



Université Abderrahmane Mira-Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

Memoire de Fin d'Etudes

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

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

M^r HEZOUAT Hassan

M^r BEN SAHA Salah Eddine

Thème

*Valorisation des résidus de fond de bac de stockage
de pétrole dans les bitumes*

Soutenu le 04 / 07 /2016 devant le jury composé de:

Président: M^r HAMMICHE

Promoteur : M^r MOUSSACEB Karim

Co promotrice : M^{elle} Bellache Dehia

Examinatrice: M^{elle} BOUNAB Samia

Année Universitaire: 2015-2016

Remerciements

Tous d'abord on remercie le bon dieu de nous avoir aidés durant toute la période de nos études.

Nous tenons à remercier dignement, profondément et sincèrement notre encadreur M^r MOUSSACEB pour avoir contribué par ses conseils, et son assistance.

Ainsi qu'à Madame bellach pour son aide, sa patience, ses orientations pour le développement de notre sujet de mémoire, par sa qualité de conseils et la finesse de ses jugements

Nous tenons à adresser nos sincères remerciements à tous le personnel de laboratoire des travaux publics du Sud de Ghardaïa qui ont participé à notre formation.

Sans oublier : M^r boucherba mohamed du laboratoire LTPS pour leur aide et coopération.

Nous remercions toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin dans la réussite de ce travail.

En fin toute nos gratitude aux membres du jury qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail

Dédicaces

*Du fond du cœur,
Nous avons l'honneur de dédier
Le fruit de nos années d'études
Aux personnes
Suivantes :*

○ A nos très chers parents :

*Merci pour tous les sacrifices et tous les encouragements que vous
avez déployé à notre égard. Tous les mots ne suffisent pas pour
exprimer notre amour et notre appréciation à vous.
Nous vous devons tout. Puisse dieu vous accorde santé et longue vie.*

○ A nos professeurs et enseignants

*Nous vous remercions pour toutes les informations que vous nous
avez données, qui ont contribué à réaliser cette étude et qui
nous aideront dans la vie professionnelle.*

○ A nos Collègues, amis et tous les étudiants de MINES

*On vous dédie ce travail avec notre gratitude et notre grand
respect.*

SOMMAIRE

Liste des tableaux	I
Liste des figures	II
Liste des abréviations	III
Résumé.....	VI
Abstract.....	VI
خلاصة.....	VI
Introduction générale	01
CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1.Généralité sur les déchets.....	03
I.1.1 Définition.....	03
I.1.2. Les déchets ultimes.....	03
I.1.3.Risques et impacts.....	04
I.2.Généralité sur les hydrocarbures	04
I.2.1. Définition des hydrocarbures.....	04
I.3. Origine des hydrocarbures.....	05
I.3.1. Les hydrocarbures fossiles.....	05
I.3.2. Les hydrocarbures actuels	05
I.4.Composition des hydrocarbures.....	05
I.4.1. Hydrocarbures aromatiques.....	05
I.4.2. Composés polaires.....	05
I.4.3. Asphaltènes.....	06
I.5. Pollution de l'environnement par les hydrocarbures.....	06
I.5.1. Impact des hydrocarbures sur l'environnement.....	06
I.5.2. Evaluation des sites pollués.....	06
I.6. liant bitumineux.....	07
I.6.1. Origine et composition.....	07
a. Les bitumes de distillation	08
b. Les bitumes soufflés ou oxydés	08
I.6.2. fabrication des bitumes.....	10
I.6.3. Composition chimique des bitumes et structure des bitumes	11
A. les asphaltènes	11
B. les maltènes	11

I.6.4. Propriétés.....	12
A. Les propriétés physico- chimiques	12
• La solubilité	13
• La densité.....	13
• La pression de vapeur	13
• Coefficient de partage octanol/eau (kow).....	13
B. Propriétés physiques et rhéologiques	13
➤ L'élasticité et la plasticité	13
➤ La viscosité et la rigidité	14
➤ L'adhésion	14
➤ La perméabilité et l'absorption d'eau	14
➤ Réactivité et vieillissement.....	15
1. L'oxygène	15
2. La lumière	16
3. La température	16
4. L'eau	16
I.7. Enrobes bitumineux.....	17
I.7.1. Fabrication.....	18
I.7.2. Caractéristiques.....	18
A. Liaison bitume-agrégat.....	18
B. Structure des enrobés bitumineux.....	20
CHAPITRE II. MATERIELS ET METHODES	
II.1. Echantillonnage	22
II.2. Caractérisation des boues.....	22
II.2.1. Détermination de la teneur en eau, huile et solide : méthode gravimétrique.....	22
II.2.1.1. Teneur en eau.....	22
➤ Expression des résultats.....	22
II.2.1.2. Teneur en huile.....	22
➤ Expression des résultats.....	22
II.2.1.3. Teneur en solide	23
II.2.2. Identification des phases minéralogiques par l'analyse DRX.....	23
➤ Définition.....	23
➤ Principe.....	23

