



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et Géologie

# *Memorie de Fin d'Etudes*

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines

Option : Valorisation des Ressources Minérales

*Présenté par*

*M<sup>LLE</sup> BELLAGH Wahiba*

*M<sup>lle</sup> BELKACEM Amina*

**Thème**

***Stabilisation/Solidification d'un déchet organique à base de liants bitumineux***

Soutenu le 04/ 07 /2017 devant le jury composé de:

Président: Mr BOUZEROURA. M

MCA U.A.M.B

Promoteur: Mr MOUSSACEB. K

Pr U.A.M.B

Examineur: Mr BOUDRAHEM. M

MCA U.A.M.B

Co promotrice : M<sup>ELLE</sup> BELLACHE.D

Doctorante U.A.M.B

*Année Universitaire: 2016-2017*

# REMERCIEMENT

*Avant tout, nous remercions Dieu de nous avoir donné  
la force et la foi afin de réaliser ce travail.*

*Nous tenons à remercier profondément Mr MOUSSACEB pour son  
encadrement et ces conseils.*

*Ainsi que Mme BELLACHE pour son aide, sa patience, ses  
orientations et ces conseils qui nous ont aidés pour le développement  
de notre mémoire.*

*Nous tenons à adresser nos sincères remerciements à Mr BELKACEMI  
Tayeb, Mr FERHOM professeur au sein de l'université de TIZI-OUZOU  
et Mme Habiba la technicienne de laboratoire du bloc génie de  
procédés de l'université de Bejaia.*

*Sans oublier tous les enseignants du département des Mines et  
Géologie.*

*Que le président de jury et les membres du jury  
Trouvent ici nos remerciements les plus respectueux pour  
L'honneur qu'ils nous font, en acceptant d'examiner et de  
Juger notre travail.*

*Nous tenons à remercier vivement nos parents, nos  
frères et sœurs pour leur amour qui est le meilleur des*

*encouragements.*

*Enfin, nous réservons un vif remerciement à tous nos  
amis et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à  
la concrétisation de ce travail.*

# Dédicaces

*Je dédie ce travail à :*

*Mes très chers parents pour leurs amours, leurs sacrifices  
et leurs encouragements.*

*Mes très chères sœurs: cherifa, Dalila, Zahwa.*

*Mon très cher frère: Rabah.*

*Mes aimés : Yasmin, Katia, Fairouz.*

*A mon ami Fatah Abdelkader*

*Mon binôme et amie Amina ainsi que toute sa famille.*

*A toute la promotion master 2 valorisation des ressources  
minérale.*

*A toute les gens qui ont participé à ce travail.*

*Wahiba.*

## Dédicaces

*Du fond de mon cœur je dédie ce travail à mes parents surtout ma mère qui ma soutenue durant toutes la période de mes études et mes frères : Aghilas, Mazari, Walid, Asma, Lamia.*

*A mes familles HOUCHE et BELKHEM*

*Surtout mon oncle Hocine Hcen*

*A mon binôme et amie Wahiba*

*A mes amies : Saddika, Meryem, Salima, Saliba,  
Fadila,*

*A tous les étudiants de master 2 VRM promotion  
2012/2013*

*Amina.*

---

---

## Sommaire

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

**Liste des abréviations**

**Introduction générale**

### **CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE.**

<b>I.1. Déchet pétrolier.....</b>	<b>2</b>
<b>I.1.1. Composition des déchets pétroliers.....</b>	<b>2</b>
<b>I.1.1.1. Les hydrocarbures.....</b>	<b>2</b>
<b>I.1.1.2. Métaux lourds.....</b>	<b>3</b>
<b>I.2. Stabilisation/solidification par liant bitumineux.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.1. Liant bitumineux.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.1.1. Origine et composition.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.1.2. Propriété.....</b>	<b>10</b>
<b>I.2.2. Enrobés bitumineux.....</b>	<b>14</b>
<b>I.2.2.1. Fabrication.....</b>	<b>14</b>
<b>I.2.2.2. Caractéristique.....</b>	<b>15</b>
<b>I.2.3. Caractérisation des déchets stabilisés / solidifiés par liant bitumineux.....</b>	<b>20</b>
<b>I.3. Test de lixiviation.....</b>	<b>20</b>
<b>I.3.1. Objectif des tests de lixiviation.....</b>	<b>21</b>

**Références bibliographique du chapitre I**

### **CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES**

<b>II.1. Echantillonnage.....</b>	<b>25</b>
-----------------------------------	-----------

---

<b>II.2.</b>	Caractérisation des boues.....	25
<b>II.2.1.</b>	Détermination de la teneur en eau, huile et solide : méthode gravimétrique.....	25
<b>II.2.1.1.</b>	Teneur en eau.....	25
<b>II.2.1.2.</b>	Teneur en huile.....	25
<b>II.2.1.3.</b>	Teneur en solide.....	26
<b>II.2.2.</b>	Identification des phases minéralogique par l’analyse DRX.....	26
<b>II.3.</b>	Formulation.....	27
<b>II.4.</b>	Caractérisation des mélanges bitume boue.....	28
<b>II.4.1.</b>	Mesure de la masse volumique et de la densité des bitumes modifier.....	28
<b>II.4.2.</b>	Détermination de la pénétrabilité a l’aiguille des produits bitumineux (NF T 66-004).....	29
<b>II.4.3.</b>	Point de ramollissement Bille Anneau (NF T 66-008).....	30
<b>II.4.4.</b>	Résistance à la traction.....	32
<b>II.4.4.1.</b>	Description de la machine.....	32
<b>II.4.4.2.</b>	Dimension des éprouvettes.....	32
<b>II.4.4.3.</b>	Principe de l’essai de traction.....	33
<b>II.4.4.4.</b>	L’exploitation de l’essai.....	33
<b>II.5.</b>	Caractérisation des granulats.....	34
<b>II.5.1.</b>	Analyse granulométrique (EN FN 993-1-mai 2012).....	34
<b>II.5.2.</b>	Essai de Los Angeles (NF P 18-573 Décembre 1990).....	36
<b>II.6.</b>	Formulation d’enrobe.....	36
<b>II.7.</b>	Caractérisation des enrobes.....	37
<b>II.7.1</b>	Essai MARSHALL.....	37
<b>II.8.</b>	Test de lixiviation sur enrobé.....	38

---

<b>II.8.1.</b> Test de TCLP.....	38
<b>II.8.2.</b> Test de l'influence de pH sur la solubilité des polluants (IpH).....	38
<b>II.8.3.</b> Test de l'eau de pore (EP) et de la fraction maximale mobilisable (FMM).....	39
<b>II.8.4.</b> La spectrométrie d'absorption atomique SAA.....	40

## Références bibliographique du chapitre II

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

<b>III.1.</b> Caractérisation des boues de pétrole.....	43
<b>III.1.1.</b> Détermination de la teneur en eau, huile, et solide.....	43
<b>III.1.2.</b> Analyse par diffraction au rayon X.....	43
<b>III.1.3.</b> Composition chimique élémentaire.....	44
<b>III.2.</b> Caractérisation des mélanges bitume-boue.....	45
<b>III.2.1.</b> Essai de traction.....	45
<b>III.3.</b> Caractérisation des granulats.....	46
<b>III.3.1.</b> Analyse granulométrique (EN FN 3-1-mai 2012).....	46
<b>III.3.2.</b> Essai los Angles (NF P 18-573 décembre 1990).....	51
<b>III.4.</b> Etude des formulations des enrobés bitumineux.....	51
<b>III.4.1.</b> Composition granulaire.....	51
<b>III.4.2.</b> Formulation d'enrobés bitumineux.....	53
<b>III.5.</b> Test de lixiviation.....	56
<b>III.5.1.</b> Test de TCLP.....	56
<b>III.5.2.</b> Test de l'influence de pH sur la solubilité des polluants (IpH).....	56
<b>III.5.3.</b> Test de l'eau de pore (EP) et de la fraction maximale mobilisable (FMM).....	58
<b>III.5.4.</b> L'influence du temps sur les concentrations de Zn et Pb.....	59

**CONCLUSION**.....62

## LISTE DES TABLEAUX

### CHAPITRE I

<b>Tableau I.1</b> : Rapport entre le flux lié à l'activité humaine et le flux naturel.....	5
<b>Tableau I.2</b> : Flux des métaux lourds dans l'environnement.....	5
<b>Tableau I.3</b> : Quelques impacts des métaux lourds sur la santé humaine.....	7
<b>Tableau I.4</b> : Exemple type d'une analyse élémentaire des constituants de bitume.....	9
<b>Tableau I.5</b> : Masse moléculaires des constituants de bitume.....	10

### CHAPITRE II

<b>Tableau II.1</b> : Formulation des bitumes modifiant.....	27
<b>Tableau II.2</b> : Le nombre de boulets pour chaque classe granulaire.....	36
<b>Tableau II.3</b> : Présentations des quantités de matériaux nécessaires pour l'élaboration des tests EP et FMM.....	40

### CHAPITRE III

<b>Tableau III.1</b> : Teneur en eau, huile et en solide.....	43
<b>Tableau III.2</b> : Composition chimique élémentaire de lixiviat propre à chaque boue.....	45
<b>Tableau III.3</b> : Résultats de l'analyse granulométrique 8/15.....	47
<b>Tableau III.4</b> : Résultats de l'analyse granulométrique 3/8.....	48
<b>Tableau III.5</b> : Résultats de l'analyse granulométrique 0/3.....	50
<b>Tableau III.6</b> : Caractérisation des granulats utilisés.....	52
<b>Tableau III.7</b> : Performance du béton bitumineux.....	53
<b>Tableau III.8</b> : Concentration de Zn et Pb dans la solution de lixiviation .....	55
<b>Tableau III.9</b> : Concentration de Zn et Pb en fonction de pH.....	56
<b>Tableau III.10</b> : Concentration de Zn et Pb en fonction de rapport L/S.....	57
<b>Tableau III.11</b> : Concentration de Zn et Pb en fonction de temps d'agitations .....	59
<b>Tableau III.12</b> : pourcentage relargué en métaux lourds après S/S.....	61

---

## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE I

<b>Figure I.1</b> : Angle de mouillage à l'interface liquide-solide.....	15
<b>Figure I.2</b> : Déplacement du bitume par l'eau.....	18
<b>Figure I.3</b> : Schéma des différents modes d'absorption d'eau par des enrobés bitumineux et leurs effets. ....	20

### CHAPITRE II

<b>Figure II.1</b> : Illustration de la loi de Bragg et de l'indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl).....	27
<b>Figure II.2</b> : Essai de pénétrabilité pour le bitume.....	29
<b>Figure II.3</b> : Principe de ramollissement.....	30
<b>Figure II.4</b> : Appareille bille anneau.....	31
<b>Figure II.5</b> : Machine de traction et système d'acquisition des données.....	32
<b>Figure II.6</b> : Eprouvette de traction.....	32
<b>Figure II.7</b> : Exécution de l'essai de traction.....	33
<b>Figure II.8</b> : Domaines de déformation lors de l'essai de traction. ....	34
<b>Figure II.9</b> : Colonne de tamis.....	35
<b>Figure II.10</b> : Appareille MARSCHAL.....	37

### CHAPITRE III

<b>Figure III.1</b> : Diffractogramme obtenue par DRX des quatre échantillons de boue.....	44
<b>Figure III.2</b> : La résistance à la traction en fonction de la teneur en déchet.....	45
<b>Figure III.3</b> : Courbe granulométrique de la 8/15.....	47
<b>Figure III.4</b> : Courbe granulométrique de la 3/8.....	49
<b>Figure III.5</b> : Courbe granulométrique de la 0/3.....	50

---

<b>Figure III.6:</b> Composition granulaire de béton bitumineux.....	52
<b>Figure III.7 :</b> Stabilité en fonction de la teneur en déchet D1.....	54
<b>Figure III.8:</b> Fluage en fonction de la teneur en déchet D1.....	54
<b>Figure III.9:</b> Quotient MARSCHAL en fonction de la teneur en déchet D1.....	55
<b>Figure III.10:</b> Evolution de la concentration de Pb en fonction de pH.....	56
<b>Figure III.11:</b> Evolution de la concentration de Zn en fonction de pH.....	57
<b>Figure III.12:</b> Evolution de la concentration de Pb en fonction de rapport L/S.....	58
<b>Figure III.13:</b> Evolution de la concentration de Zn en fonction de rapport L/S.....	58
<b>Figure III.14:</b> Evolution de la concentration de Pb en fonction de temps.....	59
<b>Figure III.15:</b> Evolution de la concentration de Zn en fonction de temps.....	60

## LISTE DES ABREVIATION

OMS: organisation mondiale de la santé.

L/S: rapport liquide / solide (ml/g).

S/S : stabilisation / solidification.

DRX: diffraction des rayons X.

EP : eau de pore.

FMM : fraction maximale mobilisable.

IpH : influence de pH

pH: potentiel d'Hydrogène.

SAA : Spectroscopie d'Absorption Atomique.

TCLP: Toxicity Characteristic Leaching Procedure.

Hkl: famille de plans réticulaires.

ATSM : American Society for Testing Materials

# **Introduction générale**

## INTRODUCTION GENERALE

Du point de vue de l'évaluation environnementale, il existe une hiérarchisation des stratégies de gestion des déchets, qui se traduit par une distinction entre les déchets. L'expression « déchet ultime » a ainsi été créée pour désigner les déchets inévitables dans la limite des solutions de traitement techniquement et économiquement acceptables. Les déchets ultimes massifs et stables, dont les éléments sont présents sous une forme peu ou pas toxique ou encore sous une forme difficilement mobilisable, sont stockés en l'état dans des centres réservés à cet effet (Centre de Stockage des Déchets Ultimes). Les déchets ne présentant pas initialement les caractères de massivité et stabilité doivent subir un traitement dit de stabilisation/solidification qui est un procédé qui transforme les déchets en matériaux solide moins problématique d'un point de vue environnemental et cela nécessite l'utilisation des matériaux dit liants hydrauliques et bitumineux.

Il existe plusieurs catégories de liants et les plus utilisés sont : les liants hydrauliques et les liants bitumineux.

Les liants hydrauliques sont des poudres minérales qui forment avec l'eau une pâte faisant prise et durcissant progressivement, même à l'abri de l'air et notamment sous l'eau.

Les liants bitumineux se présentent sous la forme de corps visqueux, plus au moins viscoélastiques, dont la couleur varie de brun au noir. Il contient essentiellement des éléments hydrocarbonés.

Notre travail consiste à stabiliser/solidifier un déchet organique qui est le rejet pétrolier (boue) de Terminale marin de Bejaia on utilisant un liant bitumineux, pour développer un nouveau matériau de couverture imperméable à l'eau qui peut être utilisé dans le revêtement des routes.

Notre travail est divisé en trois chapitres :

- Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique sur les déchets pétroliers, les bitumes et les enrobés bitumineux.
- Le deuxième chapitre sera consacré à la présentation des différentes méthodes d'analyses réalisées sur nos échantillons.
- Dans le troisième chapitre on traite les résultats d'analyses et leurs interprétations.

Et on termine notre travail par une conclusion générale et des perspectives.

**Chapitre I**  
**Revue bibliographique**

## **CHAPITRE I**

### **REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

#### **I.1. Déchet pétrolier**

Ce type de déchet pétroliers provient des procédés d'extraction de transport et du raffinage et du conditionnement du pétrole, c'est-à-dire l'ensemble des traitements et transformations visant à tirer du pétrole les substances utilisées par les consommateurs et ayant généralement une valeur commerciale significative. Il existe plus d'une trentaine de procédés de raffinage du pétrole : en effet selon les produits souhaités, des procédés de craquage, viscoréduction, filtration, lavage, extraction au solvant, isomérisation, reformage, alkylation et désulfuration peuvent être utilisés et combinés.

##### **I.1.1. Composition des déchets pétroliers**

Les déchets pétroliers sont composés essentiellement des métaux lourds et des hydrocarbures.

###### **I.1.1.1. Les hydrocarbures**

###### **A) Définition des hydrocarbures**

Les hydrocarbures sont des composés organiques dont la formule chimique comprend uniquement des atomes de carbone (C) et d'hydrogène (H), ils ont pour formule brute  $C_nH_m$  ou  $n$  et  $m$  sont deux entiers naturels [1].

On distingue :

- Les hydrocarbures saturés dont la chaîne carbonée est constituée uniquement de liaisons simples (ex : les alcanes).
- Les hydrocarbures insaturés dont la chaîne carbonée présente au moins une liaison double ou triple (ex : les alcènes et les composés aromatiques).
- Les hydrocarbures linéaires ou chaque atome de carbone n'est lié qu'à deux autres atomes de carbone au plus (ex : allènes).
- Les hydrocarbures ramifiés ou un ou plusieurs atomes de carbone n'est lié à plus de deux autres atomes de carbone (ex : isooctane).

- Les hydrocarbures cycliques ou la chaîne carbonée se referme sur elle-même (ex : cyclohexane)

## **B) Origine des hydrocarbures**

Les rapides transformations chimiques et mécaniques du pétrole déversé dans l'environnement terrestre, du fait des mécanismes d'altération (évaporation, dissolution, photo oxydation, biodégradation...), sont souvent un obstacle à la détermination de son origine. Par conséquent, si un pétrole ne peut être rapidement analysé après son introduction dans le milieu naturel, son identification devient très difficile [1].

Les hydrocarbures dans l'environnement peuvent avoir plusieurs origines [1] :

### ➤ **Les hydrocarbures fossiles :**

Qui proviennent de la décomposition d'une grande quantité de matière organique coincée entre deux couches sédimentaires. Cela demande des caractéristiques géologiques passées spécifiques ce qui explique la faible quantité de ressources disponibles.

### ➤ **Les hydrocarbures actuels**

Qui est produits par des bactéries décomposant la matière organique. Cette production a lieu essentiellement dans les zones humides (tourbières, marais). Et en quantité limitée, le changement climatique pourrait accroître cette production dans les zones actuellement gelée et relâcher de grandes quantités de méthane dans l'atmosphère terrestre ce qui accentuerait d'autant plus l'effet de serre.

Famille peut représenter entre 30 et 50% des hydrocarbures totaux d'un pétrole brut.

## **C) Impact des hydrocarbures sur l'environnement**

Les impacts de la pollution par les hydrocarbures sont multiples. Les aspects les plus évidents sont les grandes catastrophes très médiatisées.

Les risques que font courir les pollutions du milieu souterrain par les hydrocarbures concernent en premier la qualité des eaux souterraines, les rendant impropres pour certaines utilisations (eau potable eau particulier).

Les sols contaminés par les hydrocarbures présentent un danger lors d'un contact direct avec l'homme ou l'animal ou lors de leur transfert dans la chaîne alimentaire.

C'est le phénomène de bioaccumulation avec le piégeage par les végétaux et les animaux des polluants ou de leurs produits de dégradation jusqu'à des teneurs atteignant les seuils de toxicité.

Au niveau de la phase gazeuse du sol, les risques sont réels avec la présence de substances volatiles : émanation toxique, incendies et explosions avec des produits inflammables et explosifs en atmosphère confinée [1].

