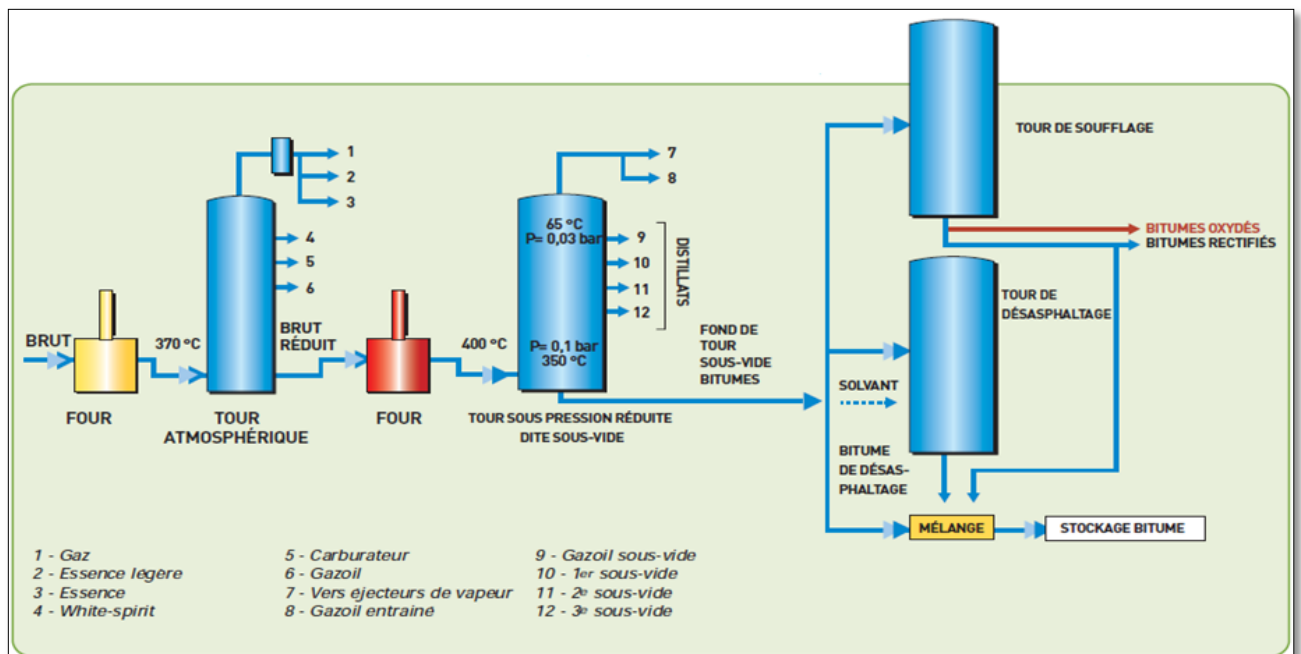


Fig : n°1 : Fabrication des bitumes par raffinage du pétrole (schéma de principe) [2,4]

I-4. Différents types de bitumes :

I-4.1. 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 [5]

Il existe plusieurs types de classes [5]

- Bitumes très durs (20/30)
- Bitumes durs (35/50)
- Bitumes semi-durs (50/70)
- Bitumes semi-mous (70/100)
- Bitumes mous (160/220)
- Bitumes très mous (300/350).

I-4.2. 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 [5].

I-4.3. 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. Ce n'est pas le cas des cut-backs [5].

I-5. 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 pour en 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.

Le 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. [5]

La composition élémentaire de pétrole brut algérien est donnée dans les tableaux ci- dessous :

Tableau 1 : Composition élémentaire du pétrole brut Algérien [6]

Pétrole (gisement) Algérie	Teneur en asphaltènes	C	H	S	O	N
	0.75 %	85.48	12.84	0.19	0.80	0.14

Tableau 2 : Caractérisation de pétrole brut algérien par la méthode SARA [6]

Pétrole (gisement) Algérie	Saturés	Aromatiques	Résines	Asphaltènes
	48.205	26.565	24.479	0.750

Tableau 3 : Composition élémentaire des asphaltènes Algériens [6]

Asphaltènes Algérie	C	H	S	O	N	C : H
	87.87	7.80	0.42	2.70	0.56	11.26

I-6. Structure chimique :

Le bitume est un corps noir. C'est, aux températures supérieures à 100°C, un liquide plus ou moins visqueux suivant son origine et sa préparation. Utilisable tel quel, sa viscosité peut être réduite par ajout de fluxant (terme utilisé lors de l'ajout de produits pétrochimiques), de fluidifiants (terme utilisé lors de l'ajout de produits carbochimiques) ou par émulsification

dans l'eau. Le bitume ne possède pas de température de fusion. L'état « liquide » et l'état « solide » sont séparés par un domaine de ramollissement pâteux, étalé sur une plage de température d'environ 100°C.

D'un point de vue chimique, le bitume est un corps hydrocarboné, composé de 80 à 87 % en masse d'atomes de carbone (en moyenne 83 %), de 8 à 12 % d'atomes d'hydrogène (en moyenne 10 %) et d'hétéroatomes. L'oxygène, l'azote et surtout le soufre représentent globalement, en moyenne 7 % du bitume. D'autres éléments, tels que le fer, le vanadium, le nickel, l'aluminium et le silicium sont aussi présents dans sa composition, à l'état de traces.

Le nombre important de molécules différentes constituant le bitume rend une détermination précise de sa composition chimique impossible. En première approximation, le bitume est divisé en 2 familles d'hydrocarbures : les maltènes et les asphaltènes. Les maltènes sont, par définition, solubles dans un hydrocarbure de faible poids moléculaire généralement le n-heptane, tandis que les asphaltènes, par définition, précipitent dans ce solvant mais sont solubles dans le toluène. A ces deux familles s'ajoutent parfois 0 à 2 % de carboïdes et 0 à 0,2 % de carbènes.[7]

I-6.1. Asphaltènes :

Les asphaltènes constituent la fraction la plus condensée du bitume [8,9]. Lorsque ces asphaltènes sont séparés du bitume par précipitation, ils se présentent sous la forme d'un solide dur et friable [8, 10,9], de couleur brun-noir [10,11] dont le point de ramollissement est assez élevé, compris entre 150 et 200 °C. Les asphaltènes peuvent représenter jusqu'à 30% du bitume [12]. Pour un bitume de distillation direct [13] ou à usage routier [11] leur quantité est estimée à moins de 20%. Les asphaltènes sont constitués de carbone et d'hydrogène avec un rapport H/C généralement égale à 1,1 mais aussi d'azote, d'oxygène et jusqu'à 10% de soufre [8]. Les métaux sont également présents dans les asphaltènes, essentiellement du nickel, du fer et du vanadium [8,13].

La masse moléculaire des asphaltènes est élevée et varie selon la méthode utilisée. Néanmoins, d'après plusieurs chercheurs [11, 12, 10,13], elle varie dans une fourchette de 800 à 300000g/mol. Leur taille varie de 5 à 30nm [11].

Les asphaltènes peuvent être précipités par n-hexane ou par le n-heptane. Afin d'uniformiser leur obtention, la norme T 60-115 a normalisé leur précipitation par le n-heptane [14].

Les asphaltènes sont essentiellement composés d'atomes de carbone et d'hydrogène. Des études RMN [11] ont permis d'évaluer le rapport C/H à 1,1, et ont montré que près de 40 % des atomes de carbone sont inclus dans des cycles aromatiques et 90 % des atomes d'hydrogène sont portés par un carbone saturé. La concentration en hétéroatomes est élevée (N : 0,5-0,7 %, O : 1,5-5 %, S : 1,6-10 %)

Comme la composition globale des bitumes, la composition et la structure des asphaltènes sont différentes suivant le mode de fabrication du bitume. En effet, les asphaltènes résultent d'une polycondensation de monomères qui a lieu en deux temps : tout d'abord, dans le pétrole brut, au cours de l'évolution géologique, et ensuite lors de la production du bitume. Par ailleurs, les asphaltènes d'un bitume soufflé sont différents de ceux d'un bitume issu de distillation directe [15]. Une structure hypothétique d'asphaltènes est donnée dans la Figure 2.

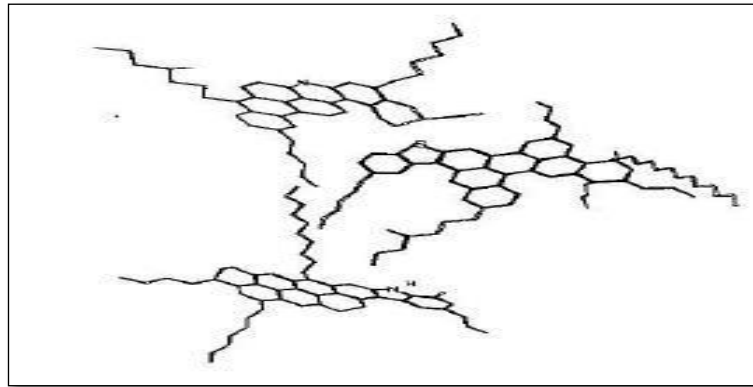


Fig : n°2: Structure hypothétique des asphaltènes [6]

I-6.2. Maltènes :

Les maltènes, constituants principaux du bitume, représentent la fraction la plus légère. Ils contiennent 3 familles chimiques de masse moléculaire croissante :

➤ Les huiles saturées, légèrement colorées, de masse molaire moyenne de 300 à 600 g/mol, sont liquides à température ambiante. Elles sont composées de paraffines, d'isoparaffines, de cycloparaffines et de naphènes éventuellement condensés et ne contiennent aucune structure aromatique. D'après Lesueur et Planche [16], ces huiles saturées ont un effet néfaste sur le bitume pour une utilisation en technique routière. En effet, elles induisent des problèmes d'adhésivité liants-granulats ainsi qu'une forte susceptibilité thermique. Leur cristallisation à froid fragilise le matériau [17].

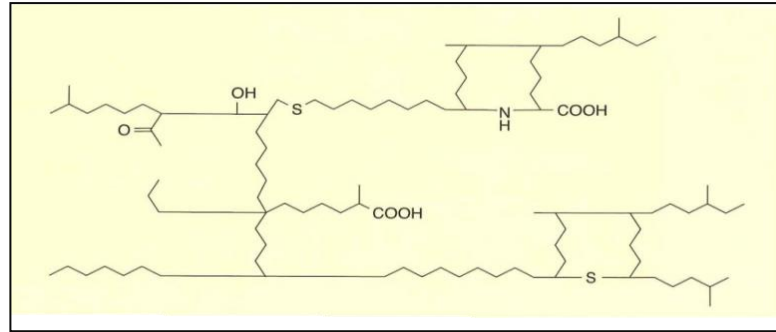


Fig : n°3 : Structure d'asphaltènes [18]

➤ Les huiles aromatiques et naphténo-aromatiques, liquides colorés jaunes ou rouges, ont une masse molaire moyenne de 800 g/mol. 30 % des carbones sont inclus dans des cycles aromatiques. Elles ne contiennent pas de molécules aliphatiques, mais une quantité importante d'hétéroatomes. La plus grande partie des produits sont des hydrocarbures naphténo-aromatiques. Les huiles saturées, aromatiques et naphténo-aromatiques représentent 40 à 60 % des constituants du bitume.

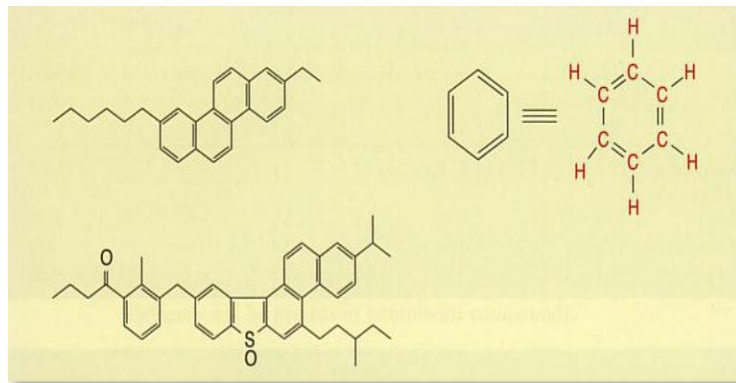


Fig : n°4 : Structures Aromatique [18]

➤ Les résines sont des solides noirs, de masse molaire comprise entre 1000 et 2000 g/mol. Elles sont composées de plusieurs cycles aromatiques condensés et contiennent des composés polaires notamment des acides carboxyliques à caractère tensioactif. Le nombre de noyaux aromatiques par molécule est plus élevé que dans les huiles aromatiques. Les composés à hétérocycles soufrés ou oxygénés sont prépondérants. Les qualités d'adhésivité du bitume sur la matière minérale sont dues en partie aux éléments polaires des résines [19].

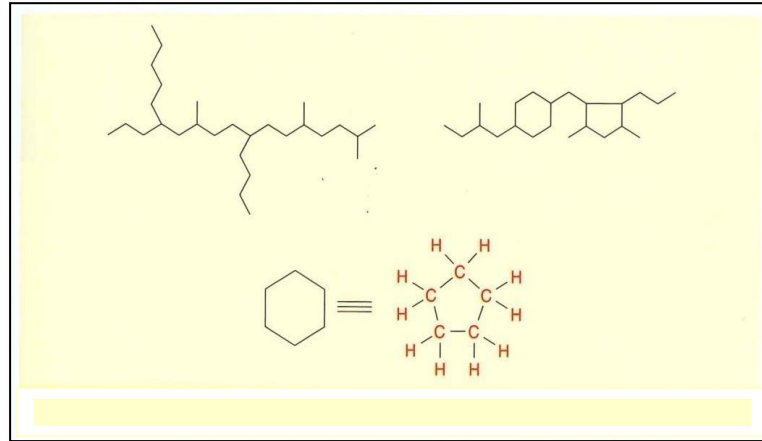


Fig : n°5 : Structure Saturé [18]

I-6.3. Caractérisation et séparation des différentes familles :

S'il est impossible de déterminer la composition chimique précise d'un bitume, il est envisageable et parfois nécessaire de séparer les quatre familles qui le composent. La teneur relative de chacune des familles influe sur la viscosité du système et surtout sur la rhéologie. La séparation chimique des différentes familles est présentée dans la Figure 6.