II.3. Formulation.....	24
II.4. Caractérisation des formulations.....	24
II.4.1. Mesure de la masse volumique et de la densité des bitumes modifié	24
➤ Mode opératoire.....	24
➤ Expression des résultats.....	25
II.4.2. Détermination de la pénétrabilité a l'aiguille des produits bitumineux (NF T 66-004).....	26
➤ Principe d'essai	26
➤ Equipement.....	27
➤ Echantillonnage.....	27
➤ Mode d'emploi	27
II.4.3. Point de ramollissement Bille Anneau (NF T 66-008).....	28
➤ Définition.....	28
➤ Principe d'essai	28
➤ Mode opératoire.....	29
II.5. CARACTERISATION DES GRANULATS	30
II.5.1. les granulats.....	30
II.5.2. Familles de granulats	30
II.5.3. Les essais sur les granulats.....	31
II.5.3.1. Analyse granulométrique (EN FN 933-1 - mai 2012).....	31
➤ Principe d'essai	31
II.5.3.2. Propreté superficielle (NF P 18-591 septembre 1990)	32
II.5.3.3. Essai d'aplatissement (EN FN 933-3 mars 1997)	32
II.5.3.4. Essai Los Angeles (NF P 18-573 Décembre 1990)	32
II.5.3.5. Essai micro-Derval en présence d'eau (MDE) (NF P 18-572 Décembre 1990)	32
II.5.3.6. Essai d'équivalent de sable à 10 % des fines (NF P 18-572 Décembre 1990).....	32
II.5.3.7. Analyse chimique sommaire (NF P15-461 version 1964).....	33
II.6. Formulation d'enrobe	33
II.7. Caractérisation des enrobes	33
II.7.1. Essai : MARSHALL sur mélange hydrocarbonés.....	33
II.7.1.1. Domaine d'application	34

II.7.1.2.Principe de l'essai	34
II.7.1.3.Appareillage	34
A. Appareillage Spécifique	34
B. Appareillage non spécifique.....	34
II.7.2.Essaie duriez sur mélanges hydrocarbonés.....	35
➤ Mode opératoire	35
II.7.3. Masse volumique.....	36
Chapitre III. Résultat et DISCUSSION	
III.1. CARACTERISATION DES BOUE DE PETROLE	37
III.1.1. Détermination de la teneur en eau, huile et solide	37
III.1.2. Analyse par diffraction au rayon X.....	37
III.2. réalisation des formulations sur le bitume.....	38
III.2.1. Formulation bitume pur.....	38
III.2.2. Formulations bitume modifie.....	39
III.3. ETUDE DES FORMULATIONS D'ENROBE BITUMINEUX.....	40
III.3.1 Composition granulaire	40
III.3.2. Formulation d'enrobés bitumineux.....	42
III.3.2.1. Mode A.....	42
a- Evolution de la compacité.....	43
b- Evolution de la stabilité Marshall.....	43
c- Evolution du fluage Marshall.....	44
d- Evolution du quotient Marshall.....	45
e- Synthèse générale.....	45
III.3.2.2. Mode B.....	46
a- Evolution de la compacité.....	46
b- Evolution des stabilités Marshall.....	47
c- Evolution du fluage Marshall.....	47
d- Evolution du quotient Marshall.....	48
e- Synthèse générale	48
III.3.2.3. Mode C.....	49
a- Evolution de la compacité.....	49
b- Evolution des stabilités Marshall.....	49
c- Evolution du fluage Marshall.....	50

d- Evolution du quotient Marshall.....	51
e- Synthèse générale (Mode C).....	51
III.3.2.4. Mode D.....	52
a- Evolution de la compacité.....	52
b- Evolution des stabilités Marshall.....	52
c- Evolution du fluage Marshall.....	53
d- Evolution du quotient Marshall.....	54
e- Synthèse générale (Mode D).....	54
CONCLUSION.....	55
Référence bibliographique.....	
Annexe.....	