### **I.1.1.2. Métaux lourds**

#### **A) Définition des métaux lourds**

Un métal est une matière, issue le plus souvent d'un minerai ou d'un autre métal, doté d'un éclat particulier, bon conducteur de chaleur et d'électricité, ayant des caractéristique de dureté et de malléabilité, se combinant ainsi aisément avec d'autre élément pour former des alliages utilisables dans l'industrie, l'orfèvrerie...etc.

On appelle en général métaux lourds les éléments métalliques naturels, métaux ou dans certains cas métalloïdes caractérisés par une masse volumique élevée, supérieur à 5 gramme par  $\text{cm}^3$ .

Les métaux lourds sont présents dans tous les compartiments de l'environnement, mais en général en quantités très faible. On dit que les métaux sont présents en traces. Ils sont aussi la trace de passé géologique et de l'activité de l'homme [2].

#### **B) Origine des métaux lourds :**

##### **➤ Origine naturelle :**

Parmi les importantes sources naturelles, citons l'activité volcanique, l'altération des continents et les incendies de forêts. La contribution des volcans peut se présenter sous forme d'émissions volumineuses dues à une activité explosive, ou d'émissions continues de faible volume, résultant notamment de l'activité géothermique et du dégazage du magma (tableau I.1) [2].

**Tableau I.1:** Rapport entre le flux lié à l'activité humaine et le flux naturel

<b>Elément</b>	<b>Flux lié à l'homme / flux naturel (%)</b>
Cadmium	1.897
Mercure	27.500
Chrome	2.610
Arsenic	2.789
Plomb	34.583

➤ **Origine anthropique :**

L'activité humaine n'a apporté aucun changement dans les volumes de métaux lourds. Il n'y ni création, ni suppression. Elle a surtout changé la répartition des métaux, les formes chimique (ou spéciation) et les concentrations par l'introduction de nouveaux modes de dispersion (fumées, égouts, voitures, etc.). Si une partie des métaux lourds part directement dans le sol et les eaux, l'essentiel est d'abord émis dans l'atmosphère avant de rejoindre les deux autres compartiments. Les origines anthropiques des métaux lourds sont diverses. Le tableau I.2 nous renseigne sur les flux naturels (altération des roches,...) et anthropogénique (lié aux activités humaines) [2].

**Tableau I.2:** Flux des métaux lourds dans l'environnement

<b>Elément</b>	<b>Flux anthropogénique (1)</b>	<b>Flux naturel(2)</b>	<b>Rapport (1)/(2)</b>
As	150	90	1.7
Cd	43	4.5	9.6
Cr	7810	810	9.6
Cu	9162	375	24.4
Pb	3665	180	20.4
Hg	17.8	0.9	19.8
Ni	1134	255	4.4
Zn	7467	540	13.8

On constate que les rapports (flux anthropogénique / flux naturel) sont tous supérieurs à 1 c'est-à-dire que le risque de contamination des cycles biogéochimiques par les activités humaines est très grand. L'influence de celles-ci est marquée par une augmentation

de la concentration en métaux dans les sédiments des rivières et des lacs (liée à leur faible solubilité aux PH habituels des eaux (5à9)). Dans le sol, la pollution est plus sournoise puisque ce compartiment a la propriété de fixer les métaux. on risque donc d'observer des effets de bioaccumulation.

### **C) Effets des métaux lourds sur l'environnement et sur l'homme :**

Les métaux lourds sont dangereux pour l'environnement car, ils ne sont pas dégradables. Ils s'accumulent au cours de processus minéraux et biologique. Les métaux lourds peuvent également être absorbés directement par le biais de la chaîne alimentaire entraînant alors des effets chronique ou aigus [2].

#### **➤ Effets sur l'environnement :**

Les métaux lourds sont dangereux pour les systèmes vivants car :

- Ils sont non dégradables au cours du temps ;
- Ils sont toxiques à de très faible concentration ;

Ils ont tendance à s'accumuler dans les organismes vivant et à se concentrer au cours des transferts de matière dans les chaînes trophiques [2].

#### **➤ Effets sur l'homme :**

Les métaux lourds sont des polluants engendrés par l'activité humaine qui ont un fort impact toxicologique. Les métaux toxiques sont nombreux, mais en peut citer surtout l'arsenic, le cadmium, le plomb et le mercure. Ils ont des impacts sur les végétaux, les produits de consommation courante et sur l'homme.

L'organisation mondiale de la santé (OMS) déclarait qu'environ 80% des maladies chronique comme l'arthrite, le diabète, l'asthme, le cancer pouvaient être causés directement ou indirectement par la pollution environnementale (tableau I.3) [2].

**Tableau I.3:** Quelques impacts des métaux lourds sur la santé humaine.

<b>Particules</b>	<b>Toxicité</b>
Plomb	Trouble de système nerveux, affection du foie et des reins
Cadmium	Affections respiratoires, troubles rénaux.
Mercure	Trouble de système nerveux (mémoire, fonctions sensorielles de coordination)
Nikel	Maladies respiratoires, asthme, malformations congénitale, cancers.
Chrome	Cancers, trouble dermatologiques, anémie.

## **I.2. Stabilisation/Solidification par liant bitumineux**

### **I.2.1. Liants bitumineux**

Les liants bitumineux se présentent sous la forme de corps visqueux, plus ou moins viscoélastiques, dont la couleur varie du brun au noir. Ils contiennent essentiellement des éléments hydrocarbonés. Les liants bitumineux proviennent de gisements naturels ou de résidus de la distillation du pétrole [3].

#### **I.2.1.1. Origine et composition**

Le pétrole brut est traité en raffinerie par distillation fractionnée pour en extraire des produits allant des fractions légères, les combustibles et carburants, aux éléments lourds, les fiouls et bitumes. Il existe plusieurs procédés de fabrication des bitumes à partir des pétroles bruts. Les bitumes les plus courants comptent les bitumes de distillation et les bitumes soufflés ou oxydés.

##### **➤ Les bitumes de distillation**

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

##### **➤ Les bitumes soufflés ou oxydés**

Ils sont obtenus par oxydation d'une charge composée de distillats et de produits lourds issus de la distillation sous vide. L'oxydation résulte d'un soufflage d'air à contre-courant de la charge bitumineuse.

Il existe également des bitumes fluidifiés (par addition de solvants) et des bitumes fluxés (mélange de bitume avec des huiles de houille et des dérivés pétroliers) [3, 4, 5, 6].

Le terme bitume recèle une complexité plus grande que celle liée au mode de fabrication, l'analyse même de la composition des produits ainsi désignés en révèle l'ampleur.

Les bitumes sont en fait des mélanges de composés hydrocarbonés de masses molaires et de structures chimiques variées. Ils contiennent 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 (fer, vanadium, nickel, aluminium, silicium) à l'état de traces [3].

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

- ✓ Paraffiniques saturés linéaires ou ramifiés ;
- ✓ Naphténiques saturés cycliques ;
- ✓ Aromatiques ;
- ✓ Oléfines.

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

Compte tenu de cette diversité, il n'est pas réaliste de vouloir déterminer la composition exacte des bitumes. Par contre, des méthodes de séparations successives ont permis de regrouper les molécules en différentes familles, auxquelles les propriétés rhéologiques des bitumes ont été reliées. Les bitumes sont ainsi fractionnés en asphaltènes, résines, huiles, carboïdes et carbènes [3, 4, 5, 6].

Les deux derniers composés, présents en très faible quantité, sont définis par leur propriété d'insolubilité dans les premiers solvants de l'opération de séparation. Ils peuvent être considérés comme des asphaltènes hautement polymérisés de masse moléculaire très élevée. Ensuite sont obtenus les asphaltènes puis les maltènes, séparés en huiles puis résines. Leurs proportions respectives dépendent du procédé de séparation (il n'y a pas réellement de discontinuité entre les maltènes et les asphaltènes car le fractionnement dépend des solvants utilisés), de l'origine du brut et du procédé de fabrication (par exemple pour un bitume 80/100 : asphaltènes 11%, huiles 55%, résines 34%) [5].

**Tableau I.4 :** Exemple type d'une analyse élémentaire des constituants de bitume.

Éléments	Pourcentage
Carbone	83%
Hydrogène	10%
Soufre, oxygène et azote.	7%
Fe, V, Al, Si	Traces

#### ➤ Les asphaltènes

Ils se présentent sous la forme d'un solide dur, brun-noir. Leur point de ramollissement est élevé. Un bitume est d'autant plus dur que le pourcentage d'asphaltènes est élevé. Ce sont des composés à structure condensée, cyclique et aromatique. Le rapport carbone/hydrogène (C/H) est souvent supérieur à 0,8 et la proportion des hétéroatomes est importante (jusqu'à 10%). La détermination de la masse moléculaire des asphaltènes est difficile compte tenu de la tendance qu'ont leurs molécules à s'associer les unes aux autres. Les valeurs mentionnées dans la littérature sont comprises entre 700 et 30 000 [3, 4, 5, 6].

#### ➤ Les maltènes

Ils ont un aspect huileux et correspondent à l'association des huiles et des résines.

#### ➤ Les huiles

Il s'agit de liquides visqueux dont la couleur varie de l'incolore au brun sombre. Leur comportement est similaire à celui d'une graisse. Le rapport C/H varie entre 0,5 et 0,7, les huiles contiennent aussi quelques hétéroatomes. Leur masse moléculaire se situe entre 200 et 2 000.

#### ➤ Les résines

Ce sont des solides noirs qui fondent par chauffage. Elles présentent une plus grande proportion de composés aromatiques que les huiles. Leurs molécules sont plus grosses et la proportion des hétéroatomes est plus élevée. Elles contribuent à augmenter la viscosité des maltènes. La courbe de distribution de leur masse moléculaire s'étale de 500 à 5 000.

Les bitumes, tout au moins les bitumes de distillation, se présentent comme des systèmes colloïdaux. En effet, les différents constituants ne forment pas un simple mélange mais un ensemble organisé avec des interactions très marquées des éléments entre eux. Les

asphaltènes ont tendance à adsorber la fraction aromatique la plus lourde des maltènes, les résines. Ils forment ainsi des corpuscules complexes en suspension dans la phase continue visqueuse des maltènes, les huiles. On parle alors de micelles d'asphaltènes, peptisées par les résines, en suspension dans les maltènes [3, 4, 5, 6].

Ce système peut être considéré comme un sol, quand la concentration et la masse moléculaire des asphaltènes sont faibles.

A des degrés variables, quand l'association des molécules conduit à des structures de grandes tailles et lorsque les asphaltènes flocculent, le bitume se comporte comme un gel. Les bitumes de distillation sont du type sol alors que les bitumes soufflés ou oxydés, qui ont subi une déshydrogénation et une polymérisation des asphaltènes et des résines, sont du type gel. Suivant le caractère sol ou gel, les propriétés des bitumes sont différentes [3].

**Tableau I.5 :** Masse moléculaires des constituants de bitume.

Constituants	Asphaltènes	Maltènes	
		Huiles	Résines
Masse molaire (g/mol)	700à 2000	200à 2000	5000

### I.2.1.2. Propriété

Nous venons de définir les bitumes comme des substances colloïdales hydrocarbonées. Cette nature leur confère des propriétés physiques et rhéologiques et une réactivité particulières. Sans entrer dans le détail des variétés innombrables de bitumes, nous présentons de manière générale les propriétés des bitumes qui ont une influence sur les applications pratiques, et leur sensibilité vis-à-vis d'environnements donnés.

#### A) Propriété physique et rhéologiques

Les bitumes sont décrits comme des matériaux viscoélastiques qui présentent un fort pouvoir d'adhérence et une bonne imperméabilité [7,8].

Nous essayons ci-dessous d'explicitier ces notions.

#### ➤ L'élasticité et la plasticité

Si un matériau est soumis à des efforts, il se déforme jusqu'à ce que les réactions qui naissent de la déformation fassent équilibre à l'action des forces extérieures. Tant que le matériau reprend sa forme initiale quand cesse l'effort, il est dans son domaine d'élasticité.

Au-delà, quand le retour à la forme initiale n'est plus possible, il est dans son domaine plastique. La plasticité est la faculté qu'ont certains matériaux de se déformer sous charge constante sans changer de volume. Les solutions colloïdales comptent parmi ces matériaux. Les domaines d'élasticité et de plasticité d'un bitume donné fluctuent avec la température [6].

#### ➤ **La viscosité et la rigidité**

La viscosité est la propriété pour un corps soumis à une déformation de cisaillement d'opposer une résistance à la vitesse de glissement des couches les unes sur les autres. La viscosité d'un liquide est la propriété inverse de la fluidité.

La rigidité s'applique aux solides, il s'agit de la résistance qu'ils opposent aux efforts de torsion ou de cisaillement [5-6].

Les solutions colloïdales qui présentent de la viscosité et de la rigidité sont des substances dont les propriétés sont intermédiaires entre celles des liquides et celles des solides. La viscosité et la rigidité des corps viscoélastiques dépend, à une température donnée, de la durée de l'application de l'effort, et réciproquement, pour un temps de charge donné, de la température. Cette notion d'équivalence temps-température est importante pour la rigidité des bitumes [5-6].

#### ➤ **L'adhésion**

D'un point de vue théorique, l'adhésion est la force par unité de surface reliant les molécules d'un corps aux molécules d'un autre corps. Cette notion n'a donc de sens que lorsque sont envisagés deux corps en contact. Dans le cas d'un contact bitume-solide, il est nécessaire que l'interface soit parfaitement définie et continue pour déterminer l'adhésion [5].

#### ➤ **La perméabilité et l'absorption d'eau**

Lorsque la perméabilité est évoquée, il s'agit souvent de la perméabilité à l'eau. Cette association est à l'origine de la forte tendance à penser que la perméabilité et l'absorption d'eau sont intimement liées. En fait, en règle générale, l'une a peu d'effets sur l'autre. L'influence de l'absorption d'eau d'un matériau n'a d'effets sur la perméabilité que par les changements de propriétés qu'elle induit au sein du matériau [9].

La perméabilité est une propriété inhérente au matériau. Pour un procédé donné de fabrication de bitume, la perméabilité à l'eau décroît quand la rigidité augmente. La distillation produit des bitumes de plus faible perméabilité à l'eau que le soufflage. Quoi qu'il en soit, toutes ces valeurs de perméabilité à l'eau sont faibles [5, 8]. En ce qui concerne les

gaz, les bitumes sont moins perméables à l'oxygène qu'à la vapeur d'eau. Quant aux ions, aucune diffusion à travers des membranes de bitume n'a été observée pour les ions étudiés [9].

L'absorption d'eau dans le bitume pur se produit à l'état gazeux. La solubilité de l'eau dans le bitume est de l'ordre de 0,001% à 0,01%. L'absorption d'eau par un bitume commercial varie en fonction de la présence de sels ou de fillers (solubles dans l'eau) dans le bitume, de sa composition chimique et de sa rigidité, de la présence d'additifs pour le soufflage [9].

Des méthodes de référence donnent une appréciation des propriétés physiques et rhéologiques présentées, à l'exclusion de la perméabilité et de l'absorption d'eau. Les caractéristiques correspondantes sont utilisées pour distinguer les nombreuses variétés de bitume.

## **B) Réactivité et vieillissement**

D'une façon générale, le bitume fait preuve d'une grande inertie chimique. Toutefois, dans des conditions particulières, il peut réagir avec certains corps. L'action de ceux-ci modifie l'équilibre colloïdal du bitume, et donc ses propriétés. L'expression « vieillissement du bitume » est utilisée pour décrire ces phénomènes. Les différents facteurs qui influencent le vieillissement sont l'oxygène, la lumière, la température et l'eau.

### **➤ L'oxygène**

Il pénètre très lentement dans le bitume par diffusion. A des températures élevées, les composantes de fortes masses moléculaires sont déshydrogénées et il y a formation d'eau. La quantité d'oxygène qui demeure liée au bitume est faible.

A des températures peu élevées ou ambiantes, l'oxygène est chimiquement lié au bitume. L'oxydation se manifeste par la formation d'un film dur protecteur qui réduit la diffusion de l'oxygène dans les couches sous-jacentes. La proportion d'asphaltènes augmente.

L'obtention de bitumes de type gel par soufflage s'appuie sur la réactivité des bitumes avec l'oxygène. La profondeur à laquelle pénètre l'oxygène dépend de la vitesse de diffusion et de la vitesse de réaction. Il semble que la profondeur de pénétration ne dépasse 2,5 mm qu'après des durées très longues. Lorsque la température croît, cette profondeur a

plutôt tendance à diminuer. D'autres oxydants tels que les composés aromatiques nitrés permettent d'obtenir des effets similaires [5, 9].

➤ **La lumière**

L'exposition de bitume à la lumière induit des réactions de photo oxydation dont la vitesse dépend de la longueur d'onde du rayonnement et de son intensité. Les réactions de photo oxydation produisent les mêmes effets que les réactions d'oxydation par l'oxygène, les résines se polymérisent en asphaltènes. Il faut cependant noter que les radiations lumineuses ne pénètrent le bitume que de quelques micromètres. Les radiations ionisantes sur les bitumes produisent du gaz, principalement de l'hydrogène [4, 5,9].

➤ **La température**

Une augmentation de température accélère la diffusion de l'oxygène et diminue l'énergie d'activation des réactions d'oxydation. Le taux d'oxydation varie directement avec la température mais le phénomène n'est pas linéaire. La température peut aussi être responsable de l'évaporation des substances les plus volatils du bitume. La composition varie, les propriétés rhéologiques varient, la pénétrabilité diminue. La plupart des bitumes ne durcissent pas de façon appréciable si on les soumet à une température modérée [4, 5, 9].

➤ **L'eau**

L'eau à l'état liquide ou gazeux favorise la dégradation du bitume. Elle peut être décomposée en agents oxydants par des radiations ionisantes. Elle entraîne les produits de dégradation solubles dans l'eau. Il faut cependant rappeler que la solubilité de l'eau dans le bitume pur est de l'ordre de 0,001% à 0,01%.

Dans un environnement naturel, le bitume vieillit généralement sous l'action de ces quatre éléments, oxygène, lumière, température et humidité. Le vieillissement physique est distingué du vieillissement chimique. Deux facteurs concourent à un vieillissement physique réversible : le refroidissement (l'équilibre est déplacé vers des conglomerats moléculaires de grosses tailles, la viscosité augmente) et la cristallisation de paraffines. L'évaporation des fractions les plus volatiles constitue un autre type de vieillissement physique, celui-ci étant irréversible. Quant au vieillissement chimique, il est essentiellement lié aux réactions d'oxydation.

Elles modifient les proportions relatives des différentes fractions contenues dans le bitume. La teneur en composés saturés varie peu, par contre la teneur en aromatiques diminue et la teneur en asphaltènes augmente. Ceci accroît l'instabilité colloïdale, favorise les associations de micelles et tend à donner au bitume une structure gel [4, 9].

### **I.2.2. Enrobés bitumineux**

Le mélange de liant bitumineux à une charge minérale engendre des enrobés bitumineux correspondant à différents matériaux selon les proportions employées. Ainsi l'asphalte synthétique, agrégats enrobés à 40-50% en poids de ciment asphaltique (mélange bitume filler), est distingué du béton bitumineux, agrégats enrobés à 10% de ciment asphaltique. Ces deux matériaux présentent des propriétés différentes dues, par exemple, à des variations importantes des distances entre les granulats, de la surface d'enrobage, du volume de vides [6].