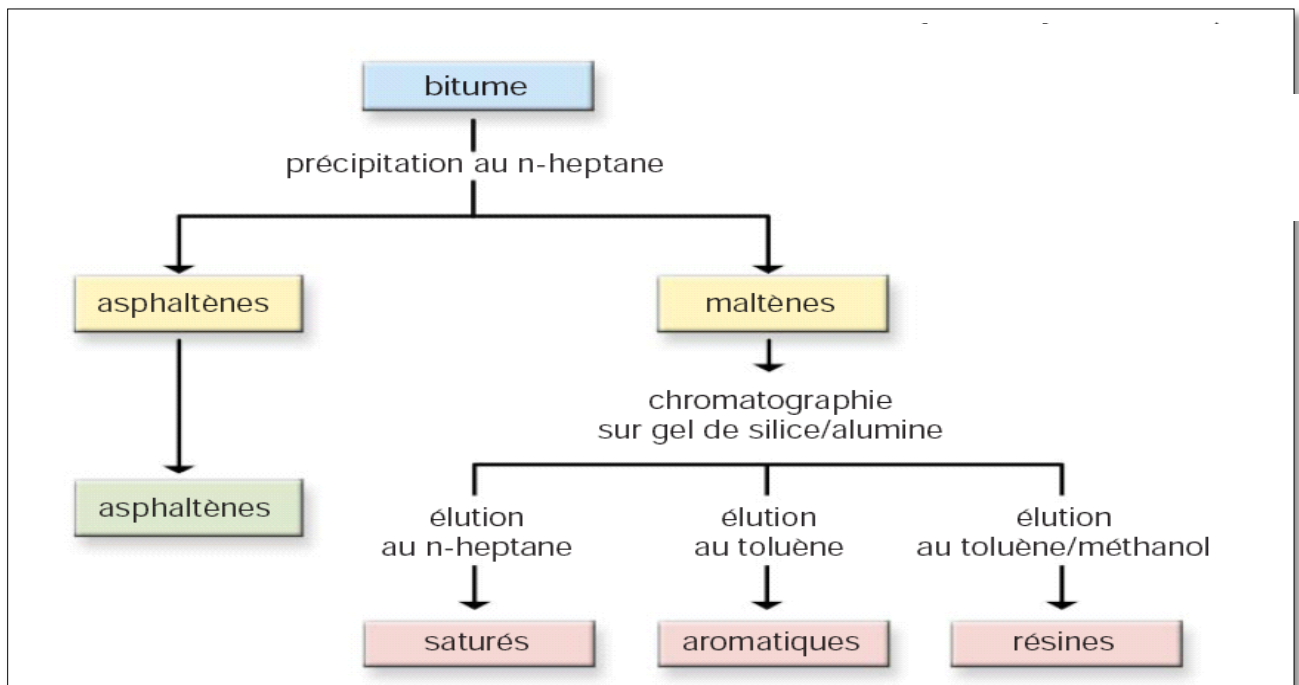


Fig : n°6 : Schéma des séparations chimiques des constituants du bitume [18]

I-7. Structure colloïdale du bitume :

I-7.1. Organisation structurale du bitume :

Nellenstein [20], en 1924 a été le premier à proposer pour le bitume, une structure colloïdale.

Les quatre familles définies précédemment (les huiles saturées, les huiles aromatiques, les résines et les asphaltènes), forment un mélange biphasique. La fraction asphalténique est dispersée dans la fraction malténique sous forme de micelles plus ou moins agglomérées. Ces micelles sont stabilisées par les résines tensioactives malténiques dont la fraction de plus haut poids moléculaire s'adsorbe sur le réseau asphalténique.

Les études des asphaltènes solides en microscopie électronique [21] montrent que ces asphaltènes s'associeraient sous la forme de feuillets à partir des cycles aromatiques plans, polynucléaires, dont la cohésion est assurée par liaison π [15,22]. Ces feuillets plans, de rayon compris entre 8,5 et 15 Å et d'épaisseur comprise entre 16 et 20 Å, s'empilent pour constituer des micelles sur lesquelles les résines polaires, s'adsorbent. Les résines polaires jouant le rôle de tensioactif du système colloïdal, assurent la répulsion entre les micelles asphalténiques ainsi que leur dispersion. Des édifices plus complexes peuvent alors être créés par association de plusieurs micelles en agglomérat (Figure 7). La nature des interactions intermoléculaires responsables de cette cohésion est mal définie.

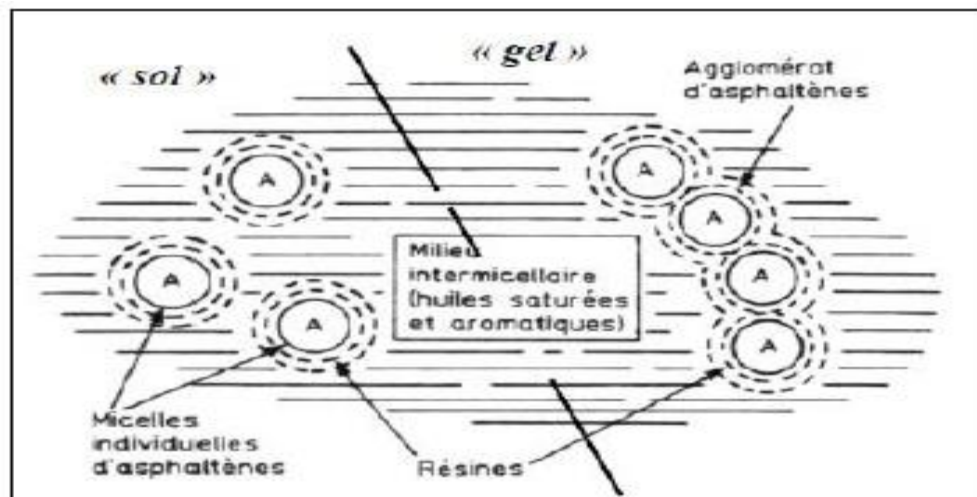


Fig : n°7: Représentation du modèle de structure colloïdale des bitumes [23]

Les asphaltènes garantissent les propriétés de cohésion du produit, mais c'est la matrice malténique qui détermine leur organisation au sein du matériau.

I-7.2 Description de la structure Sol/Gel d'un bitume :

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

Selon le degré de dispersion et d'organisation des micelles dans la phase dispersante, on distingue deux grandes classes de structure pour bitume[24]

- Structure de type **Sol** : dispersion complète, bitume riche en huiles aromatiques et résines (milieu solvant) et pauvres en huiles saturées (milieu floculant) et asphaltènes. [24]
- structure de type **Gel** : dispersion partielle, bitume pauvre en aromatiques et résines mais riche en huiles saturées et asphaltènes, cas des bitumes fortement soufflés. [24]
- La structure de type **Sol-Gel**, structure intermédiaire, est caractérisée par des agglomérats de micelles d'asphaltènes baignant dans un milieu dispersant structuré par les résines. La plupart des bitumes routiers possèdent cette structure intermédiaire et présentent, de ce fait, un comportement viscoélastique. [24]

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

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

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

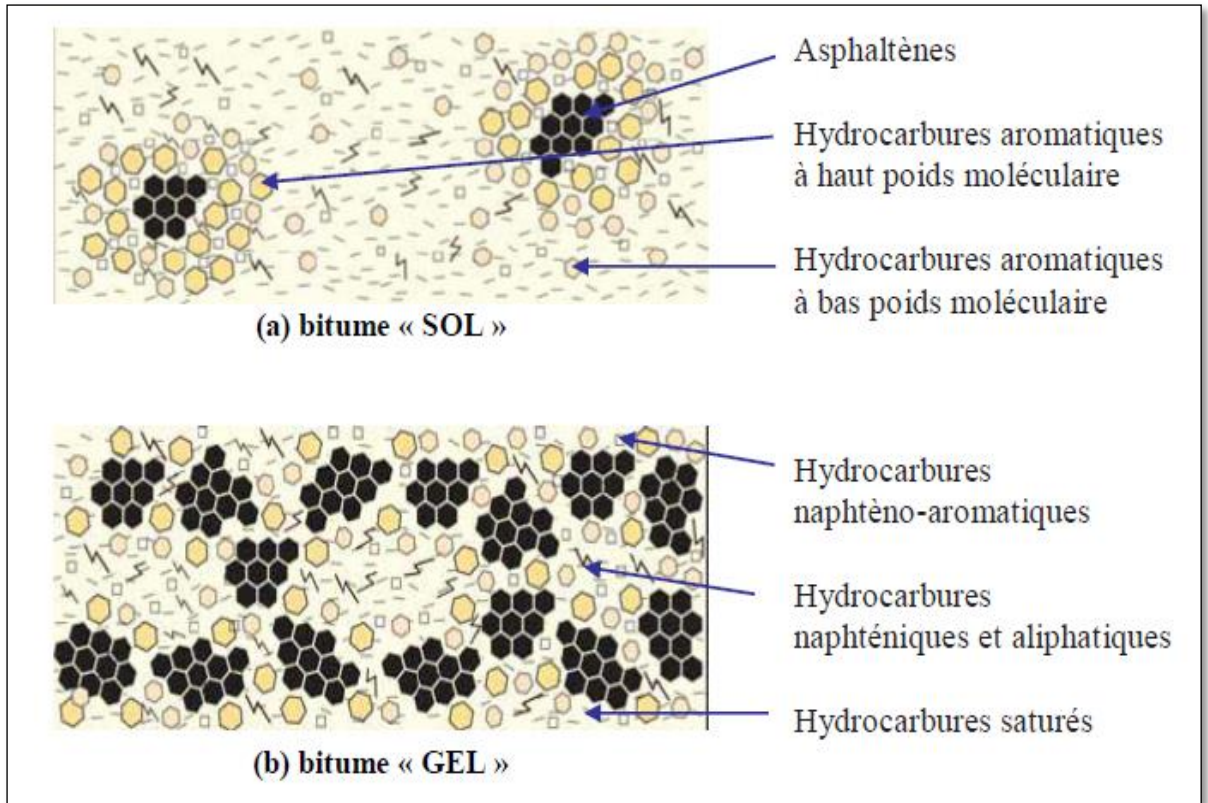


Fig : n°8 : Représentation schématique des 2 types de structure de bitume [24]

D’après l’indice d’instabilité colloïdal IC, la structure du bitume peut être classée en fonction de sa composition générique comme exposé en tableau 4.

Tableau 4 : Composition chimique du bitume suivant son caractère rhéologique [24]

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

I-8. Caractérisation du bitume :

I-8.1. Caractérisation classique :

Trois mesures classiques caractérisent le bitume de manière empirique.

I-8.1.1. Essai de pénétrabilité à l'aiguille (NF T66-004) :

Cet essai, permet d'apprécier la consistance d'un bitume, par mesure de l'enfoncement à une température de 25°C d'une aiguille normalisée chargée à 100g dans un échantillon de bitume durant un intervalle de temps de 5sec. La pénétrabilité est alors la distance parcourue par l'aiguille, exprimée au 1/10e de millimètres mesurée par un pénétromètre (figures I-9 et I-10).

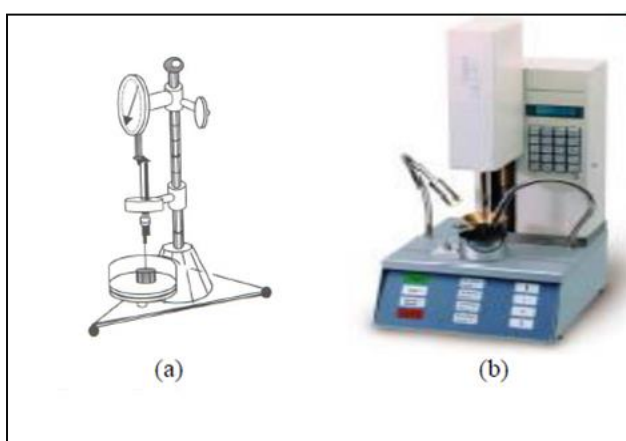


Fig n°9 : Pénétromètre
a :à Aiguille, b : Automatique[24]

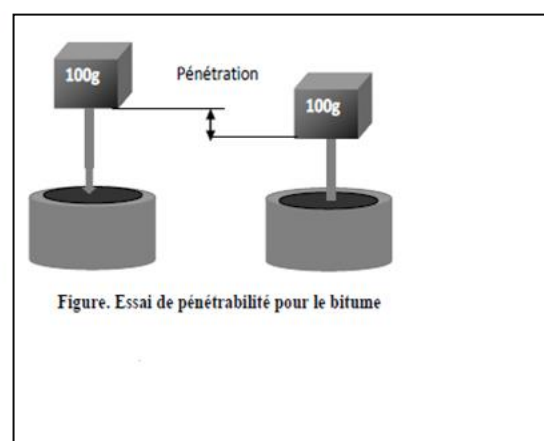


Fig n°10 : Principe de l'essai de pénétrabilité du bitume [24]

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

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

Tableau 5 : Catégories de bitume commerciales [26.27].

Consistance	Très durs	Durs	Semi-durs	Semi-mous	Mous
Appellation	20/30	35-50	50-70	70-100	160/220
Pen. 25°C	20 à 30	35 à 50	50 à 70	70 à 100	160 à 220
TBA °C	55 à 63	50 à 56	45 à 51	42 à 48	34 à 43

I-8.1.2. Point de ramollissement bille et anneau (NFT66-008) :

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

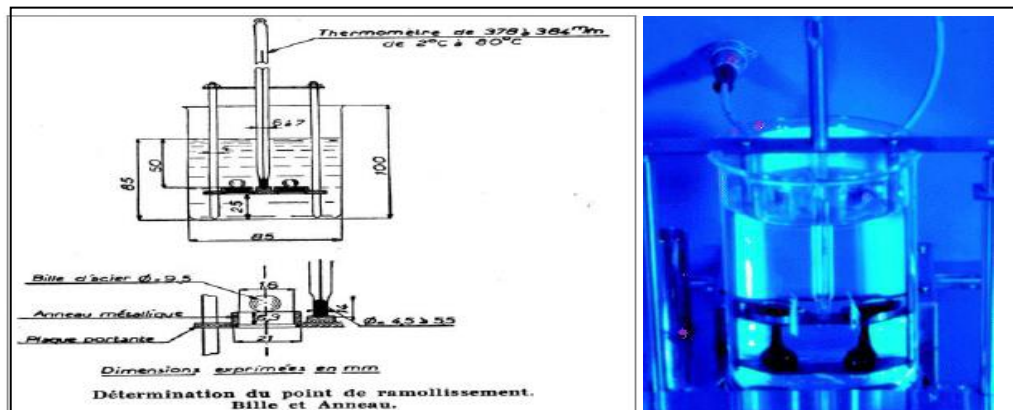


Fig : n °11. Schéma de principe de l'essai TBA [24]

La température correspondant à l'instant où la bille d'acier touche la plaque inférieure est le point de ramollissement bille et anneau (TBA) du bitume considéré (figure 11). La TBA ainsi obtenue caractérise la susceptibilité thermique du matériau ; plus la température bille-anneau est faible, plus est susceptible le bitume