LISTE DES TABLEAUX
CHAPITRE I

Tableau I.1. Liste des déchets ultimes à stabiliser/solidifier	3
Tableau I.2. Analyse élémentaire des constituants Bitume (exemple type)	9
Tableau I.3. Masse moléculaires des constituants bitumes.....	10

CHAPITRE II

Tableau.II.1. Formulation de bitumes modifiés.....	24
---	----

CHAPITRE III

Tableau III.1. Teneur en eau, huile et solide	37
Tableau III.2. Caractéristiques du bitume pur.....	38
Tableau III.3. Formulation de bitumes modifiés.....	39
Tableau III. 4. Caractéristiques du bitume modifié.....	40
Tableau III.5. Caractéristiques géotechniques des granulats utilisés.....	40
Tableau.III.6. fuseau Béton bitumineux 0/14.....	41
Tableau III.7. Performances du béton bitumineux 0/14 retenue.....	42
Tableau III.8. Synthèse des résultats « mode A ».....	46
Tableau III.9. Synthèse des résultats « mode B ».....	48
Tableau III.10. Synthèse des résultats « mode C ».....	51
Tableau III.11. Synthèse des résultats « mode D ».....	54
Tableau III.12. Rapport général pour les formulations $F_{5\% DN1}$, $F_{5\% DN2}$, $F_{5\% DS}$ et $F_{5\%}$	55

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I

Figure I.1. Fabrication des bitumes.....	10
Figure I.2. a) Macrostructure des asphaltènes, b) Schématisation de la structure colloïdale du bitume	11
Figure I.3. Structure de chaussée (les couches 1,2 et3 contiennent du bitume).....	17
Figure I.4. Angle de mouillage à l'interface liquide-solide.....	19

CHAPITRE II

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).....	24
Figure II.1. Essai de pénétrabilité pour le bitume.....	26
Figure 2. Principe de l'essai de pénétrabilité.....	27
Figure II.3. Appareille Pénétrromètre.....	28
Figure II.4. Principe de ramollissement.....	28
Figure II.5. Appareille bille anneau.....	29
Figure II.6. Les deux familles de granulats.....	30
Figure II.7. Colonne de tamis.....	31
Figure II.8. Appareille MARSHALL.....	33
Figure II.9. Presse duriez.....	35

CHAPITRE III

Figure III.1. Diffractogramme obtenue par DRX des quatre échantillons de boue.....	38
Figure.III.2. Courbe granulométrique et fuseau du mélange.....	41
Figure.III.3. Composition granulaire du béton bitumineux 0/14.....	42
Figure III.4. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode A ».....	43
Figure III.5. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode A ».....	44
Figure III.6. Fluage en fonction de la teneur en déchets « Mode A ».....	44
Figure III.7. Quotients Marshall en fonction de la teneur en déchets « Mode A ».....	45
Figure III.8. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode B ».....	46
Figure VI.9. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode B »	47
Figure III.10. Fluage Marshall en fonction de la teneur en déchets « Mode B »	47
Figure III.11. Quotient en fonction de la teneur en déchets « Mode B »	48
Figure III.12. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode C ».....	49
Figure III.13. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode C ».....	50
Figure III.14. Fluage en fonction de la teneur en déchets « Mode C ».....	50

Figure III.15. Quotient en fonction de la teneur en déchets « Mode C ».....	51
Figure III.16. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode D ».....	52
Figure III.17. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode D ».....	53
Figure III.18. Fluage en fonction de la teneur en déchets « Mode D ».....	53
Figure III.19. Quotient en fonction de la teneur en déchets « Mode D ».....	54

LISTE DES ABREVIATION

DIS : déchets industriels spécieux

ESR : évaluation simplifiée des risques

C/H : carbone/hydrogène

HAP : hydrocarbures aromatiques et poly aromatiques

DN1 : décharge nord1

DN2 : décharge nord2

DS : décharge sud

DRX : Identification des phases minéralogiques par l'analyse

Hkl : une famille de plans réticulaires

BA : Bille Anneau

ATSM : American Society for Testing Materials

INTRODUCTION GENERALE

L'exploitation humaine des gisements de pétrole n'a cessé d'augmenter depuis le début du siècle dernier. L'extraction, le transport et l'utilisation de cette source d'énergie entraînent des risques de pollution (accidentelle et chronique) pour l'environnement pouvant influencer l'équilibre écologique et parfois entraîner la destruction de l'écosystème.