Nous exposons sommairement dans un cas général la méthode de fabrication des enrobés bitumineux. Nous décrivons ensuite leurs caractéristiques et notamment la liaison bitume agrégat permettant d'expliquer leurs propriétés physiques et rhéologiques.

#### **I.2.2.1. Fabrication**

A l'instar des bétons hydrauliques, la fabrication des enrobés bitumineux se déroule selon les étapes suivantes :

- ✓ Stockage des constituants pour préserver leurs propriétés ;
- ✓ Dosage ;
- ✓ Chauffage du bitume pour atteindre sa température d'application dans un malaxeur ou un pétrin calorifugé et éventuellement séchage des agrégats dans un sécheur ;
- ✓ Mélange du bitume chaud et des granulats éventuellement préchauffés et séchés dans le malaxeur ou pétrin, ou coulée du bitume chaud sur les granulats mis en place, ou coulée des granulats sur le bitume chaud répandu, selon l'application (fabrication de chaussée, de matériaux d'étanchéité, ...);
- ✓ Transport et mise en place ; les enrobés sont surtout fabriqués sur place. Ces deux étapes se résument donc souvent à une coulée de l'enrobé du malaxeur au lieu d'utilisation.

Un enrobé bitumineux « frais » acquiert ses propriétés physiques définitives dès qu'il a refroidi de sa température de fabrication (entre 130 et 230°C) à sa température d'utilisation.

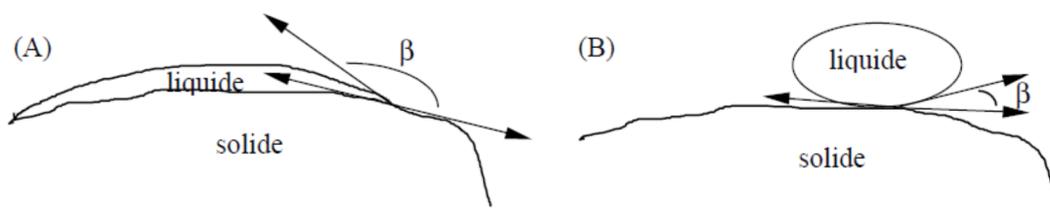
### I.2.2.2. Caractéristique

Nous examinons les caractéristiques des enrobés bitumineux d'abord à l'échelle de la liaison bitume-agrégat, puis du point de vue de la structure entière. Dans la mesure où notre intérêt se porte sur les capacités d'un tel matériau à résister à l'action de l'eau, nous envisageons finalement son influence sur les propriétés physiques des enrobés.

#### A) Liaison bitume-agrégat

Dans un enrobé bitumineux, le bitume est utilisé pour enduire les granulats dans l'intention d'assurer une étanchéité ou une adhésion de l'ensemble [4]. L'accrochage du liant aux granulats doit donc être aussi intense que possible. L'adhésion du bitume à un granulat est d'autant plus importante que le bitume le mouille parfaitement.

Avant d'explicitier la notion de mouillage, une précision de terminologie est nécessaire pour éviter les confusions. L'adhésivité est une propriété d'attraction entre deux matériaux, la cohésivité, par contre, est relative à la cohésion interne d'un matériau, dans le cas du bitume, elle est essentiellement liée à la viscosité [10]. Quant à l'effet mouillant, il est le signe visible de l'existence de forces attractives d'un liquide pour un autre composé. Il matérialise l'adhésivité entre deux matériaux, par exemple un liquide et un solide.

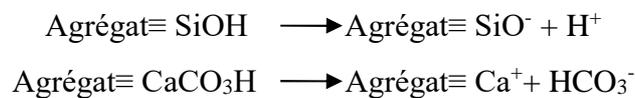


**Figure I.1 :** Angle de mouillage à l'interface liquide-solide [6].

La figure (I.1) illustre le contact d'un élément solide avec un liquide. Le cas (A) schématise une bonne adhésivité entre ces deux matériaux, l'angle de mouillage  $\beta$  est grand, alors que le cas (B) représente une mauvaise adhésivité,  $\beta$  est petit. L'angle de mouillage d'un

bitume sur un solide sec est généralement élevé (partie (A) de la figure (I.1)). Toutefois, il dépend de la nature du solide considéré [6].

Lorsqu'un agrégat est sec, sa charge électrique est globalement neutre, des ions adsorbés neutralisant les charges de surface. Les expressions d'agrégats électronégatifs ou électropositifs sont malgré cela utilisées par référence à leur état de surface en présence d'eau. En effet, au contact de l'eau, les ions adsorbés sont dissous, il en résulte une charge électrique non nulle à la surface de l'agrégat. Les matériaux à base de silice sont ainsi classés parmi les agrégats électronégatifs alors que ceux à base de calcaire le sont parmi les agrégats électropositifs [9].



Les bitumes, par la présence de certains groupements phénoliques et de certains acides, sont en général électronégatifs. Ils ont donc beaucoup d'affinités pour les matériaux qui ont une surface électropositive. D'un point de vue thermodynamique, l'adhésion d'un bitume à un agrégat est surtout déterminée par la présence de cations en surface de l'agrégat autorisant l'adsorption des composés acides et phénoliques du bitume.

Des agrégats à haute teneur en silice et présentant peu de cations en surface ne permettent pas une bonne adhésion du bitume [4]. Deux moyens contribuent à pallier cet inconvénient. Il est possible d'une part d'utiliser un bitume de viscosité élevée. D'autre part, les agrégats ou le bitume peuvent être dopés par des éléments destinés à améliorer le mouillage par diminution de la tension inter faciale bitume agrégat ou à donner de la rigidité à l'interface [6].

## **B) Structure des enrobés bitumineux**

Les qualités d'adhésion et d'étanchéité au sein de l'enrobé bitumineux résulte du concours des propriétés de l'interface de chaque granulat avec le bitume mais aussi des caractéristiques de la structure de l'enrobé pris dans son ensemble. Ainsi, le bitume est généralement bien fixé et retenu par les agrégats dans des enrobés denses où le bitume a été mélangé aux agrégats secs à température élevée [4].

L'enrobé doit donc idéalement consister en une structure homogène et compacte, dans laquelle les granulats sont fixés dans un continuum de bitume. En pratique, il existe toujours des hétérogénéités dues à la ségrégation, la sédimentation et le gonflement.

La plupart des bitumes se comportent comme des liquides visqueux à des températures ordinaires. S'il existe des différences de densité entre le bitume et les agrégats enrobés ou si la viscosité du bitume est très faible, les agrégats ont théoriquement tendance à sédimenter (ou flotter) au bout d'un certain temps. Ces phénomènes conduisent à une accumulation des agrégats dans les couches inférieures (ou supérieures) de l'enrobé. Une telle accumulation entraîne la diminution de l'épaisseur du film de bitume entourant chaque agrégat, elle induit donc une plus grande perméabilité de l'enrobé et favorise l'absorption d'eau.

L'observation d'enrobés montre que, pour la viscosité des bitumes habituellement utilisés, l'intensité de ces phénomènes varie avec la température et la granulométrie des agrégats durant les premières minutes qui suivent la fabrication. Ensuite, aux températures ordinaires, la sédimentation (ou la flottation) sont trop lentes pour avoir une signification à l'échelle de la centaine d'années. En ce qui concerne le gonflement de l'enrobé, il est lié au rapport bitume/agrégats et surtout à la nature de ces derniers [4].

Les agrégats qui présentent des affinités pour l'eau ont tendance à absorber l'humidité ambiante et plus rarement certains agrégats produisent des gaz à la température de fabrication ou d'utilisation des enrobés. Ces deux phénomènes, absorption d'eau ou production de gaz, conduisent à des gonflements de la structure de l'enrobé. Des pores et des fissures peuvent se développer, endommager la structure de l'enrobé et réduire l'adhésion de l'ensemble et l'étanchéité [11].

### **C) Influence de l'eau sur les caractéristiques des enrobés bitumineux**

Le contact de l'eau avec un enrobé a lieu à la surface extérieure de l'enrobé ou en son sein, par diffusion dans le bitume, par dés enrobage ou par pénétration dans les fissures.

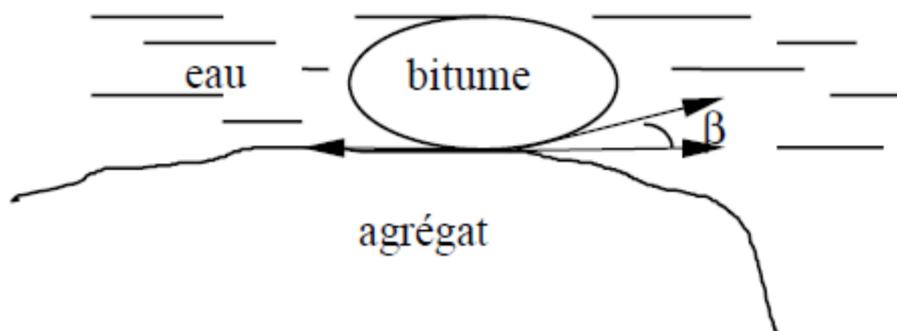
#### **➤ La diffusion de l'eau dans le bitume**

Rappelons que les coefficients de diffusion de l'eau dans le bitume pur sont faibles, à la limite des valeurs mesurables. Si cette eau atteint les agrégats (une absorption lente a été

observée pour des agrégats poreux à une humidité relative de 40-50% [11]), l'équilibre à l'interface bitume-agrégat peut être déstabilisé.

### ➤ Le désenrobage par l'eau

D'une part, l'eau déplace le liant d'autant plus facilement que la viscosité du bitume est faible. D'autre part en présence d'eau, si les cations présents à la surface des agrégats ont plus d'affinité pour les anions de l'eau que pour ceux du bitume, l'angle de mouillage entre le bitume et l'agrégat diminue (figure(I.2)). Dans ce cas, un recours aux dopes contribue à diminuer la tension inter faciale bitume/eau ou les tensions inter faciales des couches bitume agrégat au contact de l'eau. Ils peuvent prévenir la diminution de l'angle de mouillage de l'agrégat par le bitume en donnant à l'interface une rigidité favorable [6].



**Figure I.2 :** Déplacement du bitume par l'eau [6].

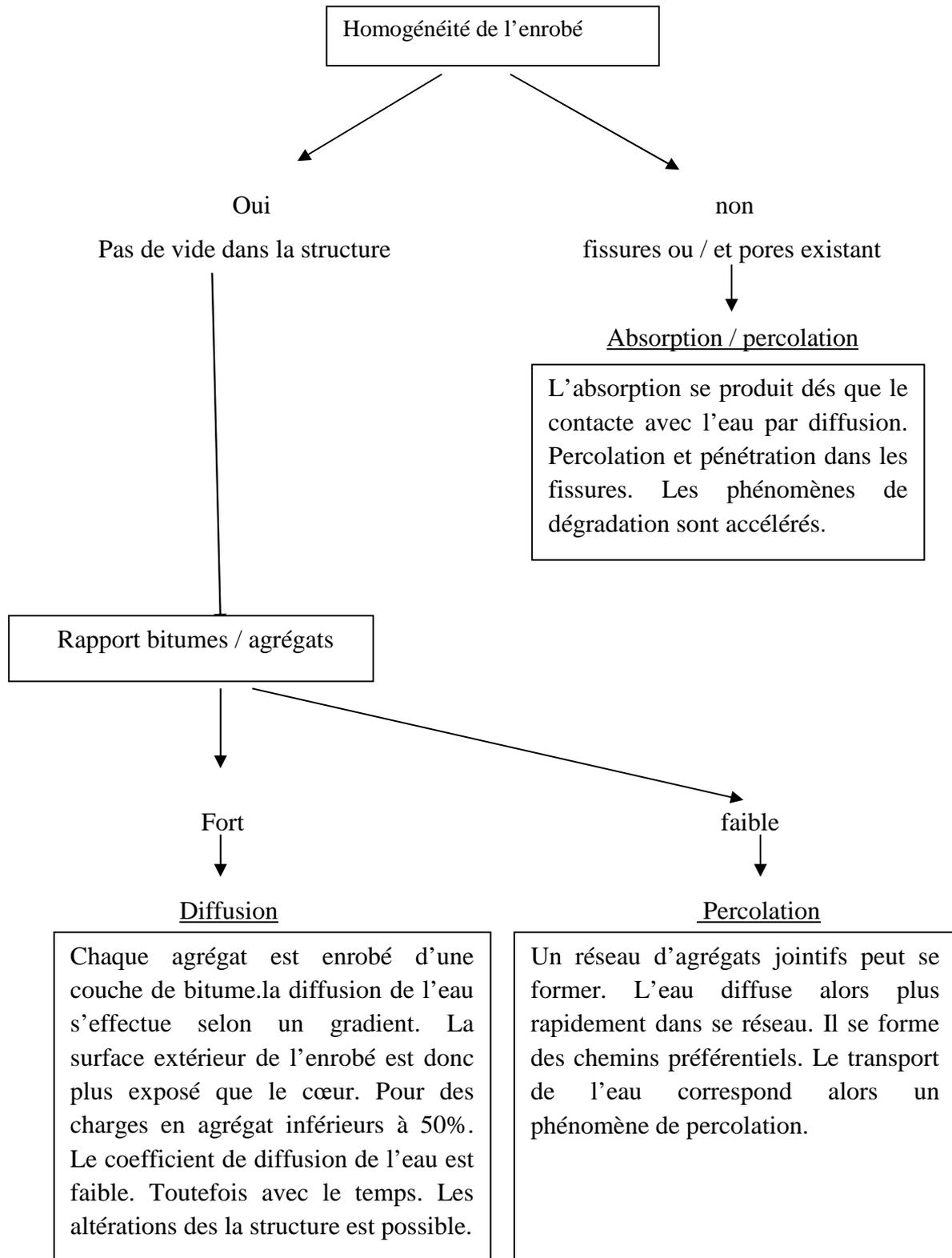
Les agrégats contenant des sels minéraux solubles dans l'eau sont facilement des enrobés. Ceux qui présentent en surface du sodium ou du potassium appartiennent aussi à la catégorie des agrégats facilement séparés du bitume par l'eau. Dès que l'eau atteint la surface de ces agrégats, les sels sont dissous et la pression osmotique résultante entraîne davantage d'eau, qui déplace le bitume [4].

### ➤ La pénétration de l'eau dans les fissures

Les fissures présentes dans un enrobé sont soit relatives à l'hétérogénéité de fabrication, soit formées par dégradation de la structure. Dans les fissures préexistantes, l'eau peut pénétrer et entrer en contact avec les granulats. L'absorption d'eau dans ce cas dépend de facteurs comme la nature des agrégats et du bitume, le rapport bitume/agrégats, la granulométrie des agrégats, les dimensions de l'enrobé.

Si les granulats présentent en surface des composés ayant de fortes affinités pour l'eau, celle-ci déplace le bitume et hydrate certains de ces composés. Il s'en suit un gonflement de la structure. Si ce gonflement devient trop important, il se forme des pores et de nouvelles fissures, dans lesquelles davantage d'eau peut pénétrer. Dans les enrobés bitumineux classiques, la présence de composés avides d'eau en grande quantité dans les agrégats est peu probable.

La figure I.3 illustre le résumé de l'action de l'eau sur des enrobés bitumineux, de bitume et agrégats donnés. Dans tous les cas, le contenu en eau de l'enrobé est proportionnel au contenu dans les agrégats dans la mesure où la solubilité de l'eau dans le bitume est infiniment petite. Il est intéressant de noter à cet effet que, pour les phénomènes de percolation, des études numériques ont montré qu'un rapport inférieur à 0,29 de milieu conducteur dispersé dans un milieu non conducteur aboutit à un milieu composite continu [11]. Autrement dit, pour s'assurer de l'étanchéité parfaite d'un enrobé d'agrégats très avides d'eau, il faudrait un rapport bitume/agrégats supérieur à 3,45.



**Figure I.3 :** Schéma des différents modes d'absorption d'eau par des enrobés bitumineux et leurs effets.

### **I.2.3. Caractérisation des déchets stabilisés/solidifiés par liant bitumineux**

Il existe deux niveaux de caractérisation. Le premier concerne la vérification de la conformité du déchet stabilisé/solidifié avec les critères d'admission en centre de stockage. Il s'agit d'un contrôle réglementaire. Le second concerne une «étude approfondie des phénomènes de solidification et surtout de stabilisation au sein de déchet stabilisé/solidifié. Cette étude, destinée à appréhender le comportement du déchet stabilisé à long terme, doit permettre de définir les performances de la stabilisation et de fixer ses limites. Elle doit aussi fournir des éléments de réflexion relatifs au devenir possible des déchets stabilisés/ solidifiés, dans la perspective non plus stockage mais la réutilisation, entant que matériaux de construction par exemple [12].

### **I.3. Test de lixiviation**

La lixiviation (du latin *lixivium*, souvent lessivage) désigne dans la chimie, de la pharmacie ou des sciences du sol, toutes les techniques d'extraction de produits solubles par un solvant, notamment par l'eau circulant dans le sol (éventuellement polluée) ou dans un substrat contenant des produits

Le test de lixiviation du déchet est considéré comme un outil indispensable pour la prédiction du comportement à long terme des déchets stockés et/ou valorisés.

Il permet de caractériser des déchets granulaires ou des blocs de déchets Stabilisés/Solidifiés et identifier les paramètres essentiels contrôlant le relargage. Certains tests sont employés pour simuler le comportement à la lixiviation de matériaux en conditions réelles d'utilisation.

De nombreux tests existent, leurs principes se ressemblent [13].

L'ensemble de ces tests est mis en œuvre dans des conditions qui sont prédéfinies : durée de lixiviation, pH de la solution de lixiviation, rapport quantité Solution/Matériau (L/S), durée d'agitation et les résultats dépendent par conséquent du choix relativement arbitraires de celle-ci. Aussi, la représentation et l'interprétation des résultats des tests sont différentes d'un pays à l'autre. Chaque test doit être ainsi appliqué en fonction du but recherché [14].

Tous les tests existants peuvent être classés généralement en trois catégories selon leurs objectifs d'après l'European committée for standardisation, 2000 :

- ✓ Tests de « caractérisation de base » ayant pour but l'obtention des informations sur le comportement à lixiviation à court et à long terme et sur les caractéristiques des matériaux. Sont considérés dans ces tests, les rapports Liquide/Solide (L/S), les paramètres physiques et la durée de vie des matériaux, la composition chimique du lixivants, et les facteurs contrôlant la lixivabilité tels que pH, potentiel redox, pouvoir de complexation.
- ✓ Tests de « conformité » étant utilisés pour déterminer si les déchets se conforment à des valeurs de référence. Ces tests sont basés sur les tests de caractérisation.
- ✓ Tests de « Vérification sur site » visant à confirmer rapidement que le comportement des déchets sur le terrain est semblable à celui des tests de conformité [13]

### **I.3.1. Objectif des tests de lixiviation**

La présente méthode permet de déterminer par un essai de lixiviation des substances solubles contenues dans un échantillon de sol, de déchets fragmentés, de sédiments ou de boues dans les conditions opératoires précises. Cette détermination, d'après la nature de l'échantillon, doit donner des indications sur les préjudices ou les risques potentiels liés à la mise en décharge ou susceptibles d'entrer en contact avec l'eau. Cette procédure peut, en effet, fournir des valeurs qui, dans les conditions réelles de dépôt, ne seront pas atteintes ou ne seront atteintes seulement qu'après des laps de temps très long [15].