La pénétrabilité et la température bille-anneau définissent la consistance du bitume et permettent de le classer et de déterminer un indice de pénétration noté IP. Cet indice de pénétrabilité caractérise la susceptibilité thermique du bitume et l'évolution de sa consistance en fonction de la température [25]. Plus cet indice est élevé, moins le bitume est sensible à des variations de température Malgré leur fiabilité et leur reproductibilité sur la plupart des bitumes purs, les problèmes d'adaptabilité de ces méthodes aux bitumes modifiés aux polymères et aux bitumes soufflés, notamment lors de l'essai Fraass, ont nécessité la mise en œuvre de nouvelles méthodes de caractérisation : les essais SHRP

I-8.1.3. Essai RTFOT (NF T 66-032) :

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

A l'enrobage, les granulats chauffés aux environs de 160°C sont mis en contact avec le bitume chaud qui se répartit en film mince autour du granulat, favorisant ainsi un vieillissement du liant. L'essai RTFOT est employé pour évaluer jusqu'à quelle limite le bitume est abimé lors de la confection de l'enrobé. L'essai reproduit assez bien l'oxydation et les pertes de matières volatiles qui apparaissent dans la centrale d'enrobage et lors de la mise en œuvre [Figure 12]. [24]

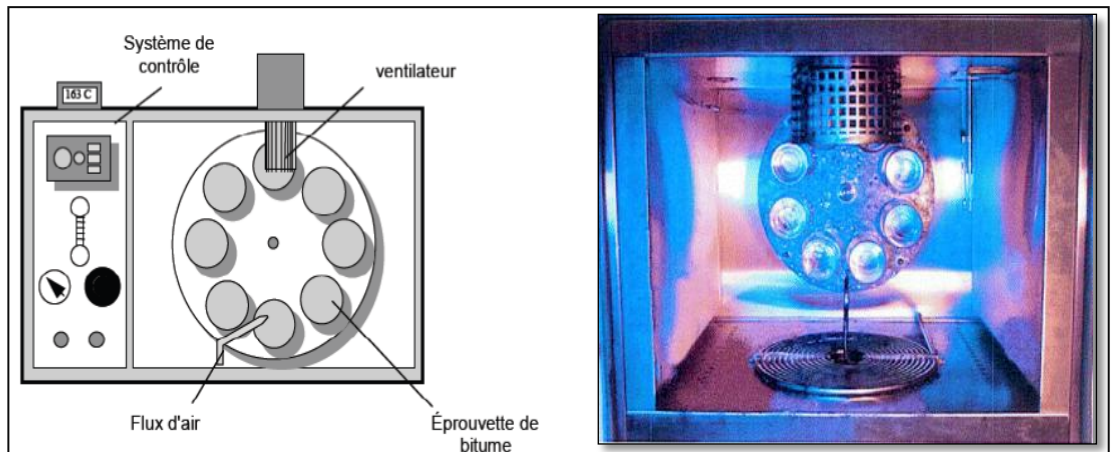


Fig : n°12 : Essai RTFOT [28,29]

Tableau 6 : Caractérisation des bitumes purs selon la norme européenne EN 12591
[B.LOMBARDI ; 2005].

Caractéristique	Unité	Norme	Désignation des classes appropriées				
			20/30	35/50	50/70	70/100	160/220
Pénétrabilité à 25°C, 100g, 5s	1/10 mm	EN 1426	20-30	35-50	50-70	70-100	160-220
Point de ramollissement (TBA)	°C	EN 1427	55-63	50-58	46-54	43-51	35-43
Résistance au durcissement RTFOT à 163 °C			EN 12607-1				
Variation de masse maximum	%	EN 12607-1	0.5	0.5	0.5	0.8	1.0
Pénétrabilité restante, minimum	%	EN 1426	55	53	50	46	37
TBA après RTFOT, minimum	°C	EN 1427	57	52	48	45	37
Augmentation du TBA, maximum	°C	EN 1427	8	8	8	9	11
Point d'éclair	°C	EN ISO 2592	240	240	230	230	220
Solubilité, minimum	%(m/m)	EN 12592	99.0	99.0	99.0	99.0	99.0
Teneur en paraffine, maximum	%(m/m)	EN 12606-2	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5

LES POLYMÈRES



II-1. Introduction

Le mot « polymère » vient du grec « *poly* » signifiant plusieurs et « *meros* » par tiesou unités. En effet, un matériau macromoléculaire ou polymère est constitué de longues chaînes où les unités de répétition sont toutes les mêmes (homopolymère) ou de nature différente (copolymère). La cohésion des atomes sur une même chaîne est assurée par des liaisons chimiques fortes, tandis que les liaisons inter chaînes sont plus faibles. La présence de liaisons faibles et fortes apporte aux matériaux polymères des propriétés physicochimiques particulières.[30]

Le concept de macromolécules a été établi par H. Staudinger (prix Nobel de Chimie 1953) dans les années 1920. C'est aussi dans les années 1920 que W.H. Carothers de la Compagnie Dupont de Nemours et son équipe ont réalisé la synthèse d'un matériau macromoléculaire : le polyamide. Les premières fibres de polyamide 6-6 ont été élaborées dès 1935 et ont été commercialisées en 1939.[30]

Les polymères en tant que matériau sont connus depuis longtemps : par exemple, l'emploi du caoutchouc naturel donné par l'hévéa est pratiqué depuis plus de cent ans (vulcanisation au soufre mise au point par Goodyear vers 1840). Cependant, c'est avec le développement des polymères de synthèse que la science des matériaux macromoléculaire sa pris son essor. En effet, il devenait possible d'obtenir des matériaux à faible coût, faciles à élaborer présentant de plus une faible densité et une bonne inertie chimique associée à une forte résistivité électrique. En outre, une formulation appropriée permet d'élaborer des matériaux possédant des propriétés spécifiques.[30]

Citons trois exemples. Le premier exemple est le poly (tétrafluoro éthylène) (ou PTFE appelé souvent « Téflon », du nom commercial donné par Dupont de Nemours) Le deuxième exemple est le poly(méthacrylate de méthyle) (ou PMMA, appelé souvent « Plexiglas » du nom commercial donné par la firme Röhm), Le troisième exemple est le poly(aryl éther éther cétone) (ou PEEK, appelé aussi « Victrex », d'après la dénomination commerciale donnée par ICI) [30]

II-2. Historique.

Les polymères appartiennent à une science qui a pris son essor dans les années 40, car pendant la guerre, il est apparu nécessaire de fabriquer certains matériaux qui manquaient alors.

Avant 1940, il y avait déjà eu des sursauts. Les premiers soubresauts de la chimie des polymères sont apparus dès les années 1900.

A cette époque, on distinguait les molécules organiques en deux catégories:

- cristalloïdes
- colloïdes

Les cristalloïdes sont des composés organiques cristallisables, de température de fusion et de masses molaires définies.

Les colloïdes sont des molécules visqueuses, ne cristallisant pas et ayant des températures de fusion mal définies. Lorsque l'on mesurait leur masse molaire, on la trouvait supérieur à 100 000. Cela renforçait l'idée que ces molécules étaient des agrégats. Les chimistes allemands appelaient cette chimie la chimie des saletés (« Schmutzen Chemie »).

En 1925, Staudinger déclare que les colloïdes sont une association de plus de 100 000 atomes de carbones reliés entre eux par des liaisons covalentes. A l'époque, c'est une hérésie. (Théorie de la chimie moléculaire)

Dans le début des années 1950, Carothers et Flory admettent et montrent que des édifices covalents de masse molaire supérieure à 100 000 existent ; Dès cette époque, on a établi la notion de polymères.[31]

II-3.Définition :

On appelle **polymère** une grande molécule constituée d'unités fondamentales appelées **monomères** (ou motifs monomères) reliées par des liaisons covalentes [32]; qui sont typiquement regroupées tout matériau formées par la répétition d'un très grand nombre **n** de petites molécules de faible masse moléculaire appelées monomères qui liés entre eux par des liaisons primaires sachent que le monomère est une molécule de base [33]

L'assemblage des monomères pour l'obtention de polymères s'appelle la polymérisation (Fig. 13)

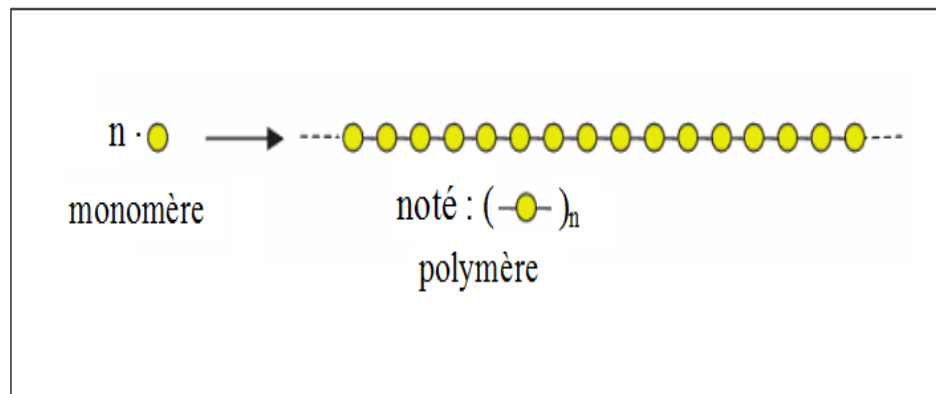


Fig : n°13: Modèle schématique de la synthèse d'un polymère. [33].

La lettre n est appelée « **degré de polymérisation** » ou « **indice de polymérisation** », pour des valeurs élevées de n ($n > 100$), on parle de macromolécules. Le polymère peut être caractérisé par son degré de polymérisation ou sa masse moléculaire [33].

Les polymères peuvent être d'**origine naturelle** (animale ou végétale) ou d'**origine synthétique**. Exemple de les macromolécules naturelles sont les caoutchoucs, les polysaccharides, le glycogène, l'ADN, les protéines... etc., et pour les macromolécules synthétiques sont représentées par exemple par le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le PVC, le PTFE, les polyesters, les polycarbonates, les polysiloxanes, les polyimides... etc. [32].

II-4. Structure des polymères

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés.[32]

II-4.1. Polymères linéaires

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Et la température à laquelle se produit cette évolution s'appelle la **température de transition vitreuse**.

La transition vitreuse correspond à l'apparition de mouvements de longs segments de chaîne et marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique.

La **figure 14** donne différents exemples de polymères linéaires [32].

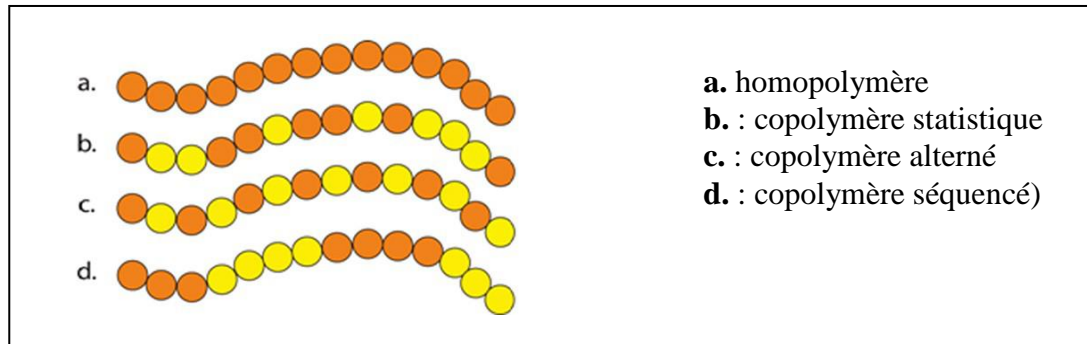


Fig : n°14 : Polymères linéaires [32]

II-4.2. Polymères ramifiés

Des chaînes homopolymériques ou Co-polymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au-dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires.[32]

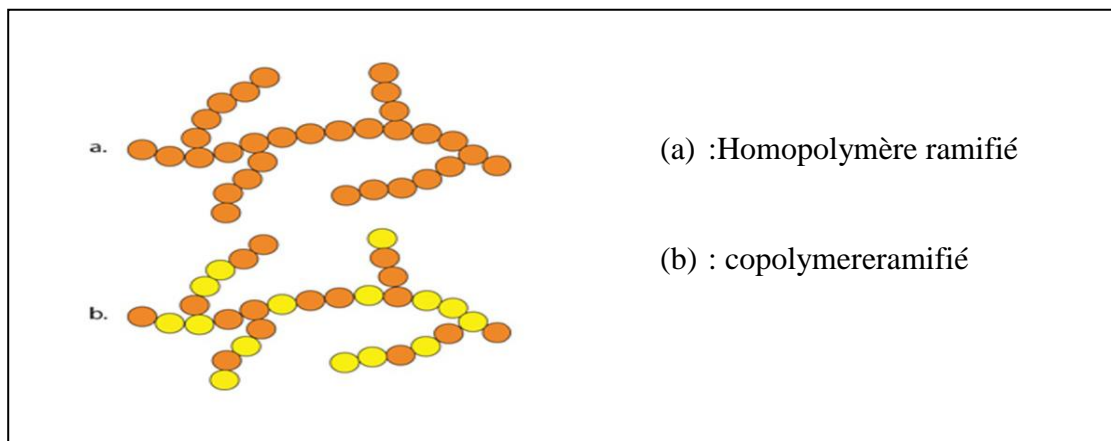


Fig : n°15 : Polymères ramifiés [32]

II-4.3. Polymères réticulés

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une épolyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.[32]

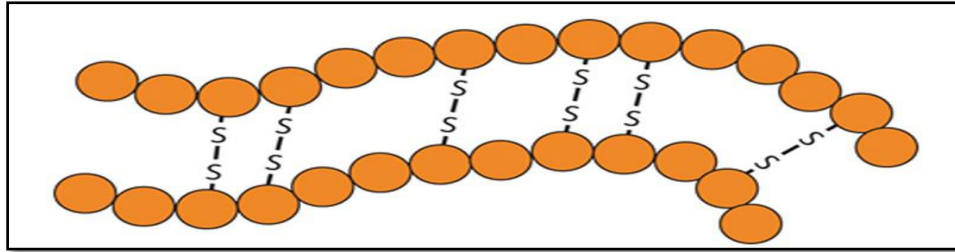


Fig : n°16: Polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes [32]

II-5. Domaines d'utilisation :

- Vêtements et textiles : fibres textiles, non tissés, skaï, simili cuir
- Maroquinerie-chaussure : skaï, simili cuir, mousses isolantes
- Ameublement : skaï, simili cuir, colles, vernis, mousses
- Articles ménagers : tupperware, poubelles, seaux, vaisselle
- Sports-loisirs : cannes à pêche, coques de bateaux, piscines, bandes magnétiques, DVD
- Emballage alimentaire (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à oeufs) ou industriel (flacons de détergents, sacs et sachets, casiers, sacs poubelles)
- Transports dont automobile : boucliers, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, réservoirs d'essence
- Industrie électrique et électronique : boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs
- Industrie chimique : tuyauteries, cuves, revêtements
- Bâtiments- travaux publics : peintures, isolation, revêtement de sol, tuyauteries, géotextiles
- Agriculture : irrigation, arrosage, serres, bâches
- Hygiène : verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier, couches [34].