Les champs pétroliers produisent chaque jour des quantités importantes de déchet qui sont généralement chargées en hydrocarbures totaux (HCT) et en métaux lourds dont les teneurs dépassent les normes en vigueur.

La Région Transport Centre (RTC) est chargée du transport du pétrole brute et du condensat, reliant Haoud El Hamra (Hassi Messaoud) au Terminal Marin de Bejaïa (TMB), pour assurer la livraison de ses produits ; pétrole brut et condensat, destinés à l'exportation via le port de Bejaïa pour cela cette ville demeure l'un des exemples les plus illustratifs de la pollution par les hydrocarbures du pays.

Face à cette situation précaire et pour une bonne préservation du milieu récepteur, nous essayons au cours de ce travail de traité une boue de pétrole.

La composition et les propriétés de ces dépôts sont en fonction des propriétés de l'huile. Les boues d'hydrocarbures dans un réservoir d'huile sont dans un état d'agrégation pâteuse. Les dépôts de fond étant abordées dans cette étude contiennent des paraffines, des résines, asphaltènes, des acides asphaltène formant, naphthènes, l'eau et les impuretés mécaniques.

D'une façon l'étude que nous avons menée sont permis d'améliorer les propriétés de déformation et de résistance de la boue d'hydrocarbure et de les combiner avec les bitumes.

D'autre part de développer un nouveau matériau de couverture imperméable à l'eau qui peut être utilisé pour fabriquer des toits laminés et aux sous-sols et des fondations étanches.

Le mémoire que nous présenterons est divisé en trois chapitres principales ; partie théorique, matériels et méthodes et on termine par l'interprétation des résultats.

➤ Premier chapitre présente des généralités d'une part sur les boues hydrocarbures : leurs origines, leurs composition leurs impacts sur l'environnement. Et d'autre part sur les bitumes et les liants bitumineux ; leurs origine, leurs fabrication et leurs utilisation.

➤ Deuxième chapitre apporte une vue générale des différentes méthodes d'analyse réalisé sur notre formulation (bitume modifiée par la boue) : Mesure de la masse volumique et de la densité des bitumes modifier, détermination de la pénétrabilité à l'aiguille des produits bitumineux, point de ramollissement Bille Anneau, Essai MARSHALL et l'Essaie duriez.

➤ Le troisième chapitre traite les résultats de différentes analyses obtenus avec leurs interprétations et les domaines de valorisation.

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. GENERALITE SUR LES DECHETS

I.1.1. Définition

Tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement ,tout bien meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon [1].

I.1.2. Les déchets ultimes

Est un déchet qui n'est plus susceptible d'être traité dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par réduction de son caractère polluant ou dangereux. [1].

Ce déchet ultime doit donc être stocké de manière définitive ou jusqu'à la mise au point de nouveaux procédés permettant de la valoriser de manière rentable. Pour être au centre de stockage, ces déchets doivent répondre à des critères fixés par la législation. Les caractéristiques des déchets, déterminés par des tests réglementaires (principalement des tests de lixiviation) sont comparées à ces critères d'admission. En dessous des performances requises, le déchet doit subir un traitement de stabilisation afin de le rendre massif et stable chimiquement.

L'application d'un procédé de traitement appelé stabilisation/solidification(S/S) semble être une solution pour de nombreux déchets [2].

Le tableau I présente les deux catégories (A et B) de déchets industriels spéciaux (DIS) ultimes à stabiliser/solidifier respectivement depuis le 30 mars 1995 et 1998.

Tableau I.1. Liste des déchets ultimes à stabiliser/solidifier [3].