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I**

- [1] BEN SAHA Salah Eddine, HEZOUAT Hassan. Valorisation des résidus de fond de bac de stockage de pétrole dans les bitumes ; on vue de l'obtention du diplôme de master en mines. Option valorisation des ressources minérales. Université de Bejaia 2015/2016.
- [2] BENAÏSSA Meriem et MEDDOOUR Rahma, caractérisation et traitement par stabilisation/solidification au liants hydrauliques d'un résidu pétrolier, en vue de l'obtention de diplôme de master en chimie, spécialité : analyses chimiques, université de Bejaia 2016.
- [3] Groupement Professionnel des Bitumes. Dossier bitume. Bitumes Actualités, 1990, N° 91, 45p.
- [4] HOIBERG, A.J. (Eds). Bituminous materials: Asphalts, Tars and Pitches, Vol. 1. New Jersey: Interscience publishers, 1964, 432 p.
- [5] Ministère du Logement et de l'Équipement - Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. Constitution et propriétés physico-chimiques des bitumes. In : Bitumes et Enrobés Bitumineux ; Paris : Laboratoire central des ponts et chaussées, 1972, 451 p.
- [6] VARLAN, G.E. L'étanchéité dans la construction. Paris : Eyrolles, 1964. 676p.
- [7] Groupement Professionnel des Bitumes. Le bitume et le confinement de déchets radioactifs. Bitumes Actualités, 1995, N° 95, p19-23.
- [8] HERMENT, R. Stabilisation au bitume de cendres volantes d'usines d'incinération d'ordures ménagères avant dépôt en décharges contrôlées. In : Actes du congrès international sur les procédés de solidification et de stabilisation des déchets ; Grenoble ; Société Alpine de Publications, 1997. p. 223-227.
- [9] HOIBERG, A.J. (Eds). Bituminous materials: Asphalts, Tars and Pitches, Vol. 2. New Jersey (USA): Interscience publishers, 1965, 698 p.
- [10] Syndicat des Fabricants d'Emulsions Routières de Bitume. Les émulsions de bitume. Montreuil : SFERB, 1988, 248 p.
- [11] AIROLA, C., BONNEVIE-SVENDSEN, M., BRODERSEN, K., FORSSTRÖM, H, WINGEFORS, S. (NORDIC LIAISON COMMITTEE FOR ATOMIC ENERGY). Long term properties of bituminized waste products. Edited by M. SNELLMAN et M. VALKIAINEN. Espoo: Technical Research of Finland, 1985. 88p.

[12] C.SING-TENIERE, Étude des procédés de stabilisation/solidification (déchets solides poreux) a base de liants hydraulique ou de liants bitumineux, thèse doctorat, Institut National des sciences appliquées de Lyon, p23, 1998.

[13] A. IMYIM, Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques, Thèse doctorat : l'institut national des sciences appliquées de Lyon, pp38.2000.

[14] S. KAIBOUCHI, Mâchefers d'Incineration d'Ordures Ménagères : contribution à l'étude des mécanismes de stabilisation par carbonatation et influence de la collecte sélective, Thèse doctorat : école doctorale : chimie de Lyon (chimie, procédés, environnement), pp50.2004.

[15] S-i-4v1 – essai de lixiviation de sols et déchets fragmentés, de sédiments et de boues méthode en batch, Institut scientifique de service public, pp1.2014.



à 105° C pendant 24h ( $m_1$ ). On retire le creuset et on le laisse refroidir dans un dessiccateur puis on le pèse.

On porte le creuset au four à 600° C pendant 3h, on retire le creuset et on le laisse refroidir dans un dessiccateur puis on le pèse à nouveau ( $m_2$ ) [2].

### ➤ Expression des résultats

Teneur en huile est exprimée en pourcentage(%) massique et elle est égal à :

$$(\%) \text{ en huile} = (m_1 - m_2) / m_1 * 100 \dots \dots \dots \text{II.2}$$

Où :

$m_1$  : Masse de l'échantillon après le séchage

$m_2$  : Masse de l'échantillon après calcination

### II.2.1.3. Teneur en solide

La teneur en solide est exprimée par la relation suivante :

$$\% \text{ en solide} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \dots \dots \dots \text{II.3}$$

## II.2.2. Identification des phase minéralogique par l'analyse DRX

### ➤ Définition

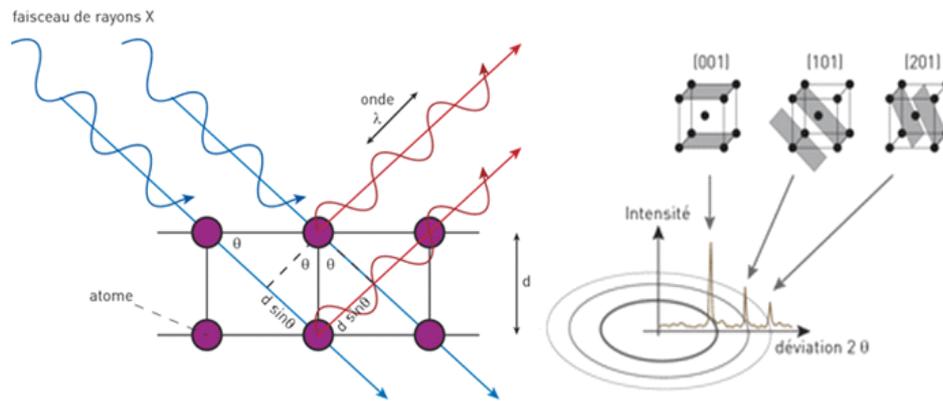
La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse minéralogique des matériaux cristallisés. Elle s'applique sur des poudres ou des échantillons massifs, elle sert à la détermination de la nature des phases minérales et à leurs quantifications. Actuellement la diffraction des rayons x intervient dans la quasi-totalité des thématiques et constitue un complément indispensable aux observations optiques, microscopiques ou spectroscopiques [3].

### ➤ Principe

La diffraction des rayons X est une technique très utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés (cristaux, minéraux, argiles...etc.) du fait que leurs atomes sont arrangés selon des plans cristallins spécifiques. Le principe de la méthode repose sur la diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires (hkl) favorablement orientés sous un angle  $\theta$  par rapport au faisceau incident figure II.1 [4].

Ceci se traduit dans le diffractogramme, représentant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction  $\theta$ , par l'observation de raies à partir desquelles peuvent être déterminées les distances réticulaires  $d_{hkl}$ , caractéristiques d'un composé cristallin donné, à l'aide de la loi de Bragg.

Où  $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau de rayons X incident. L'indexation des différents pics de diffraction du diagramme de rayons X permet de déterminer les phases cristallines présentes en se référant aux fiches ATSM (American Society for Testing Materials) appelées aussi JCPDS.



**Figure II.1 :** Illustration de la loi de Bragg et de l'indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl).

### II.3. Formulation

Une fois chauffé jusqu'à liquéfaction (100 à 110°C), le bitumes original et tout d'abord bien agité afin d'assurer une bonne homogénéité des fluides et ensuite coulés dans des petits contenants de 1000 ml de volume. À ce stade, dans chacun des contenants maintenus à température constante, et en assurant un brassage continu du fluide à l'aide d'un agitateur mécanique, la boue de pétrole est ajoutée en petites quantités jusqu'à atteindre le pourcentage désiré, les masses ajoutées sont illustrées dans le tableau II.1. Après environ 15 minutes d'homogénéisation mécanique dans le but d'assurer une bonne dispersion, les mélanges sont encore une fois chauffés à 160°C pendant une heure.

**Tableau II.1 :** Formulation des bitumes modifiés.

Désignation	Masse de bitume (g)	Masse de boue (g)	Pourcentage en boue (%)
FB0	800	0	0
FB1	792	8	1
FB2	784	16	2
FB3	776	24	3

## II.4. Caractérisation des mélanges bitume boue

### II.4.1. Mesure de la masse volumique et de la densité des bitumes modifier

#### ➤ Mode opératoire

Remplir un bain marie avec de l'eau et la maintenir à la température de  $25 \pm 0.2$  °C. un bécher est rempli de 600 ml avec de l'eau distillée fraîchement bouillie et refroidie jusqu'à un niveau tel que le pycnomètre soit immergé d'une hauteur minimale approximative de 40 mm.

Immerger partiellement le bécher dans le bain d'eau à une hauteur telle que le fond du bécher soit immergé à une profondeur minimale approximative de 100 mm, tandis que le haut du bécher est situé au-dessus du niveau de l'eau du bain. Maintenir le bécher en place pendant approximativement 30 min. Déterminer la masse du pycnomètre à vide (A) et la masse du pycnomètre avec le liquide d'essai.

Introduire suffisamment de liant dans le pycnomètre propre, sec et réchauffé (entre 50°C et 80°C) pour le remplir environ aux trois quarts de sa capacité. Faire en sorte que le produit ne touche pas les parois du pycnomètre au-dessus du niveau final et éviter l'inclusion de bulles d'air. Placer le pycnomètre rempli dans une étuve pendant  $(20 \pm 2)$  min, à une température de 80 °C et 90°C au-dessus du point de ramollissement pour permettre l'évacuation des bulles d'air. Laisser le pycnomètre refroidir à la température ambiante pendant au moins 40 min, en le protégeant de la poussière. Peser le pycnomètre avec le bouchon au millimètre près. Soit C la masse du pycnomètre et de l'échantillon.

Ajouter le liquide d'essai dans le pycnomètre qui contient au préalable l'échantillon de liant bitumineux, mettre en place le bouchon sans l'enfoncer et placer le pycnomètre dans le bécher à  $(25 \pm 0.2)$  °C et presser le bouchon fermement pour le mettre en place. Laisser le pycnomètre dans le bécher pendant une durée de 30 min. retirer le pycnomètre du bêche. Sécher et peser la masse du pycnomètre, de l'échantillon et du liquide d'essai (D) [1].

Calculer la densité (d) avec trois décimales et la masse volumique de liant bitumineux (p) à 1 Kg/cm<sup>3</sup> près comme suit :

#### ➤ Expression des résultats

La densité (d) est exprimée par la relation suivante :

$$d = \frac{C-A}{(B-A)-(D-C)} \dots\dots\dots \text{II.4}$$

La masse volumique ( $\rho$ ) est exprimée par la relation suivante :

$$\rho = \frac{C-A}{(B-A)-(D-C)} * E \dots\dots\dots \text{II.5}$$

**A** : Poids du pycnomètre en (g) ;

**B** : Poids du pycnomètre remplis d'eau en (g) ;

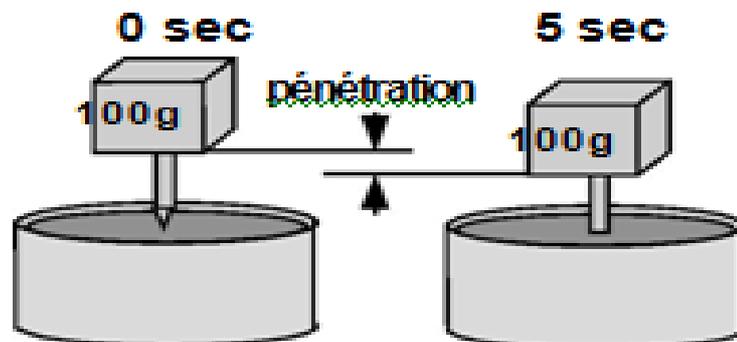
**C** : Poids de l'échantillon + pycnomètre en (g) ;

**D** : Poids d'échantillon + pycnomètre+ eau en (g) ;

**E** : Masse volumique de l'eau à 25°C (g/cm<sup>3</sup>) ;

#### II.4.2. Détermination de la pénétrabilité a l'aiguille des produits bitumineux (NF T 66-004)

La pénétrabilité du bitume représente la mesure de la pénétration (exprimée en dixièmes de millimètres) dans un échantillon de bitume, au bout d'un temps de 5 secondes, d'une aiguille dont le poids avec son support est de 100g. C'est donc une mesure de la consistance du bitume. La pénétrabilité la plus couramment utilisée est celle mesurée à 25°C. Dans ces conditions, plus un bitume est dur, plus la valeur de sa pénétrabilité est faible.



**Figure II.2** : Essai de pénétrabilité pour le bitume.

##### ➤ Principe d'essai

Mesurer la pénétration d'une aiguille de référence dans l'échantillon d'essai conditionné (bitume).les condition opératoires qui s'appliquent aux pénétrations inférieures à (500\*0.1mm), sont : température 25°C, charge appliquée 100g, Durée d'application de la charge 5s.

Pour la pénétration supérieure à cette limite, la température d'essai doit être de 15°C, alors que la charge appliquée et sa durée d'application restent inchangées.

➤ **Mode d'emploi**

Placer le récipient d'échantillon dans la cuve de transfert qui doit être conservé dans le bain avec les échantillons, recouvrir complètement le récipient d'échantillon avec l'eau du bain à température constante, et placer la cuve de transfert sur le socle du pénétromètre. Abaisser lentement l'aiguille jusqu'à ce que sa pointe coïncide avec son image réfléchiée par la surface de l'échantillon [1].

### II.4.3. Point de ramollissement Bille Anneau (NF T 66-008)

La présente norme décrit la condition de détermination, par la méthode « Bille et Anneau », du point de ramollissement des produits bitumineux, dont cette caractéristique comprise entre 30 et 200°C.

➤ **Définition**

Le point de ramollissement est la température à laquelle un produit bitumineux atteint un certain degré de ramollissement dans des conditions normalisées.

➤ **Principe d'essai**

Deux disques horizontaux de bitume, moulés dans des anneaux délaitons à épaulement, sont chauffés dans un bain liquide avec un taux d'élévation de la température contrôlé, alors que chacun soutient une bille d'acier. La température de ramollissement notée doit correspondre à la moyenne des températures auxquelles les deux disques se ramollissent suffisamment pour permettre à chaque bille, enveloppée de liant bitumineux, de descendre d'une hauteur de 025mm [1].

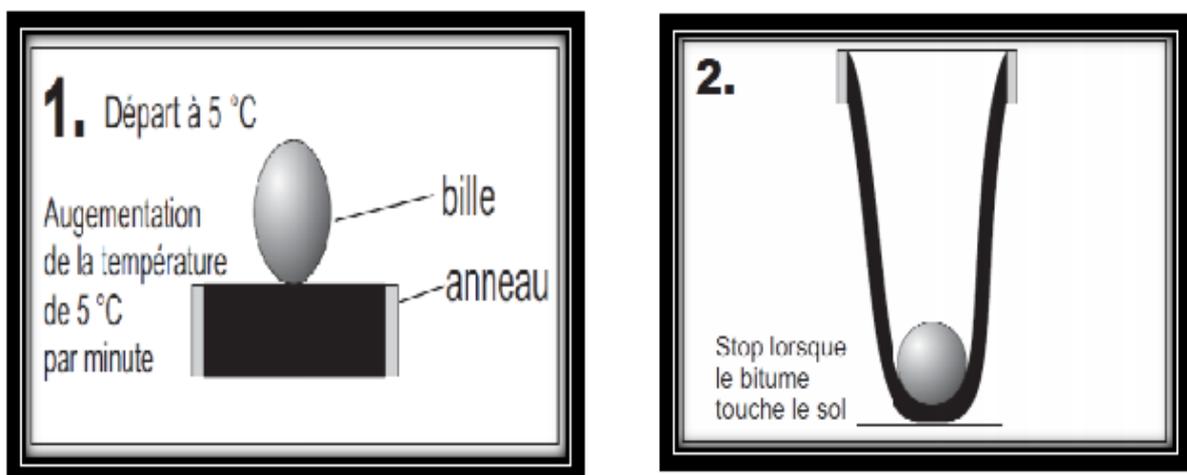


Figure II.3 : Principe de ramollissement.

➤ **Mode opératoire**

Chauffer l'échantillon en évitant les surchauffes locales et en l'agitant constamment. La température ne doit pas dépasser le point de ramollissement présumé de plus de 11°C. Verser l'échantillon chauffé dans les deux anneaux, eux-mêmes préchauffés à la même température. Les anneaux reposent sur une plaque enduite d'un matériau spécial (mélange de glycérine et de dextrine) pour éviter l'adhérence du produit, laissé refroidir pendant 30 min au moins.

Après refroidissement, enlever l'excès de produit par arasement en utilisant une spatule ou un couteau légèrement chauffé. Assembler l'appareillage avec les anneaux, le thermomètre et les guides en position correcte et remplir le vase avec de l'eau distillée à  $5 \pm 1^\circ\text{C}$ , sur une hauteur comprise entre 102 et 108 cm, maintenir pendant 15 min à une température de 5°C.

Placer une bille, préalablement amenée à la température du bain, au centre de chaque guide. Chauffer de façon à élever la température de 5°C.

Noter pour chaque ensemble anneau-bille la température à laquelle l'échantillon enveloppant la bille touche la plaque inférieure du support [1].



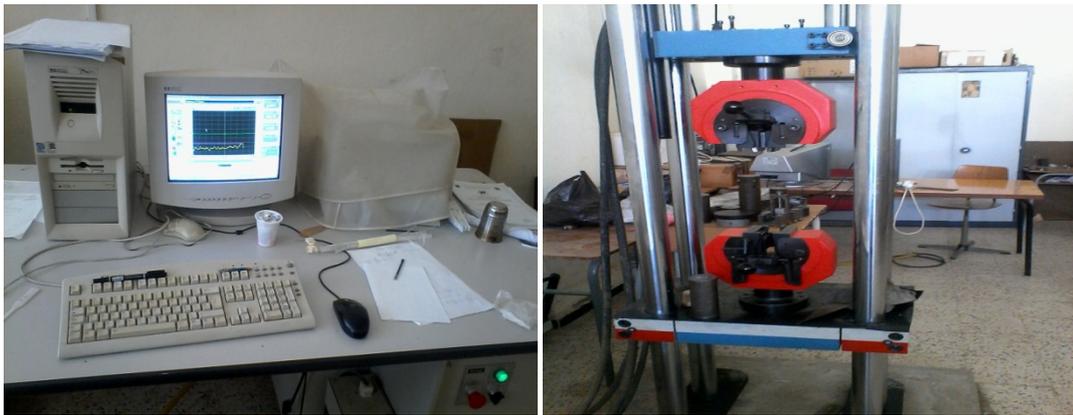
**Figure II.4** : Appareille bille anneau.