II-5. Différentes classes de polymères :

Plusieurs classifications des composés macromoléculaires peuvent être proposées selon qu'on choisit l'origine, le type d'architecture, la structure chimique des motifs ou le type de polymérisation, comme base de la classification.

II-6. Classification selon l'origine :

Les polymères classés selon l'origine peuvent être:

- Polymères naturels : ce sont des composés organiques formant la matière vivante, comme les protéines, les acides nucléiques, la cellulose, la chitine...
- Polymères obtenus par modification chimique d'un polymère naturel, exemple: méthylcellulose.
- Polymères synthétiques: ce sont les matières plastiques, les élastomères, les fibres, les adhésifs. [35]

II-6.1. Classification selon la structure chimique :

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères.

-a- Homopolymères : Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont dues à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes [36].

-b- Copolymères : sont des polymères qui possèdent plusieurs unités.

II-6.2. Classification selon le comportement thermique :

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types:

-a- Thermoplastiques : ramollissent sous l'effet de la chaleur, il devient souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes [37].

-b- Thermodurcissables : les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermo durcies ou thermo rigides. Dans ce cas les chaînes sont nombreuses, plus courtes et plus réactives, ces chaînes vont se lier ensemble

chimiquement, cette réaction conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel [38].

-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. Les élastomères sont classés en trois familles principales :

- Élastomères à usages généraux tels que :
 - Caoutchouc naturel (NR).
 - Poly isoprène(IR).
 - Copolymère butadiène styrène (SBR).

- Élastomères à usages spécifiques tels que:
 - Polychloroprène (CR).
 - Copolymère acrylonitril butadiène (NBR).
 - Élastomères thermoplastiques (TPE).

II-6.3. Classification selon l'importance économique :

Pour les polymères, comme pour tous produits industriels, il existe une corrélation entre le tonnage et le prix, ceci permet de distinguer trois grandes catégories de polymères commerciaux :

- Polymères de grande diffusion: dont le volume des ventes et de production est élevé et dont le prix est faible comme: PP, PS, PVC.
- Polymères à hautes performances: dont le volume des ventes est le plus faible et les prix les plus élevés comme : SBS, EVA
- Polymères techniques: dont le volume et le prix sont intermédiaires entre les deux catégories précédentes, comme: polyamides, Polyéthylène. [40]

BITUME MODIFIÉ PAR POLYMÈRE



III-1. Introduction

L'amélioration des caractéristiques des chaussées souples routières s'avère indispensable devant la croissance des trafics et les performances de plus en plus grandes des véhicules. Cette amélioration s'est développée, entre autres, par l'introduction de nouvelles techniques et procédés de modification des produits bitumineux ; ceci constitue un axe de recherche très étudié à travers le monde ces dernières années [41].

Les polymères sont les agents de modification les plus souvent employés pour améliorer les propriétés viscoélastiques des bitumes. Ils accroissent le domaine de température sur lequel un liant peut résister à l'orniérage et à la fissuration thermique, ainsi que sa durabilité en fatigue [42,43]

Dans ce chapitre, la problématique des chaussées en l'occurrence les limites des bitumes seront abordées. A travers les objectifs recherchés par la modification il sera dressé un état de l'art sur divers recherches en mettant l'accent sur les principales évolutions de la modification.

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

La première utilisation des polymères synthétiques dans un processus de modification remonte à 1843 [44] et a été appliquée à l'asphalte naturel. L'utilisation de matières plastiques recyclées est presque aussi ancienne que le développement des bitumes polymères. On relève ainsi à partir de la fin des années 50, aux États-Unis, la réalisation d'enrobés avec du bitume modifié par des caoutchoucs incorporés sous forme de latex [44]. Des opérations du même genre furent effectuées en Europe. Mais ces applications, souvent réalisées à titre d'essai (planches expérimentales), furent généralement considérées comme insuffisamment au point, onéreuses et non indispensables malgré l'essor important des travaux publics durant la décennie 60. Les travaux de construction routière furent réalisés à cette époque avec des bitumes purs.

III-2. Nécessité de modification des liants bitumineux

L'objectif de la modification est de produire un liant "idéal" qui devrait avoir des propriétés cohésives et adhésives améliorées et une susceptibilité thermique très faible dans toute la plage des températures d'utilisation. Les résistances à la déformation permanente, à la rupture et à la fatigue devraient être fortes, alors que la susceptibilité aux temps de charge devrait être faible. A cet effet, les chercheurs se sont fixés comme objectif de trouver des additifs plus performants, moins coûteux et faciles à incorporer dans des matrices bitumineuses [45]. Comme les bitumes modifiés avec des polymères sont plus coûteux que les bitumes non modifiés, Ils ne peuvent pas être appliqués là où ces derniers donnent satisfaction.

L'application des bitumes modifiés s'étend aux aéroports, aux autoroutes, aux routes à grand trafic, à des surfaces spéciales de drainage, dans l'étanchéité, dans la construction des ponts et des tunnels, des intersections de routes et dans les aires de stationnement pour camions [45]. Outre les polymères synthétiques purs, la poudrette de caoutchouc de pneus usés et les polymères provenant des déchets municipaux comme le polyéthylène et le polypropylène sont aussi utilisés comme addition pour améliorer les performances des bitumes routiers [13].

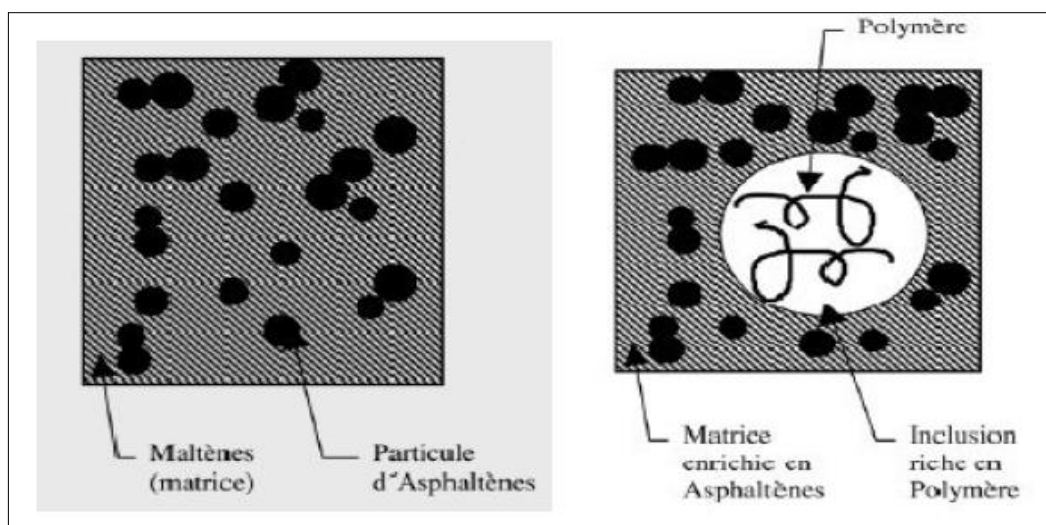


Fig : n°17 : Figure à gauche bitume pur et à droite bitume modifier aux

III-3. Principaux types de bitume-polymères

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

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

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

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

- Polymères thermoplastiques;
- Caoutchoucs naturels et synthétiques;
- Caoutchoucs thermoplastiques;
- Polymères thermodurcissables [45,24]

III-4. Différents types de polymères utilisés pour La modification des bitumes

III-4.1. 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. Le PE, l'aPP, l'EVA et l'EMA sont utilisés à l'échelle industrielle. [45, 46]

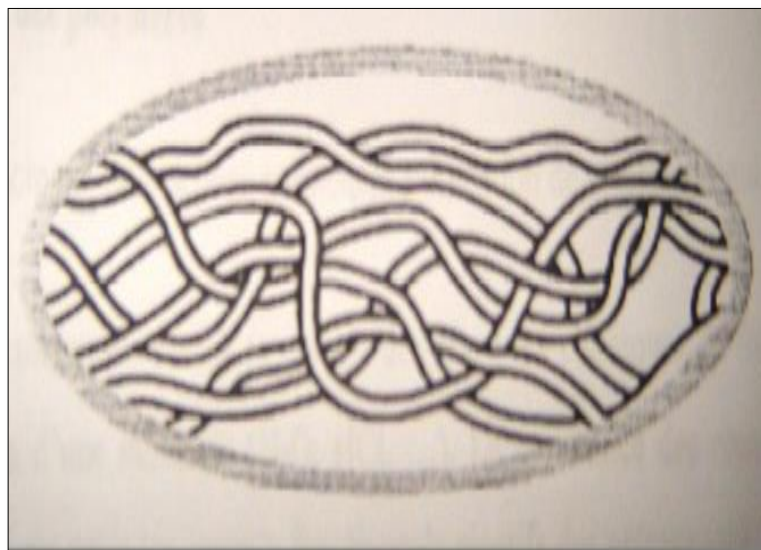


Fig : n°18 : Thermoplastiques [46]

III-4.2. 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 polydioléfines sont plus faciles à incorporer dans les matrices bitumineuses que les poly-mono-oléfines 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 améliorée 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 poudre 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 [45,46].

III-4.3. Caoutchoucs thermoplastiques :

Les élastomères thermoplastiques utilisés comme adjuvants pour les bitumes sont des blocs de copolymères de mono et dioléfines. Comme mono-oléfine, le styrène est le plus utilisé, tandis que comme dioléfines, 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 19).

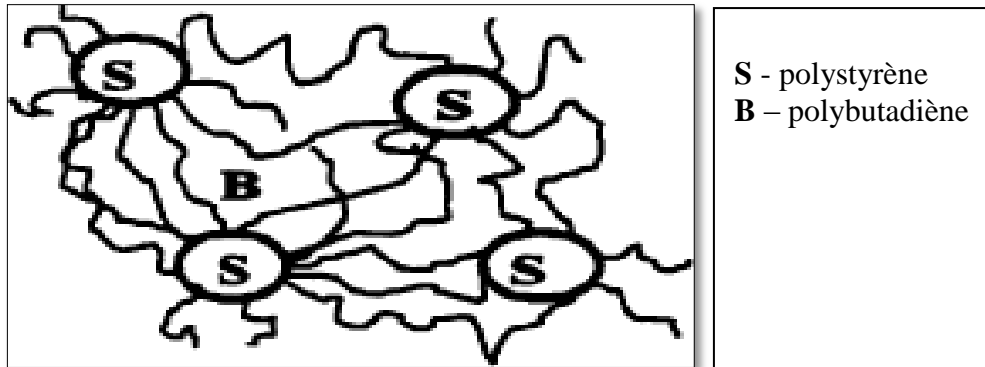


Fig : n°19 : Structure du caoutchouc thermoplastique (SBS) [24]

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 matériaux tirent leur force et leur élasticité de la réticulation physique des molécules en un réseau tridimensionnel. Ils deviennent fluides et moulables à des températures élevée (> 100°C).

III-4.4. 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 [45,46].

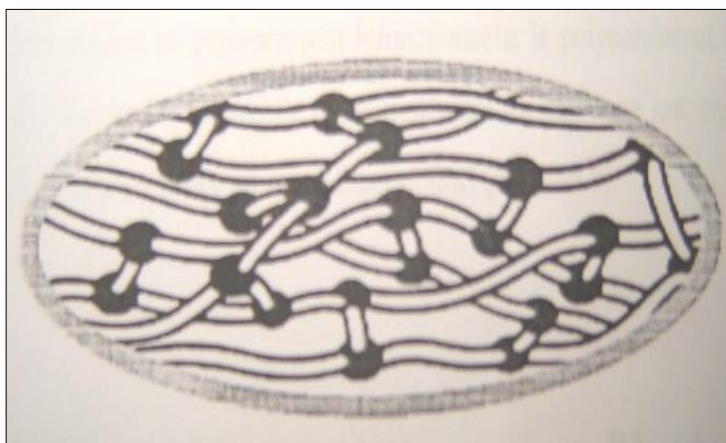


Fig : n°20 : Thermodurcissables. [46]

III-5. Compatibilité des mélanges bitume-polymères :

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

- Dispersion du polymère dans le bitume ;
- Stabilité des mélanges obtenus.

La compatibilité des mélanges bitume-polymères dépend non seulement de la composition du pétrole d'origine, mais aussi du procédé de fabrication de ce dernier [47].

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

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

Il existe une relation complexe entre la composition chimique des bitumes routiers, leur structure colloïdale et leurs propriétés physico – rhéologiques, toute modification portée à la

composition chimique de la matrice bitumineuse par un moyen physique ou chimique conduit automatiquement à la modification de sa structure. [48]

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

- Un mélange hétérogène; le polymère et le bitume sont incompatibles, les phases se séparent et les performances d'un bitume routier ne sont pas atteintes.
- Un mélange homogène; parfaite incompatibilité (cas rare). Dans ce cas, les huiles du bitume détiennent totalement le polymère et anéantissent toutes les interactions intermoléculaires. Le liant est extrêmement stable, mais la modification de ses propriétés d'usage est très faible par rapport à celle du bitume initial. Seule sa viscosité est augmentée.
- 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 agit 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 asphaltes).

III-6. 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. Les BMP ne sont pas produits dans les raffineries à l'aide de moyens spéciaux, mais par des compagnies spécialisées dans la construction des routes [45,46].

III-7. Mécanisme de modification :

La modification des propriétés des bitumes par l'addition de polymère est souvent expliquée par le **GONFLEMENT** du polymère par les huiles du bitume [12,49].

En effet, si le polymère n'est pas soluble au sens moléculaire du terme, il est au moins gonflable par la fraction huileuse du bitume. Il se constitue alors deux phases :

- Une phase de polymère gonflé,
- Une phase de bitume regroupant les constituants du liant n'intervenant pas dans la solvatation et donc plus riche en résines et en asphaltènes que le bitume de base.

Ceci permet une augmentation de la viscosité et le développement du caractère « GEL » du liant. Le polymère gonflé rend donc, même à faible teneur, le bitume plus élastique et plus résistant à l'écoulement. L'augmentation progressive de la teneur en polymère conduit, au-delà d'une concentration critique, à des liants pour lesquels la phase polymère devient la phase continue. Cette transition critique, s'accompagne d'une modification importante des propriétés physiques du système qui tendent alors vers celles du polymère. L'inversion est observée vers 4 à 6% de polymère.[49]

Pour une teneur inférieure à la moyenne rigoureuse, le polymère gonflé par les huiles du bitume est dispersé dans une matrice bitume. Et pour une teneur supérieure, le polymère gonflé constitue la matrice du système.