<p>Déchets de la catégorie A (30/03/1995)</p>	<ul style="list-style-type: none"> -Résidus de l'incinération (cendres, déchets de l'épuration des fumées ...). -Résidus de la métallurgie (poussières, scories et crasse de seconde fusion, boues d'usinage). -Résidus de forage (suite l'utilisation de fluides de forage à base hydrocarbures). -Déchets minéraux de traitement chimique (tels que les oxydes et les sels métalliques, les sels minéraux, les catalyseurs usés).
--	---

Déchets de la catégorie B (30/03/1998)	-Résidus de traitements d'effluents industriels, d'eaux industrielles de déchets ou de sols pollués (boues et résidus d'épuration d'effluents, résidus de traitement de sol pollués, résines échangeuses d'ions). -Résidus de l'incinération (mâchefers). -Résidus de peinture ; -Résidus des métallurgies (scories, crasse, sable de fonderie). -Résidus d'amiante.
---	--

I.1.3. Risques et impacts

Les centres de stockage de déchets sont des sources potentielles d'émissions d'effluents gazeux ou liquides, de qualité et quantités très diverses, selon les catégories de stockage, les conditions climatiques et les dimensions et modes d'exploitation.

Pour évaluer les impacts potentiels, il faut bien évidemment considérer en définitive les expositions et non pas seulement les émissions brutes ou nettes après traitement. A cette fin, il est nécessaire quantifier en flux les différentes sources d'émission qui, après transfert dans les divers milieux, produiront les doses susceptibles d'engendrer des effets significatifs en terme d'impacts [9].

I.2. Les hydrocarbures

I.2.1. 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 où 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, les alcynes et les composés aromatiques).

De plus, il existe plusieurs enchaînements possibles :

- ✓ Les hydrocarbures linéaires où chaque atome de carbone n'est lié qu'à deux autres atomes de carbones au plus (ex : allènes).
- ✓ Les hydrocarbures ramifiés où un ou plusieurs atomes de carbone sont liés à plus de deux autres atomes de carbone (ex : isooctane).
- ✓ Les hydrocarbures cycliques où la chaîne carbonée se referme sur elle-même (ex : cyclohexane) [2].

I.3. 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 [3].

Les hydrocarbures dans l'environnement peuvent avoir plusieurs origines :

I.3.1. 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.

I.3.2. 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.

I.4. Composition des hydrocarbures

I.4.1. Hydrocarbures aromatiques

Plusieurs familles d'hydrocarbures aromatiques et poly aromatiques dont le nombre de noyaux varie de 2 à 6 sont présentes dans les pétroles bruts. Ces composés sont dominés par des composés mono-, di- et tri-aromatiques.

En général, les hydrocarbures aromatiques sont moins abondants que les alcanes, et ne représentent que 10 à 30 % des hydrocarbures totaux d'un brut pétrolier.

I.4.2. Composés polaires

Cette fraction correspond à des molécules hétérocycliques, telles que :

- Les composés oxygénés : phénols, acides carboxyliques, alcools, aldéhydes,...
- Les composés soufrés : mercaptans, sulfures, disulfures,...
- Les composés azotés : pyridines, quinoléines,...
- Les dérivés soufrés sont dans la plupart des cas plus abondants que les composés oxygénés ou azotés.

I.4.3. Asphaltènes

Les asphaltènes correspondent à une classe de composés de hauts poids moléculaires, insolubles dans le pentane ou l'hexane. La structure de ces composés est mal connue du fait, d'une part de leur composition chimique complexe (à base de cycles aromatiques condensés, de naphthéo-aromatiques, de ramifications et d'hétéroatomes O, N, S), d'autre part de méthodes analytiques difficilement utilisables.

Les métaux sont également présents mais à l'état de traces. Les plus abondants sont le vanadium et le nickel, mais du fer, du sodium, du cuivre et de l'uranium ont également été détectés.

I.5. Pollution de l'environnement par les hydrocarbures

La notion de la pollution est toute relative. On peut considérer qu'il y a pollution par les hydrocarbures lorsque l'action de ceux-ci peut être considérée comme néfaste aux conditions de vie de l'Homme directement, ou indirectement, si elle affecte les populations animales et végétales qui lui sont utiles [6].

L'étude de la pollution des hydrocarbures nécessite des dosages très précis ; 200 ppb d'hydrocarbures dans l'eau sont suffisantes pour altérer son odeur. On constate que 10 ans peuvent s'écouler entre un déversement dans le sol et son arrivée dans une nappe aquifère [6].

I.5.1. 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 [2].

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 en particulier) [7].

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 [2].

Au niveau de la phase gazeuse du sol, les risques sont réels avec la présence de substances volatiles : émanations toxiques, incendies et explosions avec des produits inflammables et explosifs en atmosphère confinée [7].