## II.4.4. Résistance à la traction sur les éprouvettes de bitume :

### II.4.4.1. Description de la machine

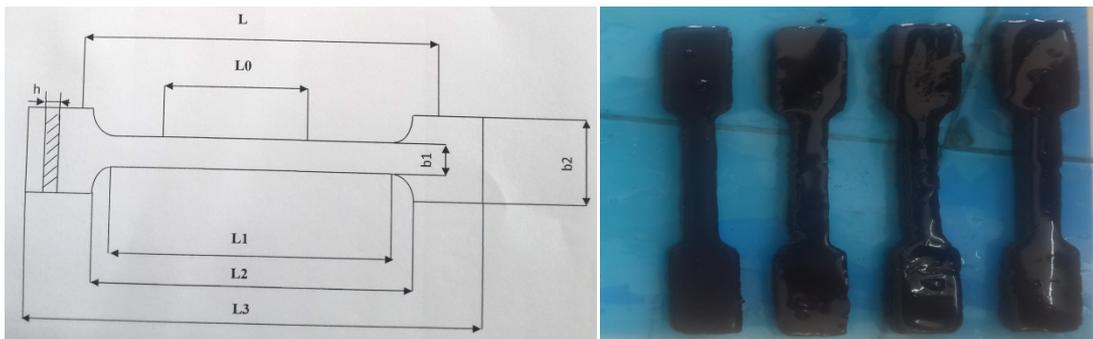
La machine est IBERTEST, de type hydraulique (machine de traction hydraulique), vitesse maximale de déplacement est de 300mm/min, température ambiante, de capacité 100KW, logiciel d'acquisition est WINTEST 32.

Un extensomètre mesure l'allongement de l'éprouvette est un dynamomètre mesure l'effort, le résultat est visualisé sur un écran ou une table traçante via un système d'acquisition de données.



**Figure II.5 :** machine de traction hydraulique et système d'acquisition des données.

### II.4.4.2. Dimension des éprouvettes



**Figure II.6 :** Eprouvette de traction.

On note :

$$L0 = 50 \pm 0.25.$$

$$L1 = 60 \pm 0.5.$$

$$L3 = 160 \pm 0.5.$$

$$L = 115 \pm 0.5.$$

$$B1 = 10 \pm 0.5.$$

$$B_2 = 20 \pm 0.5.$$

$$H = 9 \pm 0.5.$$

Les dimensions sont en millimètre (mm).

#### II.4.4.3. Principe de l'essai de traction

Cet essai est destructif. Pratiquée à température ambiante  $20^\circ\text{C}$ . Consiste à imposer une déformation croissante à vitesse constante et à mesurer l'effort nécessaire pour imposer cette déformation.

La vitesse utilisée est 300mm/min.



Figure II.7 : exécution de l'essai de traction.

#### II.4.4.4. l'exploitation de l'essai :

Sur un diagramme effort-déformation, on observe les phases successives suivantes :

- **Zone OA** : domaine des **déformations élastiques ou réversibles** (zone parfois linéaire) si l'on cesse la charge, l'éprouvette retrouve ses dimensions initiales
- **Zone AB** : la déformation n'est plus complètement réversible. La **déformation** est **plastique (ou permanente)** homogène ; appelée aussi déformation plastique répartie. Les allongements croissent plus vite que les charges. L'allongement a lieu avec une diminution régulière de la section tout au long de l'éprouvette.
- **Zone BC**: la **déformation plastique se localise** dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la **striction** on aboutit à la rupture en C. les allongements croissent avec une diminution de la charge.

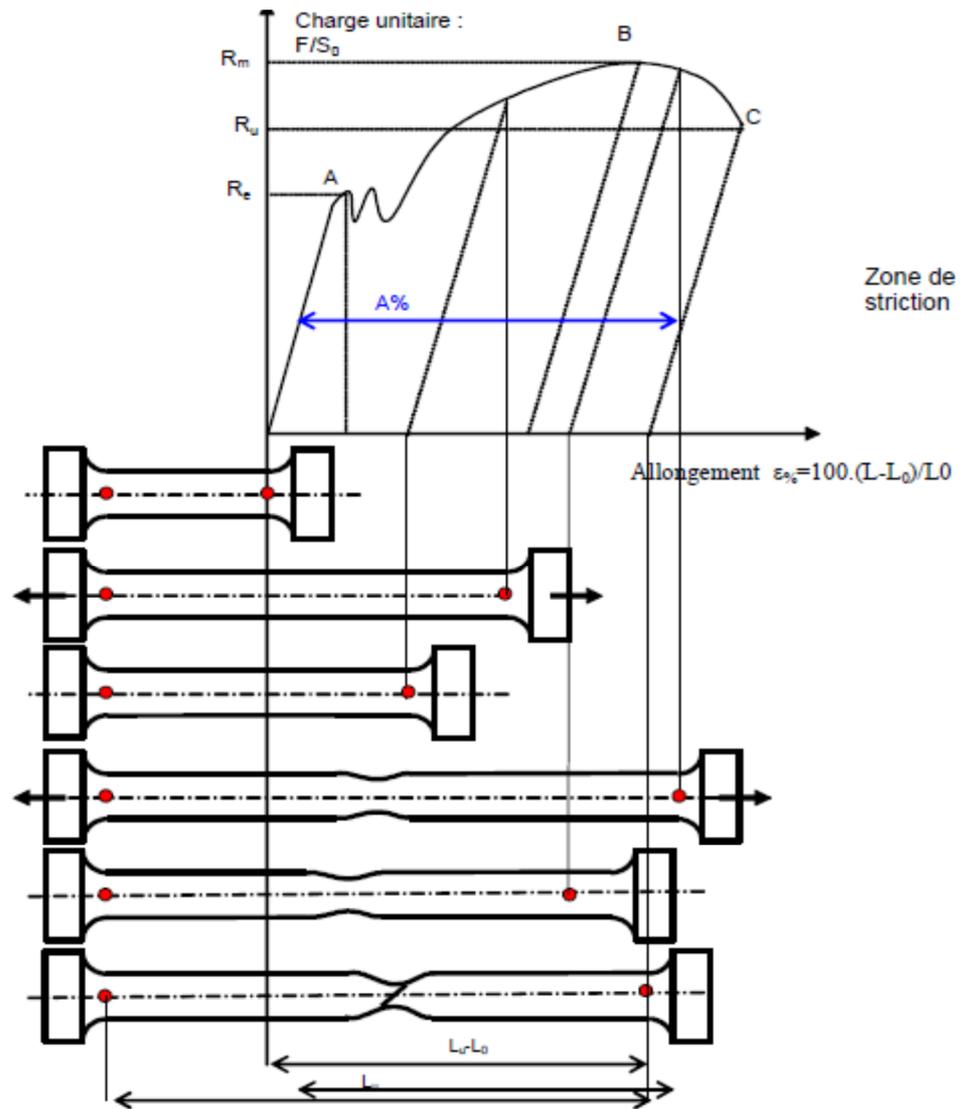


Figure II.8 : Domaine de déformation lors de l'essai de traction.

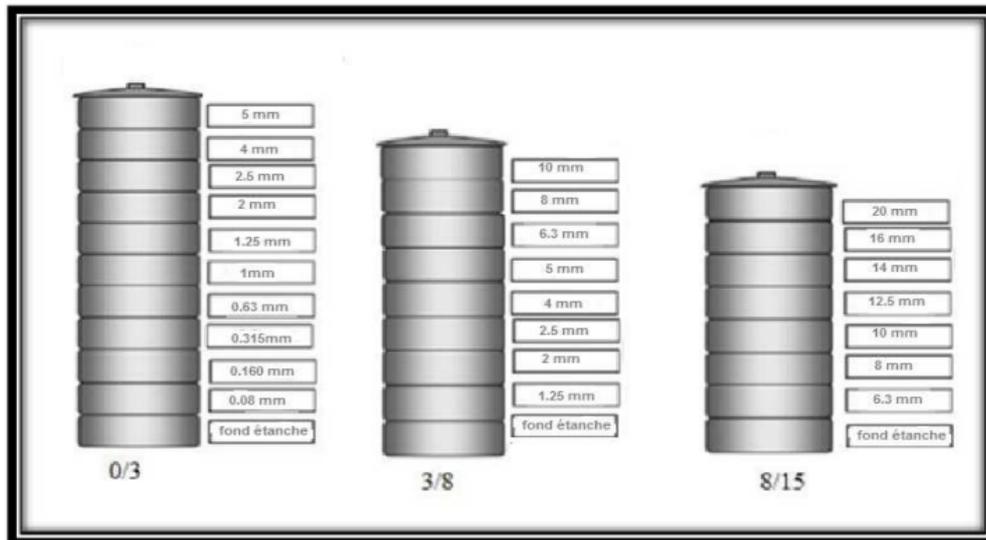
## II.5. Caractérisation des granulats

### II.5.1. Analyse granulométrique (EN FN 933-1 - mai 2012)

L'analyse granulométrique consiste à classer en classes granulaires un échantillon d'essai ou une masse de concassé ou roulé. L'essai a pour but de déterminer en poids la distribution des tamisages les plus gros éléments jusqu'à 0,08mm puis par sédimentation les éléments inférieurs

#### ➤ Principe d'essai

L'analyse granulométrique consiste à fractionner des granulats au moyen d'une colonne de tamis dont les dimensions des mailles sont normalisées et décroissants du haut vers le bas.



**Figure II.9 :** Colonne de tamis.

On trace la courbe granulométrique après le calcul du pourcentage des tamisâtes partiels par la formule suivante :

$$\mathbf{Tamisa (i)\% = 100 - refus (i) \%}$$

- En abscisse : les dimensions des mailles en échelle logarithmique ;
- En ordonnée : les pourcentages sur une échelle arithmétique ;
- La courbe doit être tracée de manière continue.

D'après les courbes cumulatives on calcule :

➤ **Coefficient de courbure ( $C_c$ )**

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de HAZEN dans la classification des sols. Afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée (un sol est mal gradué si une fraction des grains prédomine). Le coefficient de courbure est donné par l'équation suivante :

$$C_c = (D_{30})^2 / D_{10} \cdot D_{60}$$

$C_c$  : le coefficient de courbure :

$1 < C_c < 3$  : La granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie) ;

$C_c < 1$  et  $C_c > 3$  : La granulométrie est mal graduée (continuité mal répartie).

➤ **Coefficient de HAZEN (coefficient d'uniformité)  $C_u$**

Le coefficient de HAZEN permet de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée (Uniforme). Ce coefficient est défini par la relation suivante

$$C_u = D_{60} / D_{10}$$

$C_u$  : Le coefficient de HAZEN

$C_u < 2$ : La granulométrie est serrée (uniforme);

$C_u > 2$ : La granulométrie est étalée.

### II.5.2. Essai Los Angeles (NF P 18-573 Décembre 1990)

Cet essai permet de déterminer la résistance aux chocs des granulats. Il simule les chocs des roues des véhicules sur une route.

L'essai consiste à introduire des gravillons dans le cylindre de la machine Los Angeles. Lors de sa rotation, les granulats sont heurtés par des boulets plus lourds que les gravillons. La masse des éléments inférieurs à 1,6mm à la fin de l'essai donne la résistance aux chocs du granulat. Plus le résultat est faible, plus le granulat est résistant aux chocs.

Par définition le coefficient los Angeles est le rapport :

$$LA = (m / M) * 100$$

Avec LA : coefficient los Angeles.

M : la masse de la prise d'essai.

M : la masse de passant a travers le tamis 1.6 mm.

**Tableau II.2:** Le nombre de boulets pour chaque classe granulaire.

Classes granulaires	Nombre de boulets	Poids totale de la charge (g)
4 / 6.3	7	3080
6.3 / 10	9	3960
10 / 14	11	4840
10 / 25	11	5840
16 / 13.5	12	5280
25 / 50	12	5280

### II.6. Formulation d'enrobe

Pour la formulation des bétons bitumineux quatre types de mélanges ont été confectionnés en mélangeant les agrégats et les différents types de formulation de bitume pour des pourcentages en boue pétrolière 1%,2%,3%.

Quant au mélange d'enrobé bitumineux, il a été soumis à l'essai Marshall.

## II.7. Caractérisation des enrobes

### II.7.1. Essai MARSHALL

L'essai pour but de déterminer, pour une température et une énergie de compactage données, le pourcentage de vides, la stabilité et le fluage dits MARSHALL d'un mélange hydrocarboné à chaud.



**Figure II.10 :** Appareille MARSHALL.

#### ➤ Principe de l'essai

L'essai consiste à compacter des éprouvettes par damage selon un processus déterminé, puis à les soumettre à un essai de compression suivant une génératrice dans des conditions définies.

#### ➤ Mode opératoire

La masse des éprouvettes est déterminée par confection d'une éprouvette témoin, d'une masse indicative de 1200 g, compactée dans les mêmes conditions que les éprouvettes d'essai. A partir de six mesures de la hauteur réparties sur le tour d'éprouvette témoin, la masse correspondant à une éprouvette de hauteur théorique de 63.5 mm est calculée.

Peser la quantité de mélange hydrocarboné à 0.1 % près. Après avoir placé un disque de papier en fond de moule, introduire le mélange en une seule fois dans le moule, un disque de papier est mis en place à la surface du mélange hydrocarboné. Les moules sont remplis successivement. Un des moules contenant le mélange est fixe sur le socle en bois.

L'éprouvette n°1 est immédiatement compactée. Les autres moules étant placés dans une étuve à la température de référence. La dame étant maintenue perpendiculairement au moule. Le mélange est compacté en appliquant 50 coups de marteau de la dame en 55 secondes. Le moule est retourné après avoir retiré la hausse afin de présenter la face inférieure de l'éprouvette au compactage.

Le moule est placé pendant au moins 15 minutes sous un jet d'eau froide, puis il est conservé 1 heure à la température ambiante. Après démoulage les éprouvettes sont pesées à 1 g près. Les dimensions des éprouvettes sont mesurées en six zones différentes pour la hauteur et trois pour le diamètre. La masse volumique apparente est calculée à partir des mesures géométriques [1].

## **II.8. Tests de lixiviation sur enrobé**

### **II.8.1. Test de TCLP**

Le test TCLP est une méthode développée par l'agence de protection de l'environnement dans le but de déterminer le potentiel des pertes spécifiques des produits chimiques dans les déchets et dans les eaux souterraines.

#### **➤ Principe**

Le principe des tests de lixiviation est la détermination des phénomènes de fixation des contaminants et de comprendre les mécanismes de leur relargage. Le test TCLP vise à caractériser le comportement du déchet au cours du temps, nous mettons en contact le déchet avec la solution de lixiviation de volume fixe. Le principal agent susceptible de véhiculer les éléments toxiques vers l'environnement est l'eau [5].

### **II.8.2. Test de l'influence de pH sur la solubilisation des polluants (IpH)**

Ce test a pour but la détermination de la solubilisation des espèces chimiques en fonction du pH, ainsi que la capacité du matériau de neutraliser les solutions acides ou basiques auxquelles il est soumis.

➤ **Principe**

Le matériau est fragmenté et mis en contact pendant un certain laps de temps avec des solutions acides ou basiques pour un rapport L/S fixé. Les paramètres expérimentaux sont choisis afin d'atteindre un état stationnaire dans les transferts de masse en fin de période de lixiviation pour des valeurs de pH stabilisées [6].

➤ **Protocole expérimental**

Le test consiste en une mise en contact en parallèle de divers échantillons d'un matériau avec des solutions acides ou basiques de concentrations différentes. Le matériau utilisé est broyé à 1mm mais non séché. La solution de lixiviation est l'eau déminéralisée qui nous permettra d'obtenir le pH naturel du matériau. Les solutions acides sont préparées avec de l'acide nitrique( $\text{HNO}_3$ ) 1M et les solutions basiques avec de la soude( $\text{NaOH}$ ) 0.1N.

Une titration acido-basique s'effectue sur une masse connue 10g de matériau broyé à 1mm. Initialement, on introduit de l'eau déminéralisée dans un récipient fermé pendant 7 jours. Après une période de 48 heures, le pH de la solution de lixiviation est mesuré.

On procède alors à l'ajout d'un volume déterminé d'acide dans la solution de lixiviation. La valeur stabilisée du pH est notée et on effectue une nouvelle valeur de pH souhaitée. On obtient aussi des valeurs de pH en fonction de la quantité d'acide ou de base ajoutée, les valeurs du pH à atteindre sont : 4, 7, 10 [6].

### **II.8.3. Test de l'eau de pore (EP) et de la fraction maximale mobilisable (FMM) :**

La détermination de la composition de l'eau des pores nécessite son extraction à des pressions élevées ( $> 1\text{atm}$ ) et est par conséquent difficile à réaliser. Le test propose reproduit des rapport L/S décroissants nous permettant d'extrapoler les résultats pour une quantité de matériau et un volume de liquide correspondant à la porosité du monolithique : c'est l'estimation de la composition de l'eau des pores du matériau. Par le même principe, la reproduction des ratios L/S croissants nous permet d'estimer la fraction maximale mobilisable des espèces considérées [2].

#### **Principe :**

Le test consiste en une mise en contact du matériau finement broyé (dont on suppose qu'on pourra extraire toute l'eau par une installation de filtration) avec des volumes différents d'eau

déminéralisée. L'analyse physico-chimique des éluât nous permet de déterminer l'évolution des concentrations des espèces chimiques en fonction de la variation des rapports L/S. si le nombre de points expérimentaux est suffisant pour déterminer une telle tendance, une extrapolation de la composition de l'eau des pores est alors possible [2].

### Protocole expérimental :

Comme pour l'IpH, le matériau est broyé à 1mm. Des échantillons solides sont mis en contact avec de l'eau déminéralisée. Les rapports L/S sont déterminés en tenant compte de l'humidité du matériau. Les rapports L/S proposés sont 200, 100, 50, 10, 5, 2 ml/g de matériau sec. Les flacons sont soumis a une agitation mécanique par retournements pendant 7 jours (10 retournements/min) a température ambiante ( $23\pm 3$  C°). Les éluât obtenus sont filtrés à  $0,45\mu\text{m}$  et on mesure leur pH, conductivité et potentiel redox. Ils sont ensuite divisés en 2 parties : l'une est acidifiée a  $\text{pH} < 2$  avec de l'acide nitrique concentré (65%) pour être soumise a l'analyse des métaux, tandis que l'autre sert à analyse les anions.

**Tableau II.3:** présentations des quantités de matériaux nécessaires pour l'élaboration des tests EP et FMM.

	Rapport L/S	La masse du matériau en (g)
<b>Test EP</b>	2	100
	5	40
	10	20
<b>Test FMM</b>	50	4
	100	2
	200	1

#### II.8.4. La spectrométrie d'absorption atomique SAA

La spectrométrie d'absorption atomique (SAA) constitue un outil privilégié d'analyse en sciences environnementales. Cette technique qui a débuté dans les années 1965 est encore très utilisée dans les laboratoires effectuant l'analyse de petites quantités d'échantillons, mais surtout peu d'éléments par échantillon (1 à 6).