La dispersion du polymère dans le bitume est également expliquée en tenant compte de trois paramètres influants [50] :

- **Taille des particules** : elles sont petites, la surface d'échange est importante et plus grande est la vitesse de diffusion du bitume dans les particules.
- **Cisaillement** : malgré le gonflement, les molécules deviennent d'autant plus mobiles qu'elles ont été rompues.
- **Température** : la vitesse de diffusion du bitume dans les particules de polymère augmente avec l'augmentation de la température.

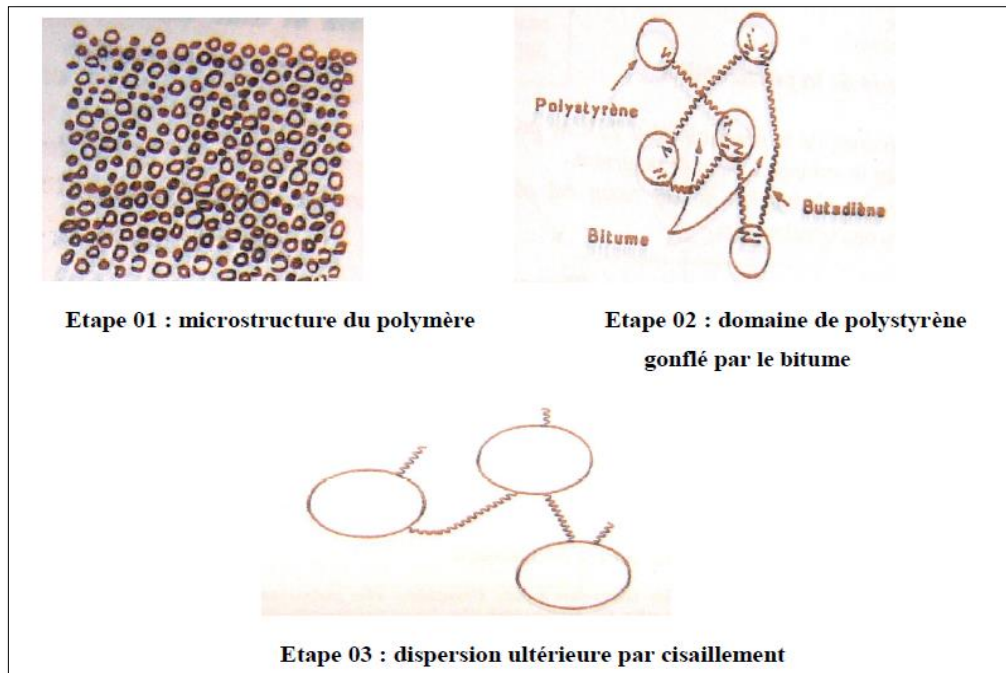


Fig : n°21 : Mécanismes de la dispersion d'un copolymère dans le bitume [45]

III-8. Domaines d'utilisation :

Les bitumes modifiés sont utilisés dans différents domaines

- Étanchéité
- Réseaux de transport d'énergie ou de fluides
- Revêtements et les équipements routiers.
- Protection des ouvrages par peinture ou revêtement plastique.
- Appareils d'appuis.
- Gaines pour câble de haubanage ou de précontrainte.
- Emballages.
- Cosmétique.
- Peintures et vernis.
- Films, fibres textiles et matériaux composites.
- Pneumatiques.

PARTIE EXPÉRIMENTALE



IV-1. Introduction

La modification du bitume avec des polymères est une technique ancienne (depuis les années 60) qui a donné des résultats acceptables et des bitumes appropriés pour le domaine d'application. Ce travail consiste à modifier les caractéristiques d'un bitume pur par ajout du polymère (SBS) d'une manière chimique en fonction de la solubilité de ce polymère dans un solvant. On utilise aussi la méthode ancienne (blindage à chaud) pour comparer ces deux méthodes en jugeant le changement de quelques caractéristiques du bitume qui nous donnera une idée sur les performances à obtenir.

IV-2. Matériaux :

Les différents matériaux utilisés dans cette étude peuvent être résumés comme suit :

- **Bitume pur** : Le bitume pur utilisé dans notre partie expérimentale est présenté à la Figure 22. Ce bitume est fourni par NAFTAL Ghardaïa de classe (40/50). Le tableau 6 regroupe les principales caractéristiques du bitume pur utilisé.



Fig : n°22 : Échantillon de bitume pur (photo originale)

Tableau 7 : Spécification des bitumes purs.

Caractéristiques	Normes de Mesure	Résultats	Spécification
Pénétrabilité à 25°C	NF EN 1426	47	40-50
Point de ramollissement (TBA) en °C	NF EN 1427	54	47-60
Densité relative à 25°C	NF EN ISO 3838	1.04	1.0-1.1

- **Polymère** : le polymère utilisé dans cette étude expérimentale est un copolymère linéaire à base de styrène et de butadiène; **Styrène –butadiène -styrène (SBS)**. Il se présente sous forme de poudre micronisée de couleur blanche (Fig n°23).

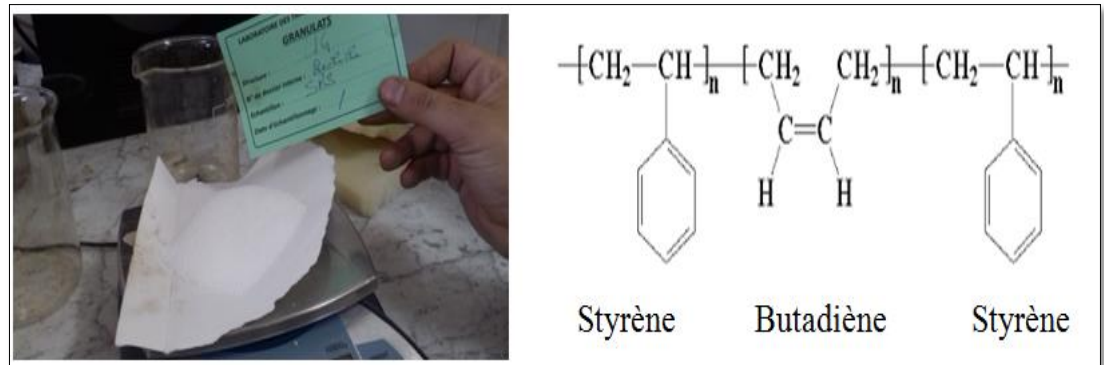


Fig : n°23 : Styrène –butadiène -styrène (SBS)(photo originale)

- **Solvant** : c'est le toluène, également appelé méthylbenzène ou phénylméthane est un hydrocarbure aromatique. Il est couramment utilisé en tant que réactif ou solvant, notamment dans le milieu industriel. Il dissout un grand nombre d'huiles, graisses, ou résines.

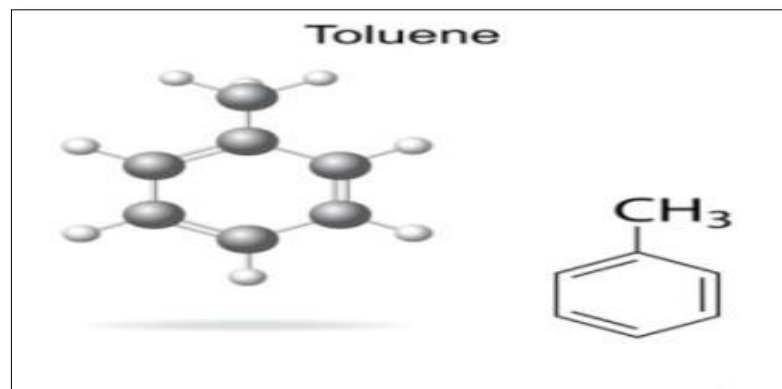


Fig : n°24 : Formule chimique de toluène

Le bitume pur a été modifié à différents pourcentages de polymère SBS soit 1%, 2% et 3%.

La formulation a été préparée en utilisant les équipements suivants:

- un agitateur électrique à hélice (vitesse de rotation > 1000tr/min).
- une étuve réglable.
- un récipient avec couvercle
- un thermomètre digital (-50°C à 250°C).

IV-3. Méthode de chimique de modification de bitume :

La modification chimique du bitume a passé par trois étapes. Premièrement, on prélève trois échantillons de bitume de (500 g). Après ça, la poudre de polymère est dissous dans le toluène en déférente pourcentage suivant le rapport massique :

$$\frac{M.SBS}{M.Toluène} = 0.19$$

1^{er} mélange de 1% SBS → 5.2g SBS dissous dans 27g de toluène

2^{eme} mélange de 2% SBS → 10.44g SBS dissous dans 54g de toluène

3^{eme} mélange de 3% SBS → 15.66g SBS dissous dans 81g de toluène

Apris la dissouation total du polymer dans le solvant, different formulation du bitume modifier sont preparee. En commence par mettre le bitume pur dans un récipient, puis il a été chauffé dans l'étuve à la température de référence $160^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$. Après 1h, la solution du polymère dissoudre est ajouter au récipient. En observe que la température au récipient à baisser jusqu'à 80°C come indique le thermomètre digital. Directement, en mis en marche l'agitateur à la vitesse de 1000 tr/min. Durant la homogénéisation la température doit être vérifié et régulière à l'aide du thermomètre. Après 15 minutes l'agitateur est mis à l'arrêt, le récipient est enlever. Nous commençons à préparer la prochaine formation avec la nouvelle concentration du SBS en répétons la même procédure.

Différent échantillons de chaque formulation ont été pris pour exécuter les tests suivant :

- Point de ramollissement billes et anneaux TBA
- Pénétrabilité à l'aiguille à 25°C

IV-4. Méthode physique de modification des bitumes par polymère :

La méthode physique de préparation est l'ancien méthode (blindage a chaut) utiliser ici comme un référence pour évaluer la qualité de la méthode chimique par une comparaison entre les deux. Les bitumes ont été modifiés par la même type et teneur en polymère.

Initialement, le bitume et chauffe jusqu'à être fluide à une température de $160^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ dans un étuve. Le polymère SBS (poudre) est introduit avec les mêmes quantités utilisées précédemment dans la méthode chimique (1%, 2% et 3%). L'homogénéisation est assurée par

l'agitation intensive (1000 tr/min) pendant 2 heures, au cours de laquelle la température de l'étuve doit être réglée à $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

IV-5. Caractérisation des échantillons de bitumes modifiés par des polymères :

IV-5.1. Essai de la température Bille Anneau (TBA) (NF EN 1427) :

La température Bille Anneau (TBA) ou point de ramollissement est la température à laquelle un produit bitumineux atteint un certain degré de ramollissement. A cette température, une bille d'acier s'enfonce à travers le bitume remplissant le cercle intérieur d'un anneau de laiton placé dans un bain thermostaté. Les conditions d'élévation de la température sont normalisées, évoluant de 5°C jusqu'à la TBA, dont la valeur est attachée aux comportements liés à des températures de service élevées [51].

Cet essai commence par chauffage de l'échantillon jusqu'à ce qu'il atteigne la température de coulée ($T = 90^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$), en prenant soin d'éviter les sur chauffages locaux et en l'agitant constamment. L'échantillon est ensuite versé dans deux anneaux en évitant l'introduction de l'air.



Fig : n°25 : Deux anneaux remplis de bitume-SBS (photo originale)

Après refroidissement pendant environ 30 minutes, le surplus du matériau est enlevé avec une spatule légèrement chauffée (rasage des anneaux).



Fig : n°26 : Echantillon de l'essai TBA sur un Bitume-SBS (photo

Par la suite, nous plaçons les anneaux sur leur support en utilisant le guide de centrage et nous plaçons le dispositif dans un b cher rempli d'eau distill e, en maintenant la temp rature du bain   5 C pendant 15 minutes. Nous plaçons  galement dans chaque guide, une bille qui a  t  amen e au pr alable   la temp rature du bain.

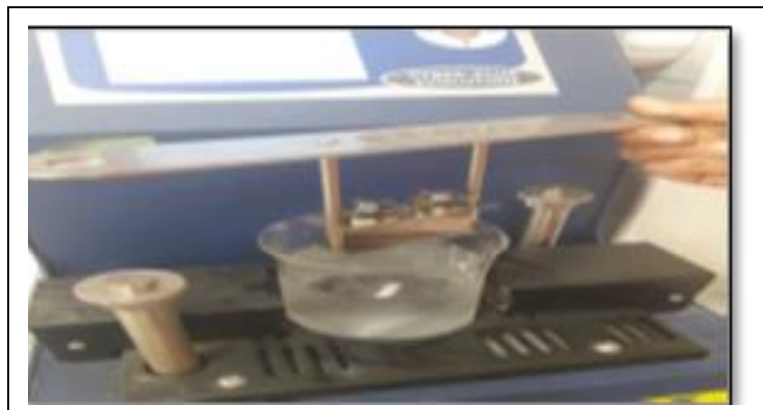


Fig : n°27: Disposition du bitume-SBS sur le guide (photo originale)

L'ensemble mont  avec les anneaux et les guides en position correcte est mis sur une plaque chauffante qui permet l' l vation graduelle de la temp rature   raison de 5 C/ min(Fig n  28).

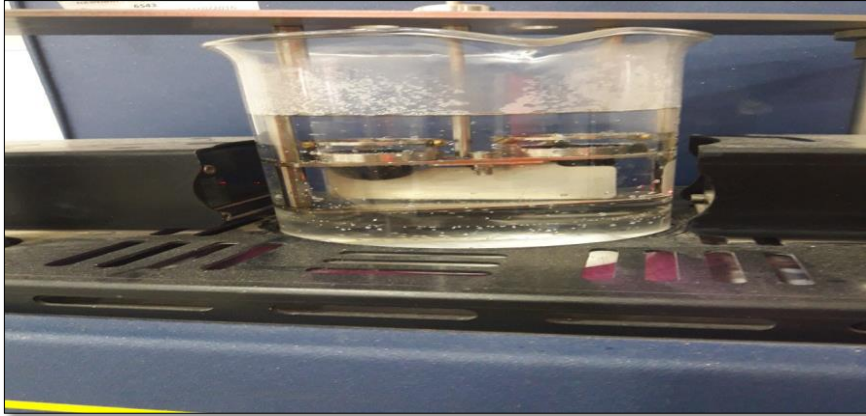


Fig : n°28 : Chauffage graduel des échantillons de bitume-SBS (photo originale)

Noter pour chaque ensemble bille et anneau, la température par thermomètre par la quelle l'échantillon enveloppant les billes touche la plaque inférieure de support. Noter la température consistance (point de ramollissement) (figure 29)



Fig : n°29 : Affichage de résultats d'essai (photo originale)

IV-5.2.Essai de la pénétrabilité (NF EN 1426) :

Cet essai sert à classer les bitumes en fonction de leur consistance. La pénétrabilité (Pen) est la mesure de la profondeur d'enfoncement d'une aiguille normalisée chargée de 100 g dans un godet de bitume placé dans un bain thermostaté à température requis pendant une durée de 5 secondes (Fig n°30). Elle s'exprime en dixième de millimètre et mesuré à l'aide d'un appareil appelé

pénétrromètre.