I.5.2. Evaluation des sites pollués

L'évaluation de la contamination des sites suspects et l'estimation du danger qui l'associe est un grand problème. L'évaluation simplifiée des risques (ESR) concerne leur

impact potentiel sur les cibles définies. Le risque est défini par la combinaison de trois facteurs :

- Le danger de la source polluante ; lié à la nature des substances polluantes présentes sur le site et à leur quantité.
- Le transfert des substances de la source vers les milieux.
- Une cible : l'Homme seul, ou l'environnement (l'Homme, faune, flore...) [6].

I.6. Liant 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. Dans cette étude, nous ne ferons référence qu'aux bitumes issus du pétrole [8].

I.6.1. 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 peuvent être d'origine : naturel : (Iles des Bermudes et de la Trinité) ; sont souvent mélangés de fillers fortement imprégnés (bitume de Trinidad : 44% de filler et 56% de bitume très pur), artificiel produit de distillation de pétrole brut de nature

Le bitume [3] est un produit qui adhère à la majorité des matériaux usuels : pierre, béton, bois, ciment, métal, verre, etc. C'est un excellent isolant thermique, diélectrique et phonique et c'est un liant car c'est propriétés particulière telles que étanchéité, cohésivité, élasticité, durabilité lui confère de l'utiliser dans des applications très variées outre la construction et l'entretien du réseau routier comme :

- construction de barrages, réservoirs, matériaux de couverture ;
- confinement de déchets ;
- sols industriels, aires de stockage ;
- isolation, insonorisation, collage, protection (automobile, électroménager, moquette).

Le bitume se présente sous une forme visqueuse, en fait plus ou moins viscoélastique de couleur noire.

a. 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.

b. 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) [8, 9, 10,11].

Les différents procédés de fabrication, dont nous n'avons fait qu'une très sommaire présentation, permettent d'obtenir une gamme variée de produits tous désignés par l'appellation bitume.

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 [8].

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

- Paraffiniques saturés linéaires ou ramifiés.
- Naphténiques saturés cycliques.
- Aromatiques et 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 [8-11].

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%) [10].

Tableau I.2. Analyse élémentaire des constituants Bitume (exemple type)[8].

Elément	Pourcentage
Carbone	83 %
Hydrogène	10 %
Soufre, Oxygène et Azote	7 %
Fe, V, Ni, Al, Si	Traces

Le tableau I.3 représente les masses moléculaires des constituants bitumes :

✓ **Les asphaltènes**

Ils se présentent sous la forme d'un solide dur, brun-noir, friable. 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 [8-11].

✓ **Les maltènes**

Ils ont un aspect huileux et correspondent à l'association des huiles et des résines [8-11].

✓ **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, peptides par les résines, en suspension dans les maltènes [8-11]. 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 [8].

Tableau I.3. Masse moléculaires des constituants bitumes.

Constituant	Asphaltènes	Maltènes	
		Huiles	Résines
Masse Molaire (g/mol)	700 à 30 000	200 à 2 000	5 000