##### ➤ Principe

L'échantillon doit être présenté à l'appareil sous forme liquide, le solvant principal étant l'eau, mais pouvant être un solvant organique peu volatil. La solution est aspirée dans une chambre de mélange et envoyée avec les gaz combustibles et comburant dans un bruleur plat pour réaliser l'atomisation. La longueur du bruleur influence la réponse de sensibilité. La mesure est très rapide (15 à 30 sec par échantillon), mais reste monoélémentaire, ce qui limite l'utilisation dans le cas de grandes séries d'échantillon contenant par exemple 15 ou 20 éléments chacun. Le signal continu pendant l'aspiration de la solution est mesuré pendant 2 à 30 sec selon la précision souhaitée, puis est injecté dans une courbe (ou droite) de criblage dont l'équation est calculée avec la lecture réalisée sur 3 ou 5 solutions étalons de concentration connues réparties judicieusement sur la plage recherchée. Le résultat de chaque échantillon sera exprimé dans l'unité de concentration des solutions étalons, puis affecté de leur facteur éventuel de dilution. La justesse de préparation des étalons de criblage influe fortement sur les résultats finals [2].

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE DE CHAPITRE II**

- [1] HEZOUAT Hassan et BENSABAHA Salah Eddine, valorisation des résidus de fond de bac de stockage de pétrole dans les bitumes, en vue de l'obtention du diplôme de master en Mines option valorisation des ressources minérales, 2016.
- [2] BELAKHDAR Amel et BENHIDJEB Célia. Caractérisation et solidification/ stabilisation des résidus pétroliers par liant hydraulique. En vue de l'obtention du diplôme de master en génie des procédés. Option génie de l'environnement, Université de Bejaia. 2015/2016.
- [3] BENAÏSSA Meriem et MEDDOUR Rahma, caractérisation et traitement par stabilisation/solidification au liant hydraulique d'un résidu pétrolier, en vue de l'obtention du diplôme de master en chimie spécialité analyses chimique, 2016.
- [4] Ministère du logement et de l'Équipement-Laboratoire Central des Pont et Chaussées. Constitution et propriétés physico-chimiques des bitumes. In : Bitumes et Enrobés Bitumineux ; Paris : Laboratoire central des ponts et chaussées, 1972,451p.
- [5] Garrabrants, A.C.& Kosson, D.S. use of a chelating agent to determine the metal availability for leaching from soils and wastes, in waste materials in construction: putting theory into practice Goumans/ Sende/ Vandersloot, editors, Elsevier science, BV, 229-239 (1997).
- [6] Environment Agency EA (2005) EA NEN 7375: 2004: leaching characteristics of moulded ormonolithic building and waste materials: determination of leaching of inorganic components with the diffusion test « the tank test » based on translation of the Netherlands Normalisation Institute Standard, version 1.0.

# **Chapitre III**

## **Résultats et discussions**

## CHAPITRE III

### RESULTAT ET DISCUSSION

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus à savoir la détermination de la teneur en eau, huile et solide, la DRX, caractérisation des mélanges bitume-boue, la caractérisation des granulats et étude des formulations d'enrobés bitumineux.

#### III.1.Caractérisation des boues de pétrole

##### III.1.1.Détermination de la teneur en eau, huile et solide

Le tableau III.1 représente les teneurs en eau, en solide et en huile des boues étudiés, D'après les résultats obtenus on remarque que la teneur en huile est la plus élevée et cela peut être expliqué par le fait que notre boue est constituée de la matière organique.

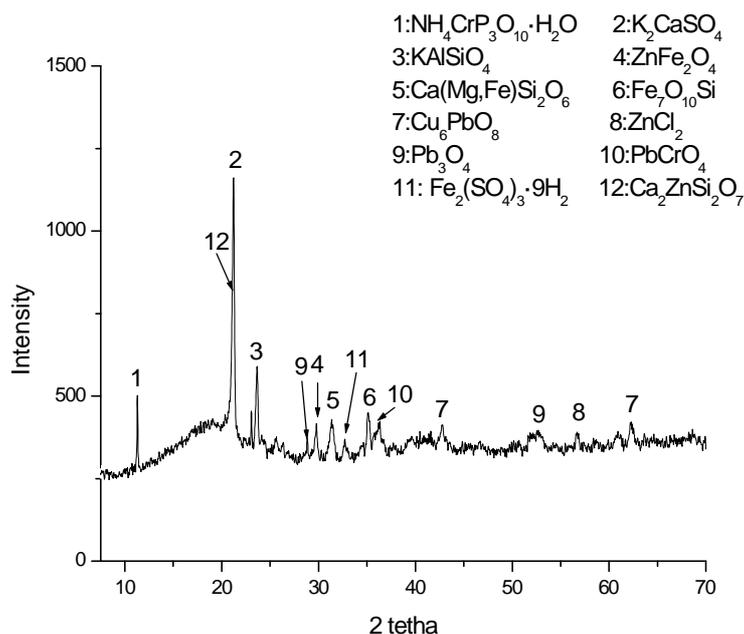
**Tableau III.1** : Teneur en eau, en huile et en solide

Type d'échantillon	Teneur en solide (%)	Teneur en eau (%)	Teneur en huile (%)	total
D1	11.8	27.02	61.14	99.94
D2	7.1	22.34	70.42	99.86
D3	22.12	25.79	51.97	99.88
D4	12.1	22.74	65.02	99.86

##### III.1.2. Analyse par diffraction au rayon X

La diffraction des rayons X est une technique d'étude, utilisée couramment pour identifier les espèces minérales cristallisées d'une matrice solide. Elle permet entre autres de discriminer des espèces minérales de même composition chimique mais de structures cristallines différentes.

La Figure III.1 représente les diffractogramme des échantillons de boue, l'analyse de ce diffractogramme permet de mettre en évidence que les signatures minéralogiques des quatre échantillons de boue sont très similaires.



**Figure III.1 :** Diffractogramme obtenue par DRX des quatre échantillons de boue.

La figure III.1 synthétise les données obtenues par DRX. Les analyses minéralogiques ont permis de mettre en évidence la présence de plusieurs phases cristallines distinctes, principalement la calcite, le quartz et la présence des phases contenant des métaux lourds tels que le plomb, le zinc, le chrome et le cuivre.

### III.1.3. Composition chimique élémentaire

La connaissance de la composition chimique élémentaire initiale de nombreux constituants est nécessaire pour la détermination d'un bilan de matière initiale l'analyse chimique élémentaire faite sur les lixiviants propre a chaque boue a été obtenus par différentes méthodes d'analyses (SAA, UV, SPF, titrage coplexométrique). Les résultats obtenus sont illustrée dans le tableau III.2.

**Tableau III.2 :** Composition chimique élémentaire de lixiviat propre a chaque boue

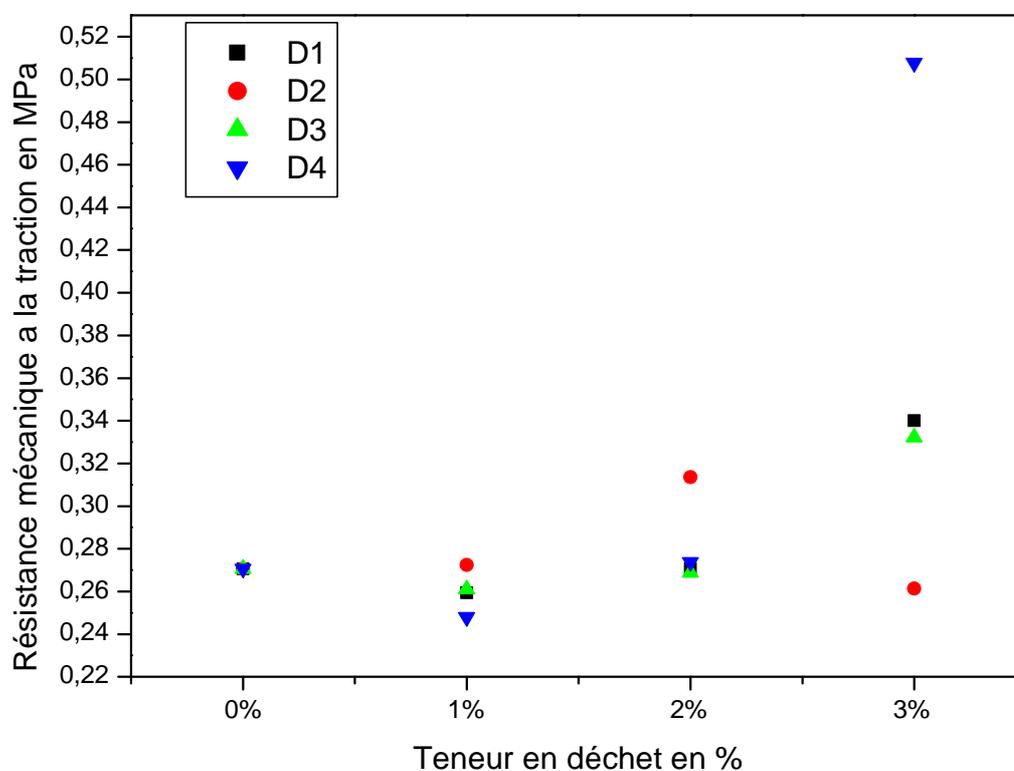
Eléments	Valeur en mg/kg					
	D1	D2	D3	D4	Normes NF x31- 210 kg/m	Normes NF X31- 211 (mg/l)
Zn	342.96	692.12	225.52	89.52	<250	3
Pb	327.17	186.944	96.092	23.08	<50	5

### III.2. Caractérisation des mélanges bitume-boue

#### III.2.1. Essai de traction

L'essai consiste à soumettre les éprouvettes de bitume à une déformation par traction puis la détermination de la résistance à la traction d'après les graphes donner par le logiciel d'acquisition.

La figure III.2 représente la résistance à la traction des bitumes modifiés en fonction de leurs teneurs en déchet.

**Figure III.2:** La résistance à la traction en fonction de la teneur en déchet.

Les courbes de résistance des quatre échantillons commencent par la même valeur de résistance (0.2706 MPa) pour 0% qui est considéré comme un échantillon témoin (il n'est pas modifié avec le déchet)

Pour l'échantillon D1, la résistance diminue de 0.2706 à 0.2594 pour 1%, après elle atteint une résistance de 0.3401 pour une teneur en déchet de 3%.

Pour l'échantillon D2, la résistance augmente jusqu'à une valeur de 0.3136 pour 2%, puis elle diminue à 0.2613 pour une teneur de 3%.

Pour l'échantillon D3, la résistance diminue à une valeur de 0.2610 pour 1%, puis elle augmente à une valeur de 0.3322 pour 3% de déchet.

Pour l'échantillon D4, la résistance diminue à une valeur de 0.2480 pour 1%, puis elle augmente pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de 0.5077 pour une teneur en déchet de 3%.

Donc d'après ces résultats on constate que l'échantillon D4<sub>3%</sub> est le plus résistant, il a une résistance de 0.5077 MPa.

### **III.3.Caractérisation des granulats**

#### **III.3.1.Analyse granulométrique (EN FN33-1-mai 2012)**

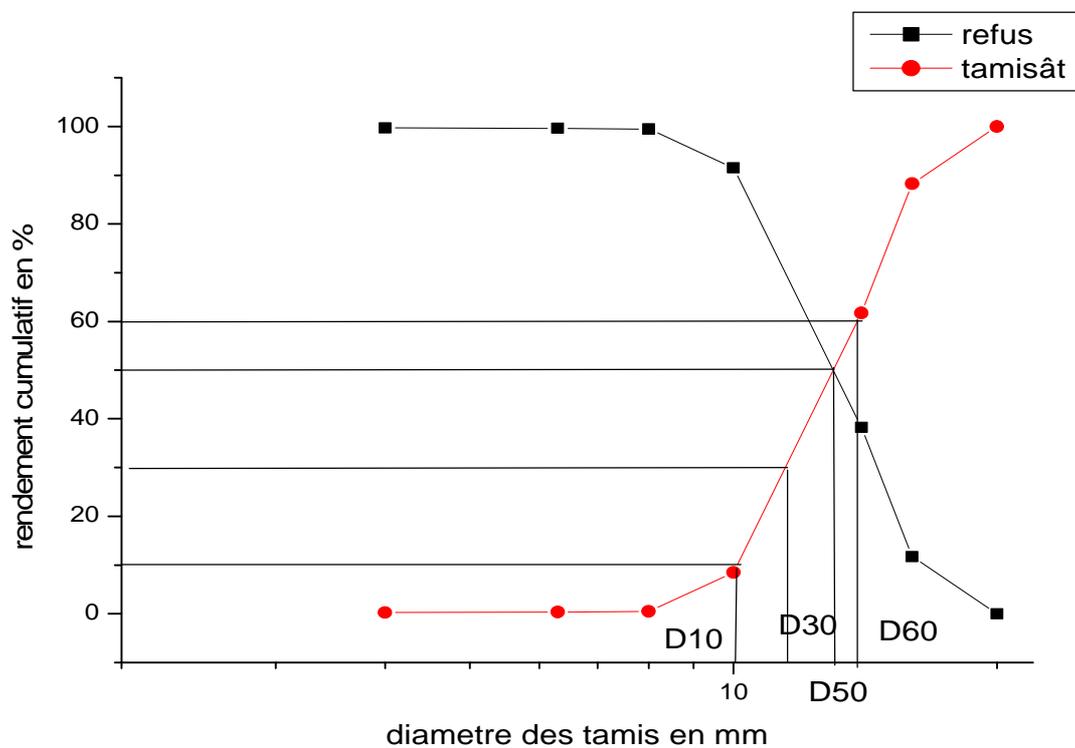
➤ **La classe granulaire 8/15 :**

On prend une masse de 5000g on la fait nettoyer avec de l'eau pour éliminer la fraction la plus fine, puis on la met à l'étuve pendant 24h pour sécher et on pèse la masse après séchage on trouve 4970g.

Le résultat de l'analyse granulométrique est présenté dans le tableau III.3.

**Tableau III.3** : Résultat d'analyse granulométrique de la classe 8/15.

Diamètre des tamis (mm)	Poids des refus Pi (g)	Rendement pondéral B %	Rendement cumulé du refus gr %	Rendement cumulé du tamisât gr %
20	0	0	0	100
16	500	11.73	11.73	88.27
14	1130	26.52	38.25	61.75
10	2270	53.27	91.52	8.48
8	340	7.98	99.5	0.5
6.3	4.77	0.11	99.61	0.39
4	4.5	0.11	99.72	0.28
Fond de tamis	12	0.28	100	0
Total	4261.27	100	/	/

**Figure III.3** : Courbe granulométrique de la classe 8/15.

D'après la courbe tamisât - refus on obtient:  $D_{10} = 10.19$  mm;  $D_{30} = 111.52$  mm;  $D_{50} = 12.94$  mm et  $D_{60} = 14.20$  mm.

$$C_U = 11.92 / 9.25 = 1.39.$$

$$C_c = 10.49^2 / 9.25 * 11.92 = 0.92.$$

On a  $C_u < 2$ ,  $C_c < 1$ , donc on conclut que la granulométrie est étalée et mal graduée.

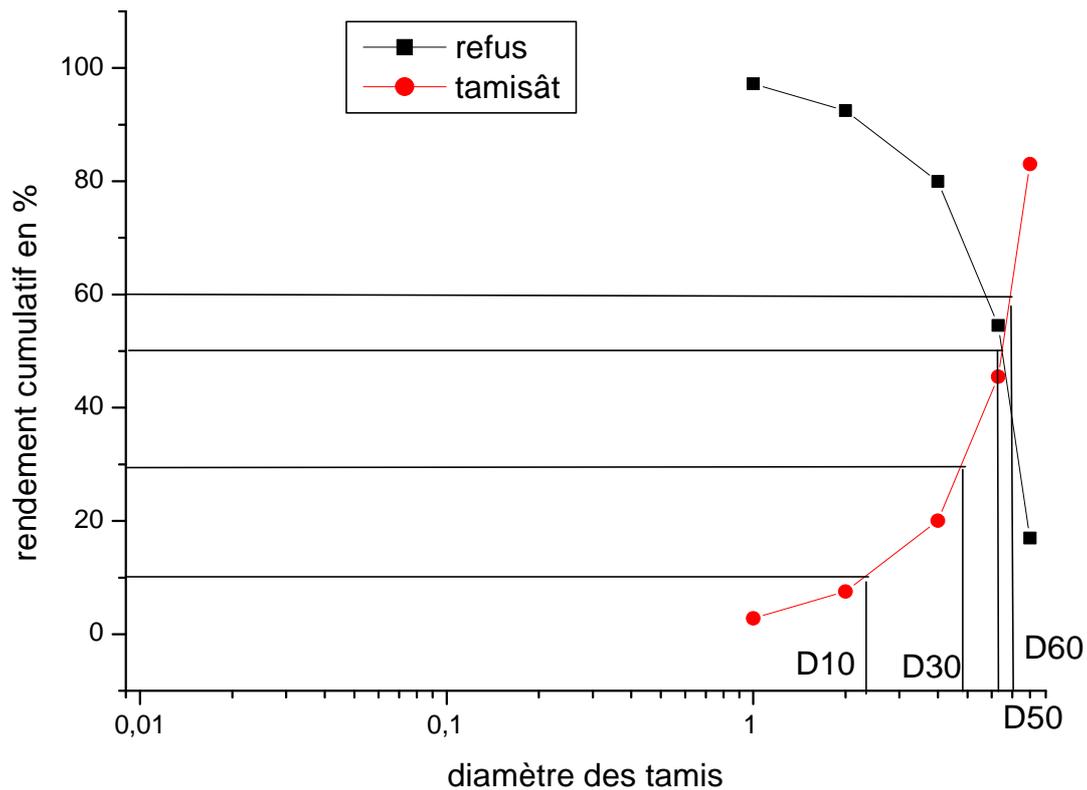
➤ **La classe granulaire 3/8 :**

On prend une masse de 5000g on la fait nettoyer avec de l'eau pour éliminer la fraction la plus fine, puis on la met à l'étuve pendant 24h pour sécher et on pèse la masse après séchage on trouve 4864g.

Le résultat de l'analyse granulométrique est présenté dans le tableau III.4.

**Tableau III.4 :** Résultat d'analyse granulométrique de la classe 3/8

Diamètre des tamis (mm)	Poids des refus $P_i$ (g)	Rendement pondéral B %	Rendement cumulé du refus gr %	Rendement cumulé du tamisât gr %
8	822	16.98	16.98	83.02
6.3	1818	37.55	54.53	45.47
4	1232	25.44	79.97	20.03
2	604	12.47	92.44	7.56
1	230	4.75	97.19	2.81
Fond de tamis	136	2.81	100	0
Total	4842	100	/	/



**Figure III.4 :** Courbe granulométrique de la classe 3/8.

D'après la courbe tamisât - refus on obtient:  $D_{10} = 2.46$  mm;  $D_{30} = 4.9$  mm;  $D_{50} = 6.51$  mm et  $D_{60} = 7.11$  mm.

$$C_U = 7.11 / 2.46 = 2.89.$$

$$C_c = 4.9^2 / (2.46 * 7.11) = 1.73$$

On a  $C_U > 2$ ,  $C_c < 3$ , donc on conclut que la granulométrie est serrée et bien graduée.