La pénétrabilité la plus couramment utilisée est celle mesurée à 25°C, ce qui fait un indicateur pour les températures courantes de chaussée. Cette mesure peut être réalisée à plusieurs autres températures et ainsi fournir une indication sur la susceptibilité du liant (bitume). La valeur de la pénétrabilité est d'autant plus importante que le bitume est mou[52].

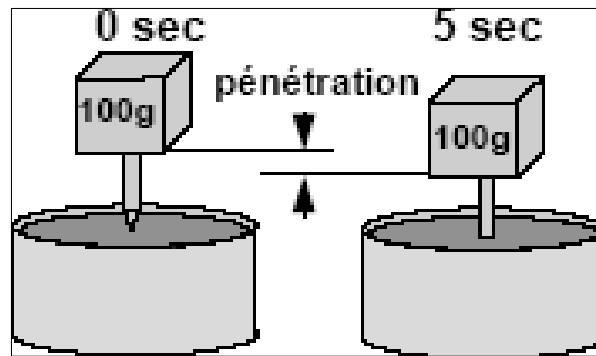


Fig : n°30 : Principe de l'essai de pénétrabilité à l'aiguille

Pour exécuter cette essai on commence par chauffe l'échantillon dans une étuve jusqu'à ce qu'il devient fluide. Ensuite on le verse dans une coupelle normalisée en évitant l'inclusion de bulles d'air puis on le laisse refroidir à l'air libre pendant 90 minutes. Une fois refroidi, la coupelle contenant l'échantillon est placée dans un bain marie à une température de 25°C pendant 90minutes. La coupelle est retirée et l'aiguille du pénétromètre préalablement ajustée au zéro est relâchée pendant 5secondes avant d'être bloquée. On note sur le cadran la profondeur d'enfoncement de l'aiguille. Nous réitérons l'essai trois fois de suite en différents points de la surface de la coupelle. Le résultat final est obtenu en prenant la moyenne des trois essais.



Fig : n°31 : Pénétration de l'aiguille (photo originale)

RÉSULTAT ET DISCUSSIONS



V-1. Introduction

Les résultats dans ce chapitre sont dans la même ordre comme présenter dans le chapitre précédent. On commence par les résultats des échantillons du méthode chimique après on présente les résultats du méthode physique. A la fin de cette chapitre, une comparaison des résultats est effectuer pour tires la conclusion de notre étude.

V-2. Bitume modifié par la méthode chimique :

Ce point résume les résultats de bitumes modifiés par la méthode chimique *IV. II*

V-2.1. Point de ramollissement :

Le tableau 8 regroupe les résultats des essais de point de ramollissement obtenus pour différents taux de polymères : 1% ; 2% ; 3%

Tableau 8 : Résultats de point de ramollissement des bitumes – SBS (MC)

Teneur de SBS	Bitume pur	Valeur de TBA (°C) de bitume modifié		
		Après 7 jours	Après 14 jours	Après 21 jours
1%	54°C	50.8	63.7	64.1
2%	54°C	45.5	52.3	55.2
3%	54°C	49.1	60.4	62

Selon la méthode utilisée pour préparer les bitumes modifiés ce qui basé sur la solubilité de SBS dans le solvant (toluène), on note que ces bitumes nécessitent une période de maturation (période d'évaporation). Sur la base de cette remarque ont choisi de prendre des mesures en différents jours et la première mesure été après 7 jours de la date de modification (figure 32). Les valeurs mesurées pour les trois bitumes été faible par rapport tels de bitume de base (pur). Ce qui signifie que le solvant est encore présente dans la structure.

On continuer les mesures après 14 jours depuis la date de modification, et on note que la valeur de TBA de bitume modifié avec 1, 2 et 3 %sont augmentés par 25 %, 15 et 23 respectivement.

Les mesures de 21 jours montrent une augmentation de TBA dans les trois bitumes 1, 2 et 3% par rapport aux mesures de 14 jours avec des taux de 0.62, 5.54 et 2.64% respectivement. Et

ce dernier arrive à des taux d'augmentation des valeurs de TBA comparativement aux bitumes purs de 19, 2 et 15 % pour 1,2 et 3% respectivement.

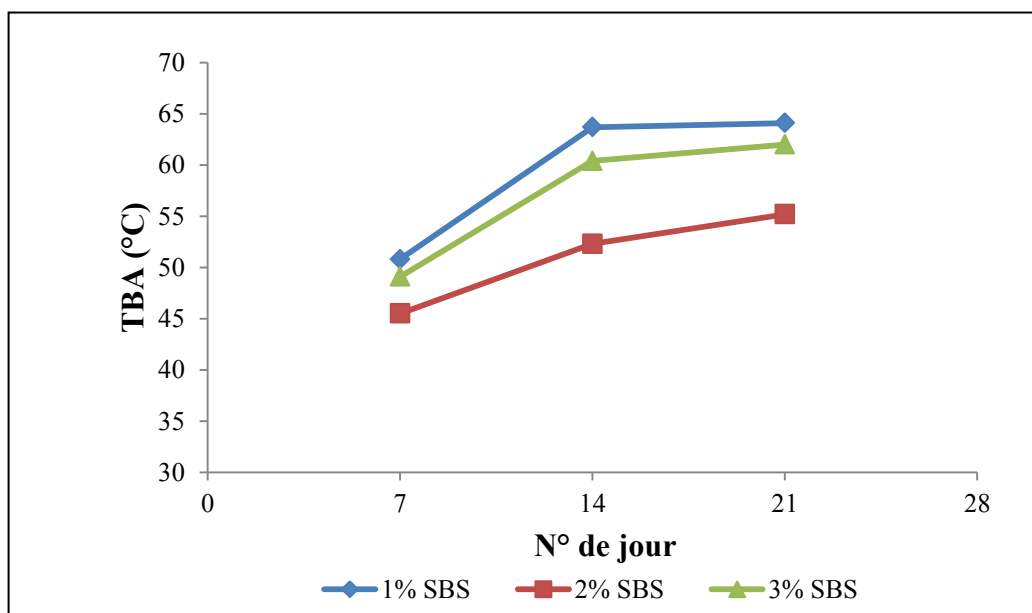


Fig : n° 32 : Variation de point de ramollissement de bitume modifié par SBS en fonction des jours

Selon ces mesures on trouve que la méthode chimique est efficace après l'évaporation total de solvant, ce dernier prend des longues durées et relative au taux de solvant utilisés,

Les bitumes – SBS fabriqué par cette méthode devient moins sensible à la température est plus résistant à la haute température.

V-2.2. Pénétrabilité :

Le tableau 9 regroupe les résultats des essais de pénétrabilité obtenus pour différents taux de polymères : 1% ; 2% ; 3%

Tableau 9 : Résultats de pénétrabilité des bitumes – SBS (MC)

Teneur de SBS	Bitume pur	Pénétrabilité (1/10 mm)		
		Après 7 jours	Après 14 jours	Après 21 jours
1%	47(1/10mm)	47.66	34.43	29.33
2%	47(1/10mm)	80.03	58.56	47.63
3%	47(1/10mm)	78.87	52.86	39.76

Dans la méthode chimique de préparation des bitumes modifiés, les mesures de la consistance prennent à 7, 14 et 21 jours. Les valeurs mesurées après 7 jours pour les trois bitumes été faible par rapport tels de bitume de base (pur), c'est à dire quelles bitumes modifiés perdu la consistance et la dureté de bitume de base. Ce qui signifie que le solvant est encore présente dans la structure comme indique figure 33.

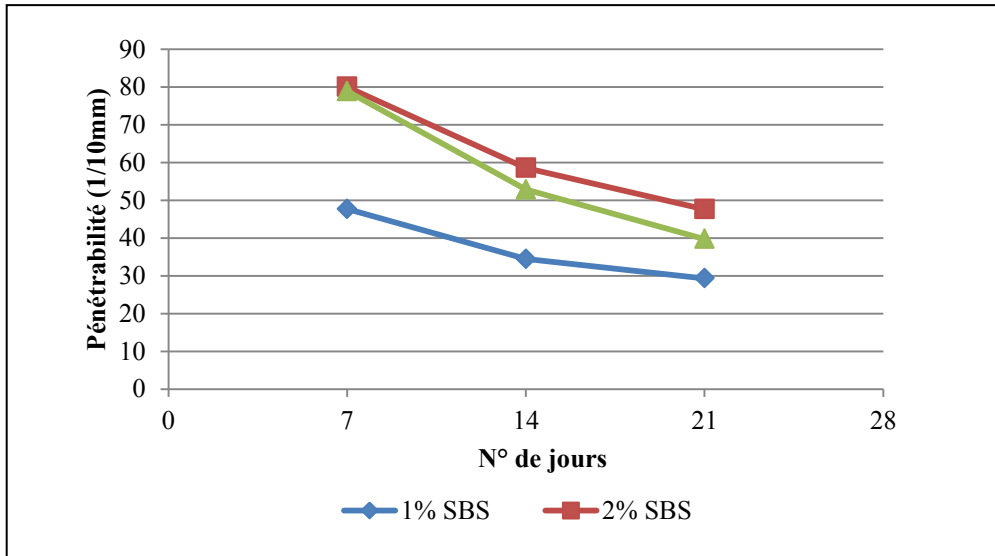


Fig : n°33 : Variation de la pénétrabilité en fonction de la teneur en SBS

La deuxième mesure été après 14 jours d'où on note que la valeur de pénétrabilité des bitumes modifiés avec 1, 2 et 3 % sont diminués par 28, 27 et 33% respectivement. La diminution pour le bitume modifiés avec 1 % de SBS donne une valeur de pénétrabilité inférieure de bitume pur, ce qui signifie ce bitume est deviens plus consistant et plus dur par rapport au bitume pur. Et on peut dire que ce bitume contient moins de toluène est plus proche à l'évaporation totale de solvant contrairement les deux autres bitumes.

Pour les mesures de 21 jours, les valeurs montrent une diminution de pénétrabilité dans les trois bitumes 1, 2 et 3% par rapport aux mesures de 14 jours avec des taux 15, 19 et 25 %respectivement. Et ce dernier arrive à des valeurs de pénétrabilité comparativement aux bitumes purs, d'où ils diminué avec des taux de 38et 15 % pour 1 et 3% respectivement. On peut noter soit dans les valeurs de pénétrabilité, soit les TBA que le bitume – SBS modifiés avec 2 % n'évolue pas avec la même façon d'où les valeurs sont faibles et n'arrive pas à améliorer le bitume.

V-3. Bitume modifié par la méthode physique :

Ce point résume les résultats de bitumes modifiés par la méthode physique § IV. III

V-3.1. Point de ramollissement :

Le tableau 10 regroupe les résultats des essais de point de ramollissement obtenus pour différents taux de polymères : 1% ; 2% ; 3%.

Tableau 10 : Résultats de point de ramollissement des bitumes – SBS (MP)

Teneur de SBS	Bitume pur	Valeur de TBA (°C) de bitume modifié
		Valeur de TBA
1%	54°C	64.9
2%	54°C	67.4
3%	54°C	90.2

Les résultats des essais de **point de ramollissement** sont représentés sur le graphe (figure 34)

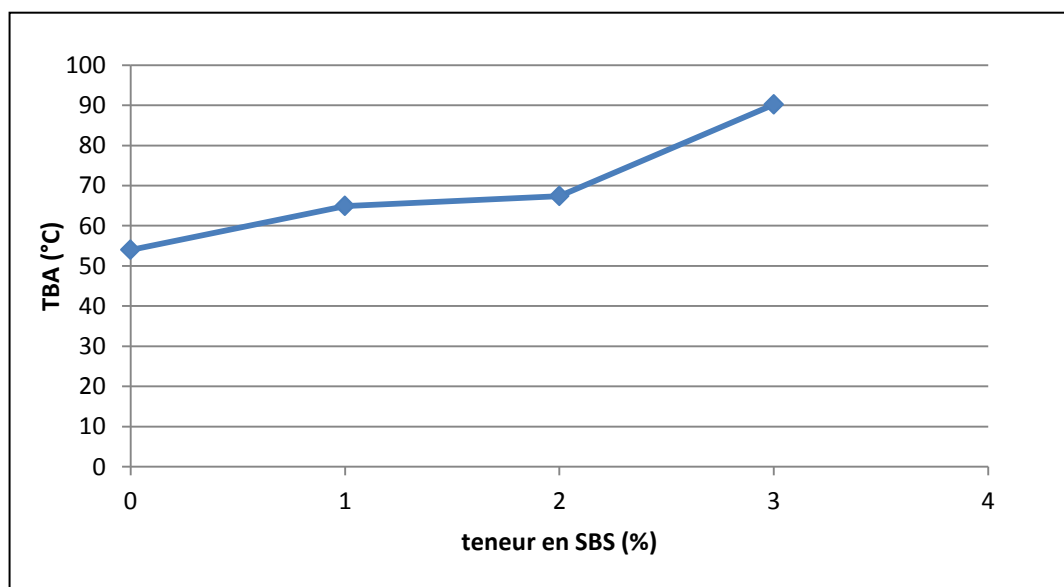


Fig : n°34 : Variation de point de ramollissement en fonction de la teneur en SBS

La figure ci-dessus présente la variation de température de ramollissement en fonction de teneur en SBS, on note que les valeurs ont été augmentées quand compare au bitume pur (initial) par 17, 20 et 40 % pour 1,2 et 3% de SBS respectivement. On note que plus de SBS

utilisé dans la modification plus la température de ramollissement augmente, les valeurs atteignent 90°C pour 3 %. Ces résultats sont compatibles avec les recherches précédentes.

Ces augmentations c'est résultats au changement physique de la structure de bitumes, la présence de température durant l'opération met le SBS fusion avec le temps dans ces conditions, et avec cette présence dans la structure colloïdale de bitume, le SBS sera gonfler avec absorbant les huiles de bitumes, ces huiles ce les composants responsables sur la sensibilité thermique, et le minimise des taux de huiles de bitumes, ce dernier deviens moins sensibles à la température. Et par la suite le liant résultants devient moins sensible à la température.