I.8.2. Fabrication des bitumes

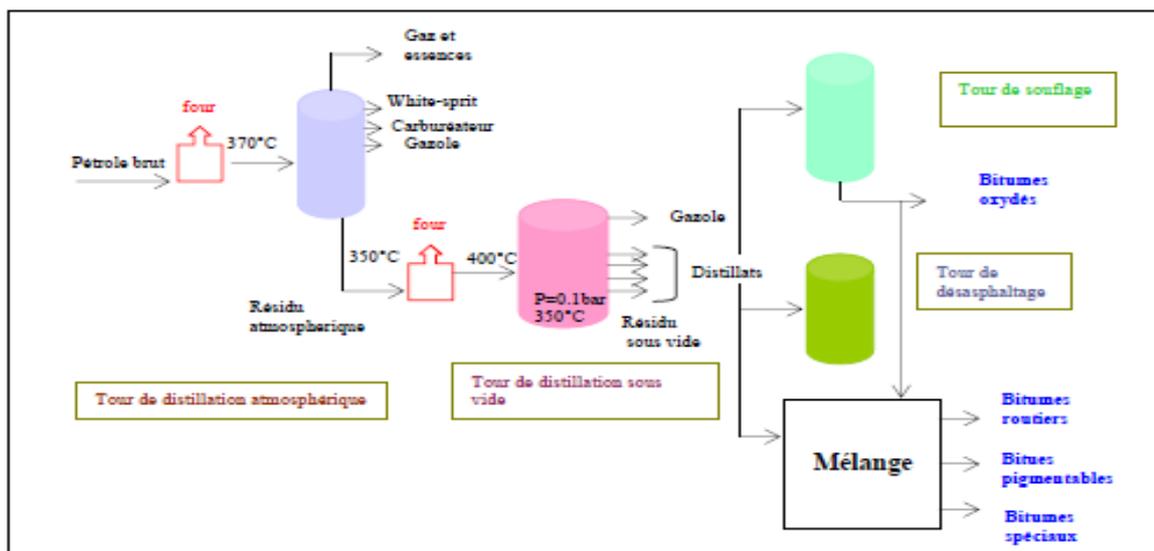


Figure I.1. Fabrication des bitumes.

I.6.3. Composition chimique des bitumes et structure des bitumes

En général, le bitume est constitué de 80 à 85% de carbone et de 10 à 15%. Il est formé de deux parties :

1. **Les asphaltènes**: sont composés essentiellement d'hydrogène et de carbone et se présentent sous la forme d'un "solide" friable brun à noir. Généralement les bitumes comportent 10 à 20% en poids d'asphaltène.

2. **Les maltènes**: ils sont constitués principalement d'huiles saturées, d'huiles aromatiques et de résines.

Le bitume se présente comme un système colloïdal. Mais s'il y a suffisamment de molécules aromatiques dans la partie maltènes, les asphaltènes peuvent alors être floculés. Ce système peut être considéré comme un "gel" qui confère au bitume ses propriétés élastiques. C'est en particulier le cas des bitumes dits "soufflés" ou "oxydés", dans ce cas les asphaltènes ne s'interagissent pas et on a une structure "sol" (visqueuse). Classe intermédiaire appelée "sol-gel" correspond aux bitumes intermédiaire

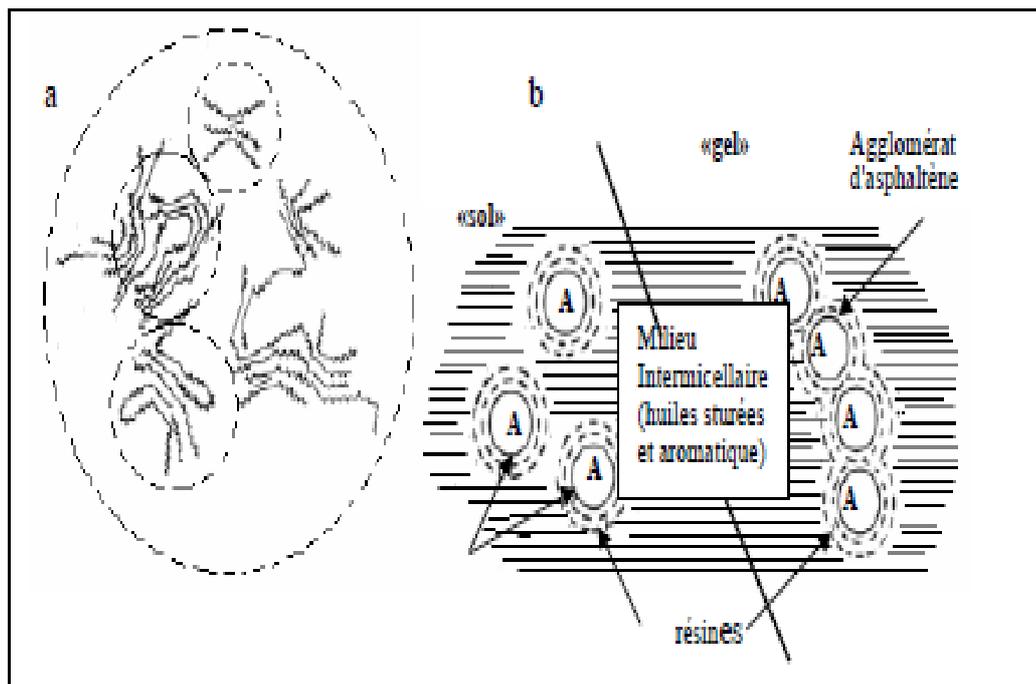


Figure I.2. a) Macrostructure des asphaltènes, b) Schématisation de la structure colloïdale du bitume.