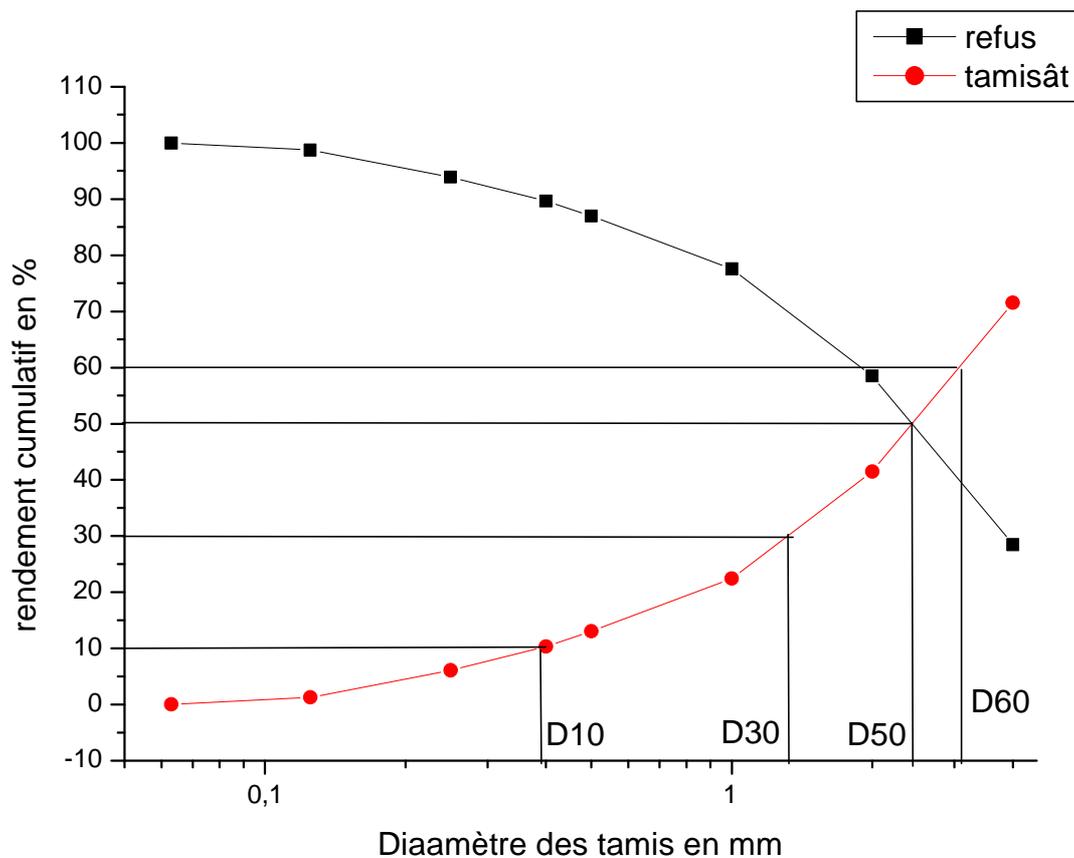
#### ➤ La classe granulaire 0/3

On prend une masse de 5000g on la fait nettoyer avec de l'eau pour éliminer la fraction la plus fine, puis on la met à l'étuve pendant 24h pour sécher et on pèse la masse après séchage on trouve 4995g.

Le résultat de l'analyse granulométrique est présenté dans le tableau III.5.

**Tableau III.5** : Résultat d'analyse granulométrique de la classe 0/3.

Diamètre moyen (mm)	Refus (g) Pi%	Rendement pondéral B%	Rendement cumulé des refus Gr%	Rendement cumulé des tamisât Gr%
4	1420	28.45	28.45	71.55
2	1500	30.06	58.51	41.49
1	950	19.04	77.55	22.45
0.5	470	9.42	86.97	13.03
0.4	134	2.69	89.66	10.34
0.25	212	4.25	93.91	6.09
0.125	240	4.81	98.72	1.28
0.063	62	1.24	99.96	0.04
Fond de tamis	2	0.04	100	0
total	4990	100	/	/

**Figure III.5** : Courbe granulométrique de la classe 0/3.

D'après la courbe tamisât - refus on obtient:  $D_{10} = 0.41$  mm;  $D_{30} = 1.32$  mm;  $D_{50} = 2.45$  mm et  $D_{60} = 3.14$  mm.

$$C_U = 3.14 / 0.41 = 7.65$$

$$C_c = 1.32^2 / 0.41 * 3.14 = 1.35$$

On a  $C_u > 2$ ,  $C_c > 1$ , donc on conclut que la granulométrie est serrée et mal graduée.

### III.3.2. Essai los Angeles (NF P18-573 décembre 1990)

#### ➤ La classe granulaire 3/8

Dans la machine los Angeles on introduit une masse  $M = 5000$  g et la charge de boulets de cette classe (9 boulets) après 500 rotations de la machine à une vitesse de 33tr/min, on recueille le granulat et on le fait passer par le tamis de 1.6mm, on pèse le refus  $m = 4532$ g.

Donc :

$$LA = (4532 / 5000) * 100 = \mathbf{90.64 \%}.$$

#### ➤ La classe granulaire 8/15

Dans la machine los Angeles on introduit une masse  $M = 5000$  g et la charge de boulets de cette classe (11 boulets) après 500 rotations de la machine à une vitesse de 33tr/min, on recueille le granulat et on le fait passer par le tamis de 1.6mm, on pèse le refus  $m = 4890$ g

Donc :

$$LA = (4890 / 5000) * 100 = \mathbf{97.8 \%}.$$

Le granulat de type 8/15 est le plus résistant parce qu'il possède un coefficient los Angeles faible.

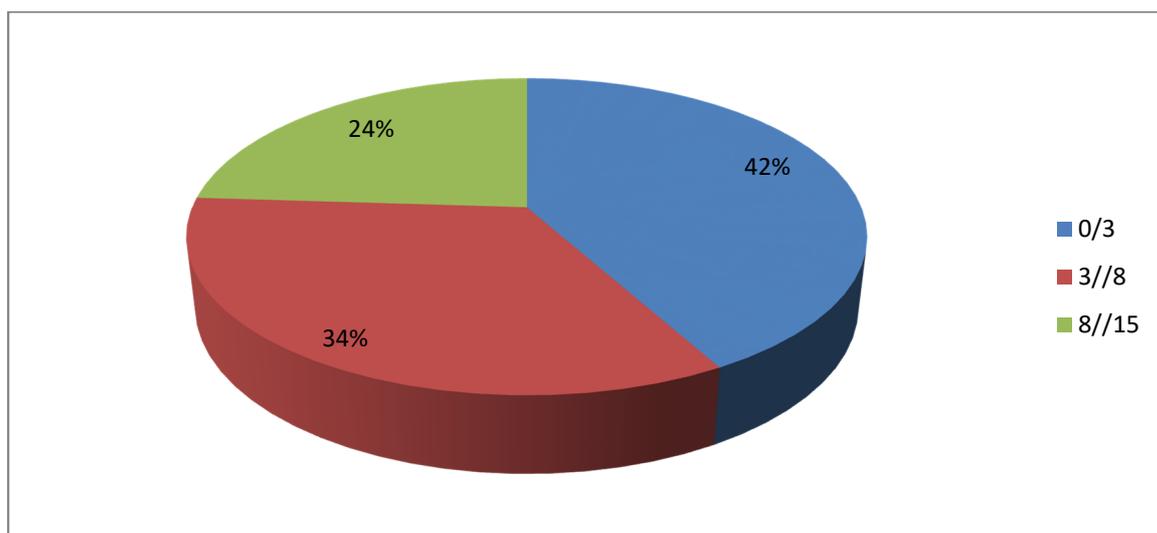
### III.4. Etude des formulations des enrobés bitumineux

#### III.4.1. Composition granulaire

Le tableau III.6 représente le résultat de caractérisation de trois types de granulat (0/3, 3/8 et 8/15)

**Tableau III.6:** Caractérisation des granulats utilisés.

	0/3	42	3/8	34	8/15	24	100
Diamètre des tamis (mm)	Rendement cumulatif des tamisât (%)	(%)	Rendement cumulaif des tamisât (%)	(%)	Rendement cumulatif des tamisât (%)	(%)	(%)
20	100	42	100	34	100	24	100
16	100	42	100	34	88.27	21.84	97.84
14	100	42	100	34	77.03	18.48	94.48
10	100	42	100	34	8.48	2.03	78.03
8	100	42	83.02	28.22	0.5	0.12	70.34
6.3	100	42	45.47	15.45	0.39	0.09	57.55
4	71.55	30.05	20.03	6.81	0.28	0.06	36.92
2	41.49	17.42	7.56	2.57	00	00	19.99
1	22.45	9.42	2.81	0.95	00	00	10.38
0.5	13.03	5.47	00	00	00	00	5.47
0.4	10.34	4.34	00	00	00	00	4.34
0.25	6.09	2.55	00	00	00	00	2.55
0.125	1.28	0.53	00	00	00	00	0.53
0.063	0.04	0.017	00	00	00	00	0.01

**Figure III.6:** Composition granululaire de béton bitumineux.

### III.4.2. Formulation d'enrobés bitumineux

Après la détermination de la meilleure composition granulaire. On passe à la confection des éprouvettes d'enrobés bitumineux modifiés avec la boue DN1 à fin d'étudier les caractéristiques mécaniques (MARSCHAL) à savoir la stabilité et le fluage, et cela pour déterminer le mélange le plus efficace de point de vue mécanique et aussi le plus valorisable.

Les performances des bétons bitumineux sont présentées dans le tableau III.7.

**Figure III.7:** Performances du béton bitumineux.

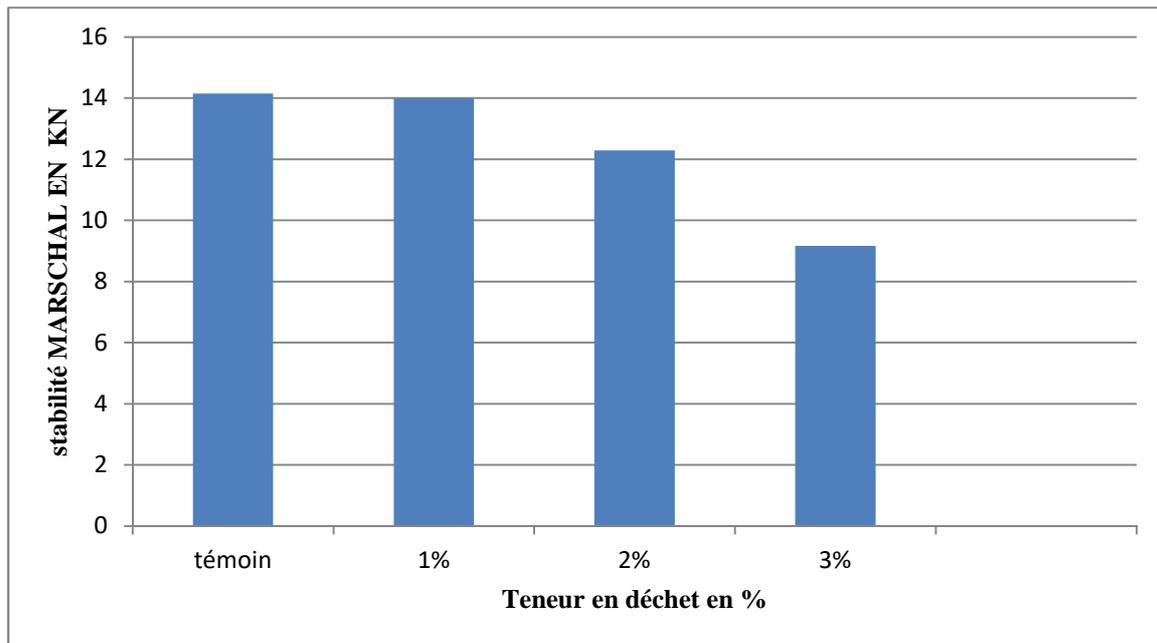
Caractéristiques MARSCHAL	Conformité
Stabilité (KN)	>10.50
Fluage (mm)	<4

➤ **Evolution de la stabilité MARSCHAL :**

Notre travail consiste à rajouter au bitume des pourcentages différents (1%, 2%, 3%) de la boue D1.

La variation des caractéristiques mécaniques des bétons bitumineux en fonction de la teneur en déchets est présentée dans les diagrammes qui suivent.

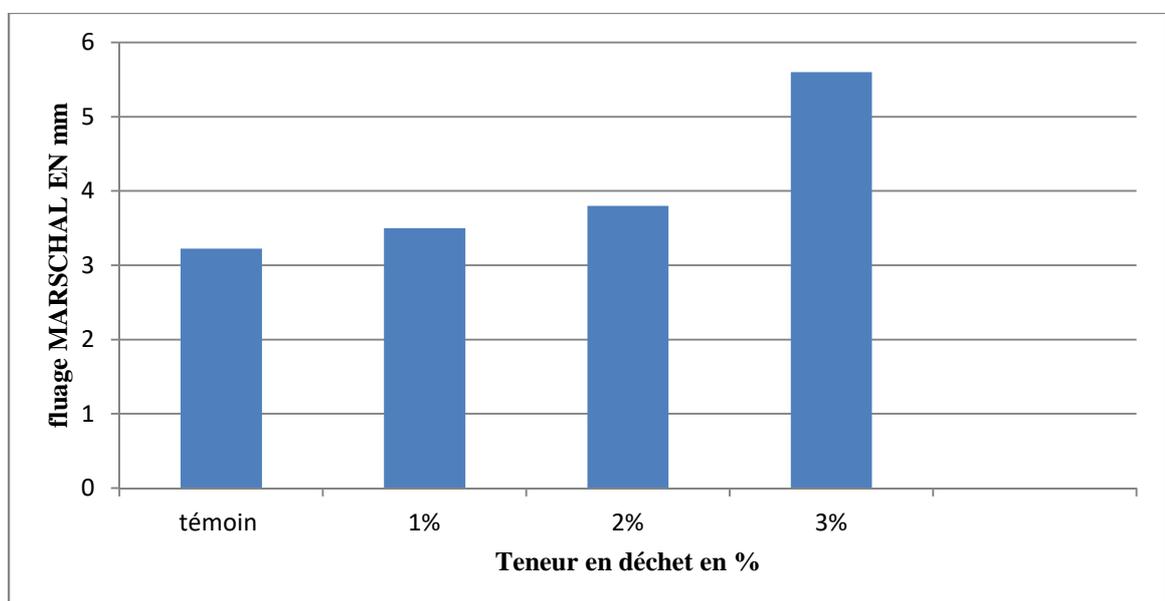
La figure III.7 montre que les formulations présentent des stabilités inférieures à celle de l'échantillon témoin, la stabilité maximale est de 13.99 KN pour le mélange de 1% puis 12.27 KN pour 2% après elle diminue jusqu'à 9.17 KN pour le mélange de 3%. Donc le mélange D1<sub>3%</sub> ne vérifie pas la norme (il n'est pas supérieur à 10.50 KN).



**Figure III. 7:** Stabilité en fonction de la teneur en déchet D1.

➤ **Evolution du fluage MARSCHAL**

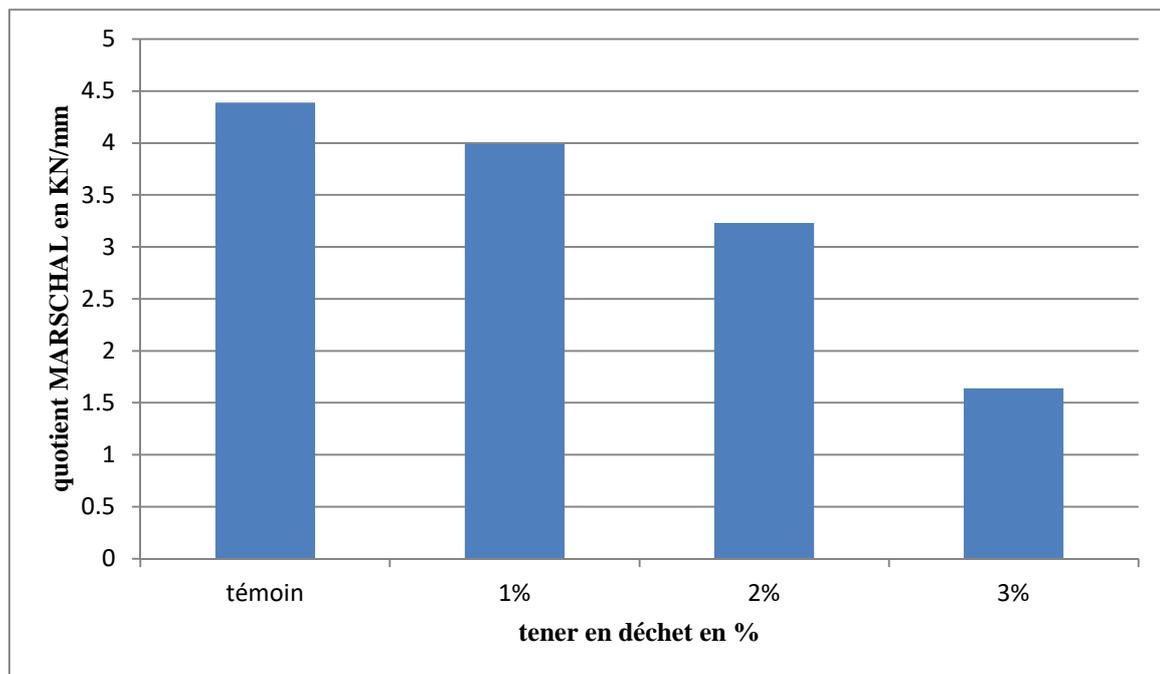
D'après la figure III.8 les valeurs de fluage augmentent en fonction de l'augmentation de la teneur en déchets (D1) et aussi elles sont supérieures à celle de témoin, mais la valeur de fluage de mélange 3% dépasse la norme.



**Figure III.8:** Fluage en fonction de la teneur en déchet D1.

➤ **Evolution de quotient MARSCHAL**

D'après la figure III.9 le quotient diminue en fonction de l'augmentation de la teneur en déchets et la valeur de quotient de témoin est la plus élevée.



**Figure III.9:** Quotient MARCHAL en fonction de la teneur en déchet D1.

D'après les résultats de l'essai MARCHAL on remarque que l'échantillon qui a une teneur en déchet de 2% présente une stabilité de 12.27 KN et un fluage de 3.8 mm, ses valeur son proche de la norme.

Donc on va faire le test de lixiviation avec l'échantillon D1<sub>2%</sub>.

### III.5. Test de lixiviation

Le test de lixiviation permet de quantifier les substances polluantes, dans un échantillon d'enrobé modifier fragmenter a un diamètre inférieur a 1 mm, on applique un ensemble de tests de lixiviation pendant une période de temps.

#### III.5.1. Test TCLP

Les résultats obtenus pour le test de TCLP sont illustré dans le tableau III.8.