V-3.2. Pénétrabilité :

Le tableau 11 regroupe les résultats des essais de pénétrabilité obtenus pour différents taux de polymères : 1% ; 2% ; 3%

Tableau 11: Résultats de pénétrabilité des bitumes – SBS (MP)

Teneur en SBS (%)	Bitume pur	Pénétrabilité (1/10 mm) de bitume modifié
1%	47(1/10mm)	16.2
2%	47(1/10mm)	18.5
3%	47(1/10mm)	12.1

La figure 35, présente la variation de température de pénétrabilité en fonction de teneur en SBS, on note que les valeurs ont été diminuées par 66, 61 et 74 % pour 1,2 et 3% de SBS respectivement. On note que plus de SBS utilisé dans la modification moins l'aiguille pénétrer dans les bitumes ce qui signifie ces bitumes – SBS deviens plus durs, les valeurs atteignent 1.2 mm pour 3 %. Et toujours ces résultats sont compatibles avec les recherches précédentes.

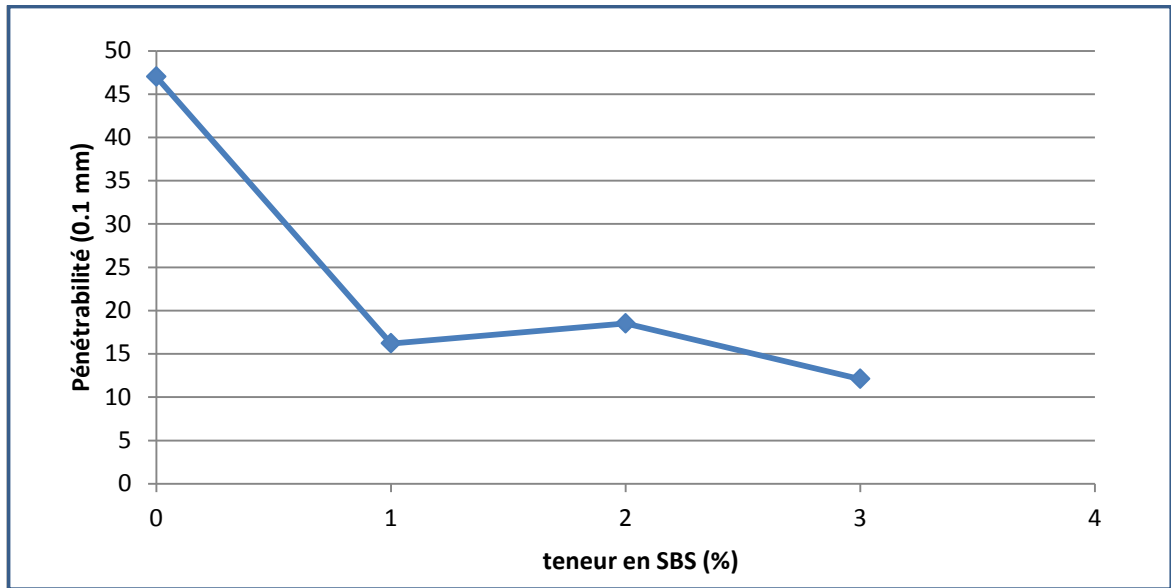


Fig : n° 35 : Variation de la pénétrabilité en fonction de la teneur en SBS

La modification de bitumes par des polymères, minimise les huiles comme nous mentionnons précédemment, ce dernier augmente le taux des éléments asphaltene, ce qui les éléments responsables sur la cohésion et adhésivité de liant, et ce changement est l’origine de l’augmentation la dureté de liant.

V-4. Discussion Comparative

Dans ce point, on présente une comparaison entre les deux méthodes utilisées dans ce projet de recherche, les mesures de TBA et pénétrabilité après 21 jours d’évaporation des produits préparés par la méthode chimique vis-à-vis la méthode physique (instantané).

V-4.1. Point de ramollissement :

Ci-dessous on présente histogramme de comparaison de point de ramollissement entre les deux méthodes.

La figure 36 présentes une comparaison des valeurs de TBA entre les deux méthodes utilisées, on note que les valeurs sont presque égales pour 1% de SBS dans les deux méthodes c'est-à-dire que les bitumes modifiés par la méthode chimique à arrive à l’évaporation total de solvant après 21 jours. Contrairement les deux teneurs SBS, 2 et 3% d’où les valeurs de méthode chimique est encore inferieure de tels de méthode physique, donc ces bitumes n’est pas encore arrive à l’évaporation total de solvant (21 jours d’évaporation).

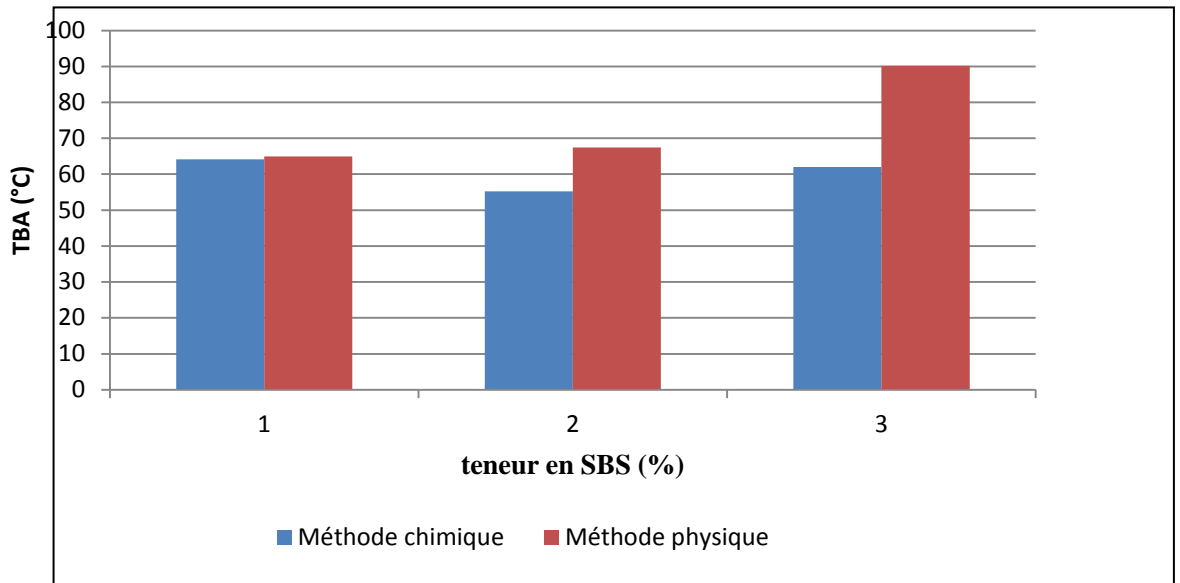


Fig : n°36 : Variation de TBA entre la méthode chimique et physique du bitume

V-4.2. Pénétrabilité :

La figure 37 présente une comparaison des valeurs de la dureté mesuré par la pénétrabilité entre les deux méthodes utilisées, on note que les valeurs de la pénétrabilité de bitume préparé par la méthode physique sont inférieure a tels de bitume préparé par la méthode chimique. Ce qui signifie les bitumes – SBS – toluène sont moins durs que les bitumes – SBS. Ce peut interpréter par la présence de toluène qui joue un rôle de fluidifiant dans ce cas.

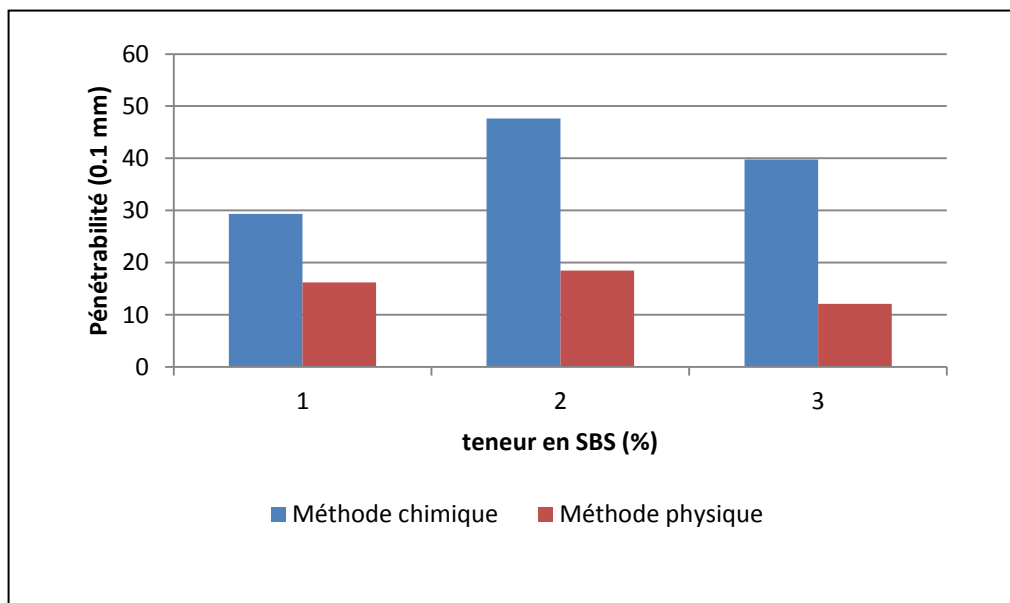


Fig : n°37: Variation de pénétrabilité entre la méthode chimique et physique du bitume modifié par SBS

On note donc les valeurs de TBA précédemment que le bitume modifié avec 1 % de SBS dans par les deux méthodes sont égaux, si on peut dire que le toluène est totalement évaporé dans ce cas, on sort que la méthode chimique ne nous donne pas le même effet que la méthode physique (-70 %).

On a concerté sur la dureté et la sensibilité thermique parce que ils sont les paramètres essentiels pour caractériser les bitumes compatibles avec notre région, éteindre des valeurs plus de 60°C avec une nouvelle méthode c'est important. La méthode chimique présente des bonnes valeurs après des durées de 14 à 21 jours relativement au teneur en polymères utilisés. Les bitumes résultats après cette période sont des bitumes plus durs, moins sensible à changement de température et peut résistance le climat chaud. Malgré que cette méthode ne donne pas encore le même effet de l'ancien méthode (physique) mais le gagne d'énergie est important dans ce cas. Les valeurs des bitumes modifiant avec 2 % ne sont pas assez important, ce qui pose des questions sur la maîtrise de cette méthode, et dans ce sens on à mettre quelque perspective dans la conclusion générale.

CONCLUSION ET RECOMMANDATION



Conclusions et recommandations

Le but de ce travail est d'étudier les propriétés physiques du bitume modifié par le styrène-butadiène-styrène polymère. La modification est fait en utilisant une nouvelle technique baser sur le gonflement de polymères (poudre) dans un solvant. Il était proposer que cette méthode peut donner de bonnes propriétés au bitume à moindre consommation d'énergie comparativement aux méthodes habituellement utilisées (modification a chaud).

La méthode utilisée c'est une nouvelle méthode il est encore un sujet de recherche donc il y'a une certaine difficulté à maitriser et contrôle et connaître la totalité des facteurs influents l'opération de modification, et la détermination de ces facteurs été les résultats de quelque recherche nous avons réalisé au début de ce travail et n'est pas présenté dans ce rapport. Après c'est expérience préliminaire on a fixé le pourcentage de l'SBS, 1, 2 et 3% et la quantité de toluène ajouté selon un rapport massique entre SBS et toluène.

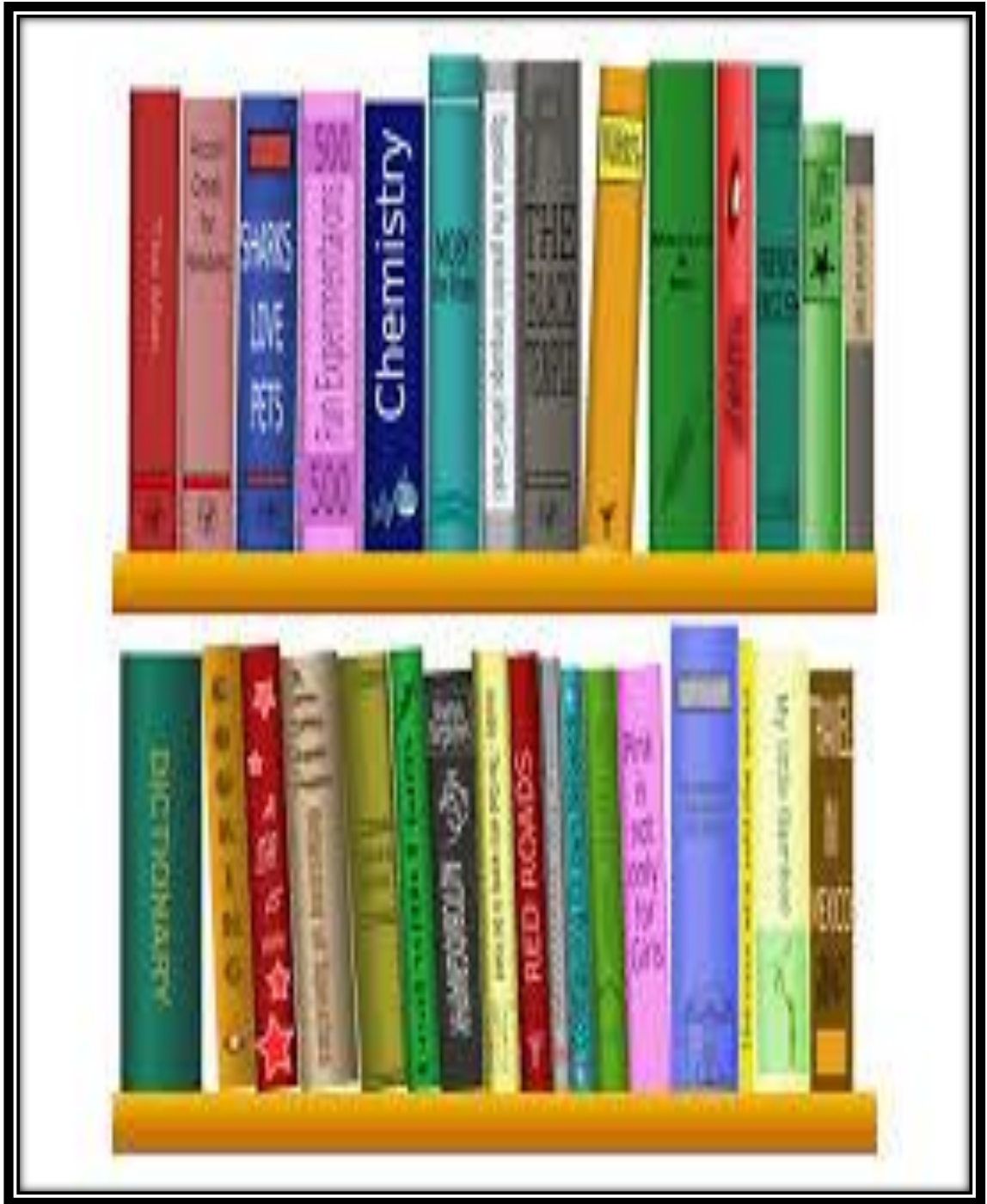
Les périodes de maturation et évaporation de la solution, est relative au rapport massique, teneur de polymères et cette durée est très longues arrive à 21 jours, et on a des expectations que cette durée est peut prolonger entre 1 et 2 mois.