**Tableau III.8:** Concentration de Zn et Pb dans la solution de lixiviation.

/	TCLP		Normes	
L/S	20 ml/g		/	
<b>Zn</b>	0.8443 (mg /l)	16.886 (mg /kg)	<250(mg/kg)	3(mg/l)
<b>Pb</b>	0.0385 (mg /l)	0.77 (mg /kg)	<50(mg/kg)	5(mg/l)

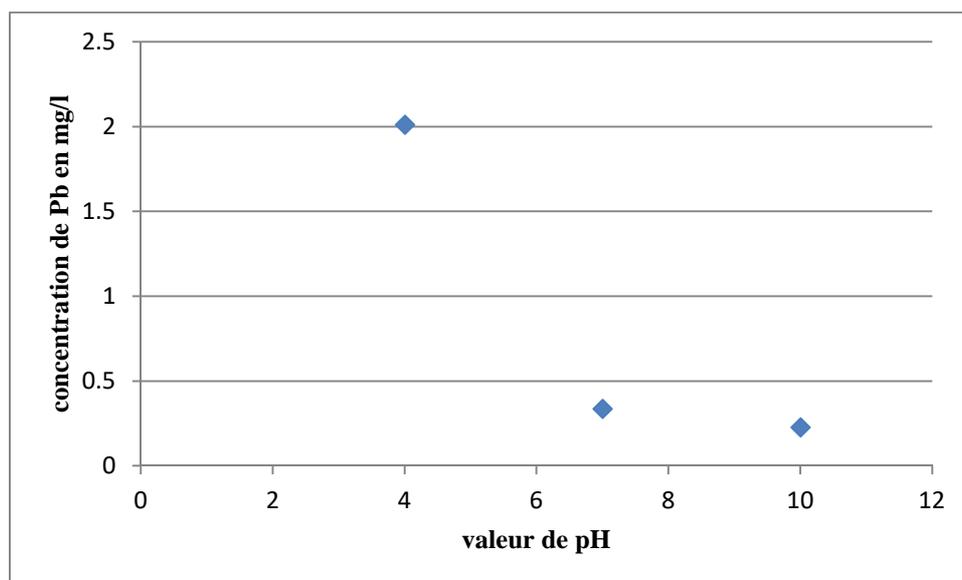
La concentration de Zn dans la solution de lixiviation est plus élevée que celle de Pb pour un rapport de 20, mais tous les deux vérifient la norme ( $Zn < 50 \text{ mg/l}$ ,  $Pb < 250 \text{ mg/l}$ ).

### III.5.2. Test de l'influence de pH sur la solubilité des polluants (IpH)

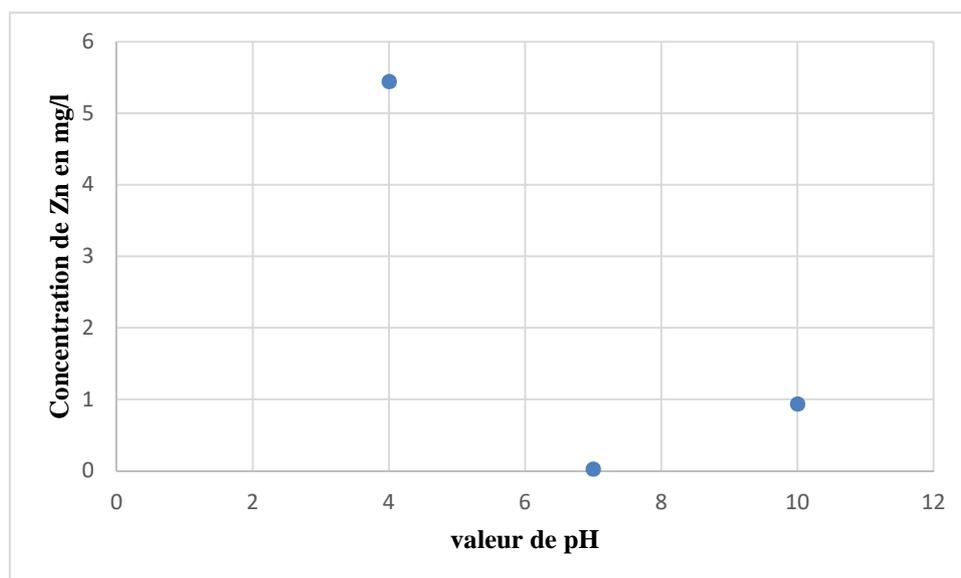
Les résultats obtenus pour le test de l'influence de pH sont illustré dans le tableau III.9.

**Tableau III.9:** Concentration de Zn et Pb en fonction de PH

pH	4	7	10	Normes
<b>Zn</b>	2.011 (mg/l)	0.335 (mg/l)	0.226 (mg/l)	3
	20.11 (mg /kg)	3.35 (mg /kg)	2.26 (mg /kg)	<250
<b>Pb</b>	0.4483 (mg/l)	0.03 (mg/l)	0.9403 (mg/l)	5
	4.483(mg /kg)	0.3 (mg /kg)	9.403 (mg /kg)	<50



**Figure III.10:** Evolution de la concentration de Pb en fonction de pH.



**Figure III.11:** Evolution de la concentration de Zn en fonction de pH

La concentration maximale de Zn est obtenue pour le pH 4, alors que le minimale est obtenue dans la solution la plus basique pH 10.

La concentration maximale de Pb est obtenus pour un pH10, tant dis que la concentration minimale est obtenus pour le pH7.

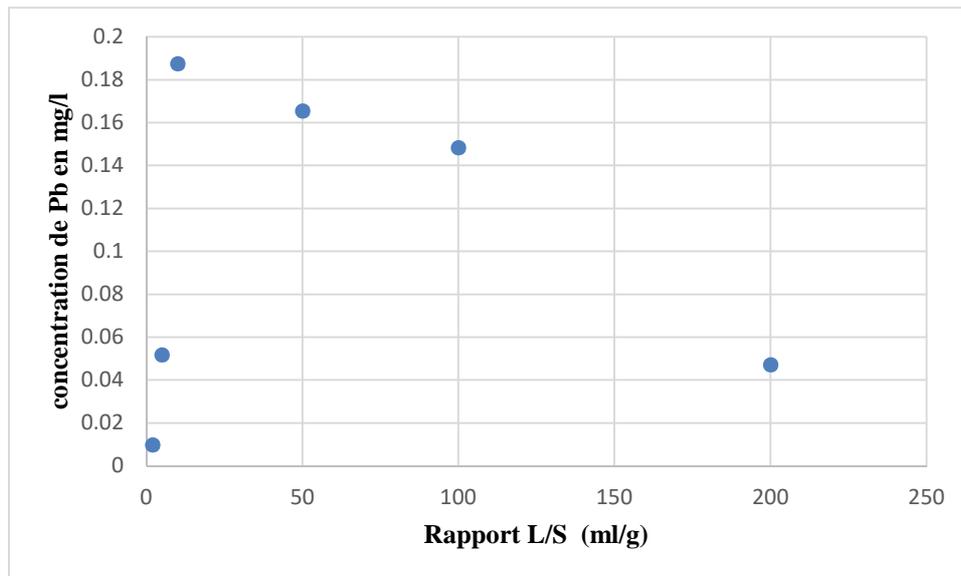
Les deux concentrations de Zn et Pb vérifient les normes pour toutes les valeurs de pH.

### III.5.3. Test de l'eau de pore (EP) et fraction maximale mobilisable (FMM)

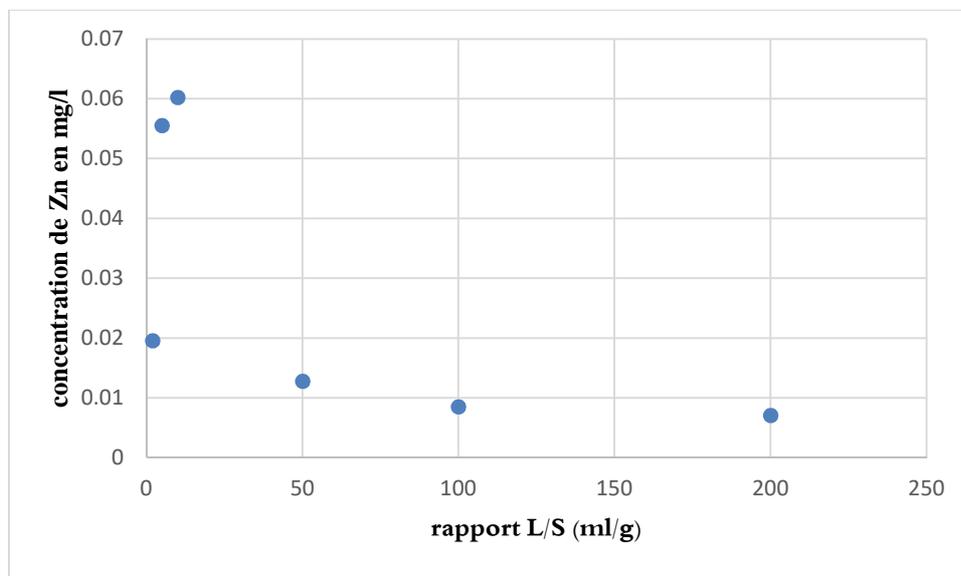
Les résultats obtenus pour les tests d'EP et FMM sont illustrés dans le tableau III.11.

**Tableau III.10:** Concentration de Zn et Pb en fonction de rapport L / S.

		EP			FMM			NORMES
L/S		2	5	10	50	100	200	/
pH		<2	<2	<2	<2	<2	<2	/
Zn	(mg /l)	0.0195	0.0555	0.0602	0.0128	0.0085	0.0070	3
	(mg /kg)	0.0391	0.2775	0.6023	0.64	0.85	1.4133	<250
Pb	(mg /l)	0.0098	0.05175	0.1875	0.1655	0.1484	0.0472	5
	(mg /kg)	0.0196	0.25875	1.875	8.275	14.84	9.44	<50



**Figure III.12 :** Evolution de la concentration de Pb en fonction de rapport L/S.



**Figure III.13:** Evolution de la concentration de Zn en fonction de rapport L/S.

D'après le tableau III.9 on remarque que la valeur minimale de la concentration de Zn est obtenue pour le rapport (L/S) R 200, alors que la maximale est obtenus pour R10.

La concentration minimale de Pb est obtenue pour R2, Tandis que la valeur maximale est obtenue pour un rapport de 10.

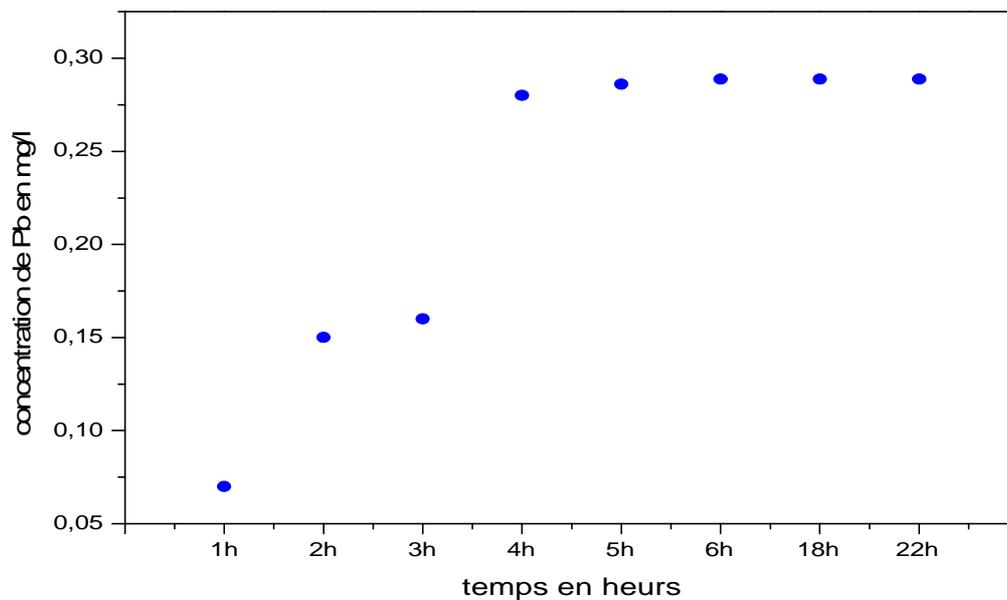
Les deux concentrations vérifient la condition de la norme.

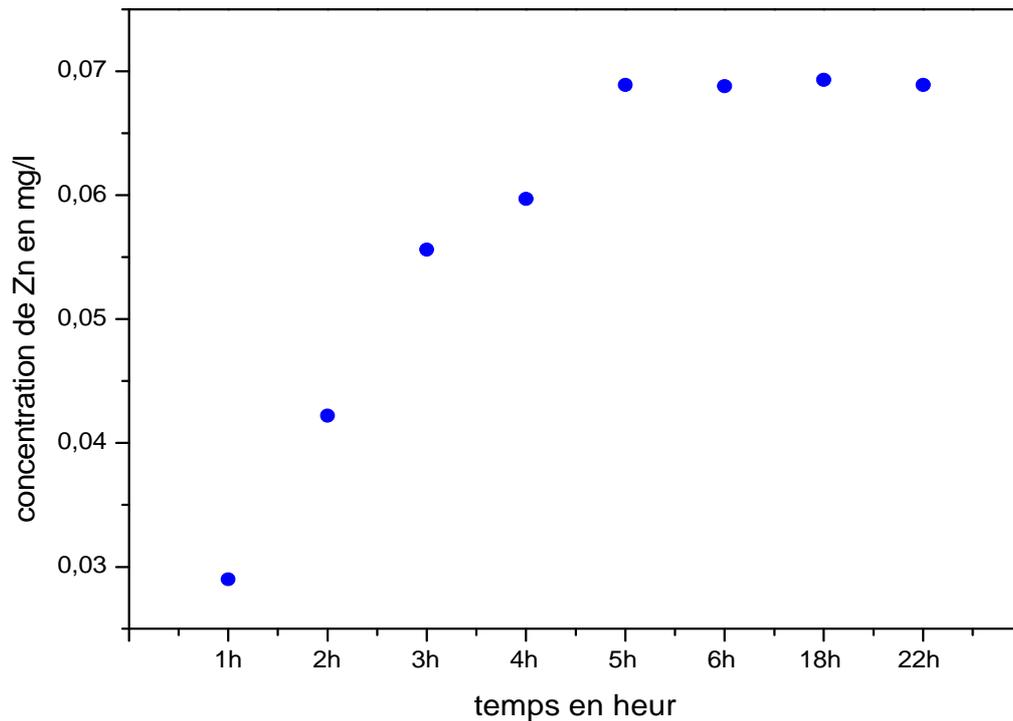
#### III.5.4. L'influence du temps sur la stabilité des métaux

Les résultats obtenus pour l'influence de temps sont présenté dans le tableau III.12

**Tableau III.11:** Concentration de Zn et Pb en fonction de temps d'agitation.

temps		1h	2h	3h	4h	5h	6h	18h	22h	normes
<b>Zn</b>	(mg / l)	0.029	0.0422	0.0556	0.0597	0.0689	0.0688	0.0693	0.0689	3
	(mg / kg)	0.29	0.422	0.556	0.597	0.689	0.688	0.693	0.689	<250
<b>Pb</b>	(mg / l)	0.07	0.15	0.16	0.28	0.286	0.2887	0.2888	0.2888	5
	(mg / kg)	0.7	1.5	1.6	2.8	2.86	2.887	2.888	2.888	<50

**Figure III.14 :** Evolution de la Concentration de Pb en fonction de temps



**Figure III.15 :** Evolution de la concentration de Zn en fonction de temps.

D'après le tableau III.10 on remarque que la concentration de Zn et Pb augmente progressivement pendant les premier cinq, après elle stabilise, donc le relargage des éléments Pb et Zn augmente pendant les six première heures après il s'arrête, mais toujours sont des les normes.

#### ➤ Pourcentage relargué

Le tableau III.13 représente le pourcentage relargué de Zn et Pb.

**Tableau III.12 :** pourcentage relargué en métaux lourds après S/S.

éléments	Pourcentage relargué (%)
Zn	5.86
Pb	4.53

D'après les résultats du tableau III.13, on conclut que le traitement de la boue pétrolière par le procédé de stabilisation/solidification par liants bitumineux est efficace.

D'après le test de lixiviation on conclut que :

- La quantité maximale relâchée pour Zn est donnée pour un pH 4 et dans le test de l'influence de pH (IpH) qui est de l'ordre de 2.011mg/l (20.11mg/kg).
- La quantité maximale relâchée pour le Pb est donnée pour un pH 10 et dans le test de l'influence de pH (IpH) qui est de l'ordre de 0.9403mg/l (9.403mg/kg).
- Les quantités relarguées de Zn et Pb sont dans les normes ce qui signifie que le procédé de stabilisation /solidification appliqué sur l'échantillon D1<sub>2%</sub> est réussi parce qu'il a réussi à réduire la concentration des métaux lourds, ainsi que leurs effets.

# **Conclusion générale**

## CONCLUSION GENERALE

A base des résultats obtenus sur nos échantillons de bitume et l'enrobé bitumineux modifié avec la boue de pétrole, on a tiré les conclusions suivantes :

- Les liants bitumineux modifiant par l'ajout des teneurs en déchets présentent des résistances mécaniques à la traction moyenne et variables en fonction de la teneur en déchet, l'échantillon de bitume modifié on ajoutant une teneur de 3% en déchet D1 présente une meilleure résistance.
- La DRX a permis d'identifier plusieurs phases cristallines distinctes, principalement la calcite, le quartz et la présence des phases contenant des métaux lourds tels que le plomb, le zinc, le chrome et le cuivre.
- L'essai de MARSCHAL nous a permis de déterminer la stabilité et le fluage de l'enrobé bitumineux en fonction des teneurs en déchets et on a choisi l'échantillon D1<sub>2%</sub> pour le test de lixiviation parce que c'est lui qui répond aux performances du béton bitumineux en ce qui concerne la stabilité et le fluage.
- Les tests de lixiviation (IpH, EP, FMM, influence de temps) on permet de détecter l'élément le plus relargué qui est le Zn pour un pH 4 dans le test de l'influence de pH (IpH).
- Les résultats de test de lixiviation à montré que la stabilisation/solidification appliqué sur l'échantillon D1<sub>2%</sub> est réussie.

Nous estimons que cette étude a porté de plus pour la méthode de traitement des rejets pétrolier de terminal marins de Bejaia.

## Résumé

L'industrie pétrolière produit chaque jours des quantités importantes des déchets chargé en hydrocarbures et en métaux lourds qui présente une très grande menace sur la faune et la flore. Au cours de notre travail on a essayé d'appliqué le procédé de stabilisation/solidification a base de liant bitumineux à fin de valorisé ce déchet et de réduire son impact sur l'environnement.

Le bitume est modifié avec des proportions variable de boue pétrolière (1%, 2%, 3%). Puis il est utilisé dans les formulations d'enrobé bitumineux (béton bitumineux 0/3, 3/8, 8/15) ce qui nous a donné un matériau stabilisé/solidifié, ce dernier a subit ensuite les tests de lixiviation (TCLP, IpH, ...etc.) après avoir été broyé a un diamètre de l'ordre de 1mm.

L'efficacité de procédé de stabilisation/solidification se manifeste clairement dans les résultats les test de lixiviation (diminution des concentrations des métaux lourds par rapport aux concentrations initiales dans le déchet).d'où l'importance de ce procédé.