Et suivant un processus d'évaluation de ces bitumes avec le temps, et après 14 et 21 jours et l'évaporation de la solution à arriver un taux important, et le mélange de bitume avec cette méthode présente des résultats est amélioré.

Nous avons effectué les mêmes expériences d'une manière habituelle. En a comparé les résultats et nous avons constaté que la méthode chimique n'était pas encore mature et qu'elle donnait de bons résultats sur le long terme. Et selon la comparaison effectue avec la méthode habituelle nous avons constaté que la méthode chimique n'était atteinte le même impact de la méthode habituelle. Et dans ce sens en recommandons que :

- Réalisation des uns ensembles des essais rhéologiques sur les liants modifiés en méthodes chimiques de meilleure compréhension ;
- Réalisation des essais des images microscopique en UV évaluer l'homogénéité de mélange bitumes – SBS en méthode chimique ;
- Étudier l'effet de taux gonflement de polymères sur le solvant a les caractérisés de bitumes modifiés en cette méthode.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES



Références Bibliographiques

- 1- Historique d'un matériau routier USIRF routier de France pp 1- 27décembre 2011
- 2- Bernard Lombardi ; Bitume info Aménager, construire, innover juin 2005N° spécial 1 pp 1-36
- 3- Alain Béghin ; « apport de mesure rhéologique et de pelage à l'analyse de la répture de liants bitumineux »; thèse de doctorat de l'université de paris 6 pp 20-21 ; 2003
- 4- Ababsa Moussira ; « valorisation des mélanges bitume-polymère par le procédé de la pyrolyse », soutenance de magister, 2006 p 3-11CULARbi Ben M'hidi Oum Elbaouaghi
- 5- Belabed Saida et zerouel Nacira ;« fluage des enrobés bitumineux avec ajout d'un polymère »; projet de fin d'étude USTHB FGC 2006
- 6- Ourari Linda et Djanali Sara ; « étude comparative des procédés de modification du bitume routier algérienne 40/50 par des déchets polymérique »; mémoire fin d'étude université Boumerdes ; pp 15, 2017
- 7- Nadine Tachon ;« nouveaux type de liants routiers à haute performances, à teneur en bitume réduite par addition de produits organiques issus des aroressources» ; titre de docteur de l'institut national poly Technique de Toulouse pp 8, 2008
- 8- Ajour et al, « Constitution et propriétés physico-mécaniques des bitumes, Journées d'information Bitumes et enrobés bitumineux», pp 21-139, Paris, 1971.
- 9- Kennel. M, Morphologie et rôle des asphaltènes dans les bitumes routiers, Bulletin de liaison ponts et chaussées, N° spécial V, pp. 73-78, 1977.
- 10- Harlin M, Le bitume « Propriétés, caractéristiques, essais de laboratoire et spécifications», Formation continue E.N.P.C. Session Couche de roulement, Paris, Novembre 1992.
- 11- Di Benedetto. H, Corte J.F, Matériaux routiers bitumineux1 : description et propriétés des constituants , Hermès, 2004.
- 12- Dony. A, Liants bitumes-polymères. De la fabrication à la mise en oeuvre en enrobés : influence de la nature du bitume sur leurs propriétés mécaniques, leur micromorphologie et leur stabilité thermique, Etude et recherches des laboratoires des ponts et chaussées Série chaussée CR15, pp 8, 1991.
- 13- Lessueur. D, La Rhéologie des bitumes: principes et modification, Rhéologie, Vol. 2, pp. 1-30, 2002.

- 14- Farcas. Fet Platret .G, Méthodes physico-chimiques pour la caractérisation de matériaux du génie civil et le suivi de leur vieillissement, Laboratoire des Ponts et Chaussée L.C.P.C., Aout 2007.
- 15- Brion,Y. Structure colloïdale des bitumes. Relations entre composition structure-comportement-Rapports desLaboratoires, Série Physique et Chimie, PC-4, juin 1984
- 16 - Lesueur, D et Planche, P, Bull. Liaison. Labo. P et Ch. 229, 3, nov-déc. 2000
- 17 - Brûlé, B., Rev. gén. routes aérod., 758, 7, 21 janvier 1998
- 18 - Trudeau.S, introduction aux bitumes MCA, formation technique de bitumes Québec pp 1-31, 2012
- 19 -J.F. Corté, H. Di Bendetto, Matériaux routiers bitumineux 1, description et propriétés des constituants, ed. Lavoisier, 2005
- 20 - Nellenstein, F J. Inst. Pet, 10, p 311, 1924
- 21 - Dickie, J.P., Yen, T.F., Anal Chem., 39, p 1847, 14 décembre 1967
- 22 - Brûlé, B, Bull. Liaison. Labo. P et Ch., 128, pp 107-120, nov.-déc 1983
- 23 -Olard. F., « Comportement thermomécanique des Enrobés bitumineux à basses températures, Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé», Thèse de doctorat INSA de Lyon, France, 2003.
- 24 - Kebaili.N « L'asphaltes caoutchouc valorisation de la poudrette de caoutchouc en domaine routier» thèse de Docteur Université Kasdi Merbah Ouargla 2017
- 25 - Shell Bitumes, Bitumes : techniques et utilisations, juin 1991
- 26 - Berthier.Jean. Projet et construction de routes. Lien : <http://197.14.51.10:81/pmb/GENIE%20CIVIL/TECHNIQUES%20PARTICULIERES/c5500.pdf>
- 27- Dony Anne, Liants bitumes-polymères de la fabrication a la mise en oeuvre en enrobes: Influence de la nature du bitume sur leurs propriétés mécaniques, leur micromorphologie et leur Stabilité thermique. LCPC, No. CR15. 1991. ISSN 1160-9761
- 28 -H. BAAJ. « Comportement à la fatigue des matériaux granulaires traités aux matériaux Hydrocarbonés». Thèse de Doctorat: INSA Lyon 2002, 199 p.
- 29 - Merbouh, M « 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, 264 p.
- 30 - introduction à la physique des polymères cour et exercices 2^{eme} édition DUNOD, paris 2002,2012ISBN978-2-10-058167-2
- 31 - CHIMIE-SUP.FR, Généralités sur les polymères, Propriétés, synthèses, polymérisations,

- utilisations . Site : <http://chimie.sup.pagespersoorange.fr/polymeres/GENERALITESPOLYMERES.html>.
- 32 - la chimie des polymère/société foncophone de biomatériaux dentaire. p. WEISS 2009-2010 université Médicale Virtuelle Francophone pp 1-17
- 33 - Djoudi, L; « Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation» Pour obtenir Le Diplôme de Magister en Chimie Université Mohamed Khider – BISKRA 2007
- 34 - Jean-Marc HAUDINCEMEF ; Cour Materiaux Elaboration des Polymères pp 1-27, 2005
- 35 - "Polymère" Microsoft ® Encarta ® 2007. [CD].Microsoft Corporation.
- 36 - S. Jouenne, « option chimie et physicochimie des polymères»; Thèse de Doctorat Université Pierre et Marie Curie, (2005).
- 37 - "Différents types de matières plastiques" [http// : cap sciences.net/upload/differents_plastiques](http://sciences.net/upload/differents_plastiques).
- 38 - " Aucun titre de diapositive " [http://:www.civil.usherbrooke.Ca/cours/gci116/notes cours/5.2polymères](http://www.civil.usherbrooke.Ca/cours/gci116/notes_cours/5.2polymères). pp6.
- 39 - Haidar. H et Younsi. A « influence de la granularité du polymère dans la modification des bitumes » projet de fin d'études USTHB FGC 2007
- 40 - Fontanille. M et Jean-Pierre.V « Polymérisation ', Technique de l'Ingénieur, A3040, 1994.
- 41- Saoula. S, Ait Mokhtar. A et Haddadi .S « Valorisation des enrobés modifiés à base d'additifs polymères», XI Journées Maghrébines des Sciences des Matériaux, Mahdia-Tunisie, 2008.
- 42 - E. ZOOROB S, B .SUPARMA L, Laboratory design and investigation of the properties of continuously graded Asphaltic concrete containing recycled plastics aggregate replacement (Plastiphalt), Cement & Concrete Composites, Vol.22, pp. 233-242, 2000.
- 43 - Tayfur. S, Özen. H et Aksoy. A « Investigation of rutting performance of asphalt mixtures containing polymer modifiers, Construction and Building Materials», Vol.21, pp. 328-337, 2007.
- 44 - YILDIRIM Y., « Polymer modified asphalt binders, Construction and Building Materials», Vol.21, pp. 66-72, 2007.
- 45 - Olga Solomatnikova, « Comportement rhéologique et propriétés cohésives et Adhésives des liants bitumineux», Université Laval pp 12-23 Avril 1998
- 46 - Boughamsa,W; « Les Bitumes Modifiés Par Des Polymères »; Déplume de Magister ; Université du 20 Aout 1955 – SKIKDA ; pp 11-51, 2008

- 47 - Lefeuvre, Yann. « Contribution to the fatigue behaviour study of bituminous material . Diss.Ecole des Ponts Paris Tech, 201 p, 2001.
- 48 -.Letoffe Jean-Marie, et al. « Analyse thermique de bitumes routiers modifiés par des polymères.» BULLETIN-LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES (2000): 13-20.
<http://www.ifsttar.fr/ressources-en-ligne/les-outils/portail-documentaire/ressources-enlignelibrairie/acceder-aux-sommaires-des-numeros-du-blpc-n201-a-n281/>.
- 49 - Iggui. K.; « Modification de Bitumes par des Matériaux Polymères Dégradés à Base de Polyéthylène Basse Densité (PEBD) et de Copolymères d’Ethylène et d’Acétate de Vinyle (EVA)»Mémoire de Magister. Université de Bejaia, 2010
- 50 - Bensebaa. K, « Etude du fluage statistique sur les enrobes bitumineux à base de bitume modifié à la poudrette de caoutchouc », 1st workshop USTHB-NAFTAL, Alger 12Mai2004.
- 51 - Norme européenne, norme française, Bitume et liants bitumineux, Détermination de la température de ramollissement, NF EN 1427, Décembre 1999. Indice de classement : T 66-008
- 52 - Norme européenne, norme française, Bitume et liants bitumineux, Détermination de la Pénétrabilité à l’aiguille, NF EN 1426, Décembre 1999. Indice de classement : T 66-004.
<https://docplayer.fr/37376753-Introduction-i-1-notions-sur-les-polymeres-i-2-definition.html>
<https://fr.calameo.com/books/0050599894aa7671c3ee6>
<http://www.bitumequebec.ca/wp-content/uploads/2015/06/m.-jean-pascal-planche-montreal-2005.pdf>.

Résumé

Le bitume est un matériau hydrocarboné très sensible à la variation de la température, ce qui engendre des déformations permanentes et des dégradations dangereuses des corps de chaussées en particulier les couches de roulement. Et la stabilité et la dureté de ce liant est très essentielle pour la durée de vie des ouvrages de génie civil tels que les routes et les aérodromes.

Plusieurs chercheurs trouvent que les polymères peuvent être le meilleur modificateur et d'améliorateur de bitumes, et par la suite les routes. La méthode base sur le gonflement des polymères dans la structure de bitume, ce dernier consomme plein d'énergie et la maîtrise est un peu délicat

Ce travail est pose une nouvelle méthode de modification base sur la solubilité de polymères tels que SBS dans notre cas dans le solvant tels toluène. Les résultats on montre que les bitumes peuvent modifier par cette méthode, et donne des bons résultats comparativement au l'anciens méthode qui consomme plus d'énergie, en trouve une amélioration dans la dureté et la consistance à température ambiante exprimé par les valeurs de pénétrabilité, en aussi la sensibilité thermique exprimé par les valeurs de TBA.

Mots clés : bitume, polymère (SBS), modification, TBA, pénétrabilité, solvant (toluène)

Abstract

Bitumen is a hydrocarbon material that is very sensitive to temperature variation, which leads to permanent deformations and dangerous deteriorations of the raised bodies, in particular the wearing courses. And the stability and hardness of this binder is very essential for the life of civil engineering works such as roads and airfields.

Several researchers find that polymers can be the best modifier and bitumen enhancer, and eventually the roads. The method based on the swelling of polymers in the bitumen structure, the latter consumes a lot of energy and the mastery is a little tricky

This work is laying a new method of modification based on the solubility of polymers such as SBS in our case in the solvent such as toluene. The results show that bitumens can be modified by this method, and gives good results compared to the old method that consumes more energy, finds an improvement in the hardness and consistency at room temperature expressed by the values of penetrability, also the thermal sensitivity expressed by the TBA values.

Key words : bitumen, polymer (SBS), modification, TBA, penetrability, solvent (toluene)

ملخص

البيتومين عبارة عن مادة هيدروكربونية حساسة للغاية لتغير درجات الحرارة، مما يؤدي إلى تشوهات دائمة وتدهور خطير في الأجسام المرتفعة، وخاصة دورات التآكل. واستقرار وصلابة هذا الموثق أمر ضروري للغاية لحياة أعمال الهندسة المدنية مثل الطرق والمطارات.

يجد العديد من الباحثين أن البوليمرات يمكن أن تكون أفضل مُعدّل للبيتومين، وفي النهاية تكون الطرق. طريقة تعتمد على تورم البوليمرات في بنية البيتومين، وتستهلك هذه الأخيرة الكثير من الطاقة والبراعة هي صعبة بعض الشيء يضع هذا العمل طريقة جديدة للتعديل تعتمد على قابلية ذوبان البوليمرات مثل SBS في المذيب مثل التولوين في حالتنا أظهرت النتائج أنه يمكن تعديل البيتومين بهذه الطريقة، ويعطي نتائج جيدة مقارنة بالطريقة القديمة التي تستهلك طاقة أكثر، ويجد تحسنا في الصلابة والاتساق في درجة حرارة الغرفة معبرا عن قيم قابلية النفاذ، وكذلك الحساسية الحرارية التي أعرب عنها القيم TBA.

الكلمات المفتاحية: البيتومين، البوليمر (SBS)، التحويل، TBA، النفاذية، المذيب (التولوين)