Le bitume sorti tel qu'il est des unités de raffinage est trop mou pour être utilisé pour les revêtements routiers. Aussi pour le rendre plus dur, on procède à son soufflage. Le procédé est ni plus ni moins une déshydrogénation partielle et une polymérisation du bitume avec l'oxygène de l'air.

En effet, en faisant passer l'air à travers le bitume sous haute température (240 à 260°C), il y a déshydrogénation partielle et l'oxygène contenu dans l'air soufflé forme des ponts oxygène avec les chaînes hydrocarbonées et il se forme des réseaux tridimensionnels par polymérisation. La réaction est plus ou moins exothermique et la température dans la tour de soufflage ne dépasse jamais 300°C sous peine d'apparition du phénomène de "craquage". La dureté du bitume obtenue peut être contrôlée par le temps de passage de l'air, car plus il y a de ponts oxygène plus dur est le bitume.

C'est ainsi qu'on obtient des bitumes plus ou moins durs selon les besoins du marché. La dureté du bitume est définie par leur pénétrabilité minimale et maximale. Plus les valeurs de pénétrabilité sont petites, plus dur est le bitume. Les spécifications officielles prévoient cinq qualités :

- 20/30 la plus dure,
- 40/50,
- 60/70,
- 80/100,
- 180/220

Ces bitumes sont surtout utilisés dans la construction et l'entretien des chaussées, dans les travaux hydrauliques, et dans l'industrie (papeterie, étanchéité).

I.6.4. Propriétés

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. Les propriétés physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques des HAP varient selon la masse moléculaire, le nombre et l'assemblage des cycles qui composent la molécule. Le devenir et la mobilité des HAP dans l'environnement sont principalement contrôlés par leur faible solubilité, leur Hydrophobicité et leur pression de vapeur saturante [13].

✓ **La solubilité**

La solubilité correspond à la concentration du produit en phase aqueuse à l'équilibre et elle augmente avec la température. La plupart des HAP sont pratiquement insolubles dans l'eau [14], leur solubilité des HAP est faible pour les plus légers (1 à 30 mg/l), voire très faible pour les plus lourds (1 µg/l à 1 mg/l) [15].

✓ **La densité**

La densité est généralement supérieure à 1, et ils sont immiscibles à l'eau. Les HAP sont généralement biodégradables dans les sols, les molécules les plus légères étant les plus rapidement dégradées. Le milieu doit toutefois être suffisamment aérobie. Ils peuvent être fixés par la matière organique du sol [15].

✓ **La pression de vapeur**

Ce paramètre sert à estimer la tendance d'un produit à se volatiliser et donc à passer en phase gazeuse à partir d'une phase aqueuse, du sol ou de la phase organique. Les tensions de vapeurs sont modérément élevées à faibles. A partir de 10⁻⁵ kPa, les composés sont considérés comme volatils.

✓ **Coefficient de partage octanol/eau (k_{ow})**

Ce coefficient traduit la répartition d'une molécule d'un soluté entre la phase lipophile (octan-1-ol) et la phase hydrophile (eau). ce coefficient donne une indication sur sa capacité à s'adsorber sur des surfaces hydrophobes. Il est un bon indicateur de la capacité des polluants à pénétrer les membranes biologiques qui sont des bicouches lipidiques, et donc à s'accumuler dans les organismes vivants. Pour les HAP, les log k_{ow} varient de 3,37 à 6,5. Les k_{ow} sont relativement élevés, ce qui indique un fort potentiel d'adsorption sur les matières particulaires, mais aussi sur la matière organique des sols, du fait de ces valeurs de k_{ow} élevées, les HAP pourront être extraits par des solvants organiques ou des tensioactifs [16].

B. Propriétés physiques et rhéologiques

Les bitumes sont décrits comme des matériaux viscoélastiques qui présentent un fort pouvoir d'adhérence et une bonne imperméabilité [12,13].

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.

➤ **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.

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 [10,11].

➤ **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. Cette notion est liée à celle de pouvoir mouillant en ce qui nous concerne [10].

➤ **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.

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 [10,14]. 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 [14].

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 [14].

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.

Les spécifications officielles classent ainsi les bitumes en différentes catégories. Les caractéristiques et méthodes de référence comptent le point de ramollissement bille et anneau, la pénétrabilité à l'aiguille, la densité relative à 25°C, le point d'éclair, la teneur en paraffines, le point de fragilité FRAASS et le durcissement au RTFOT [8].

➤ **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 [10,14].

✓ **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, à un taux comparable à un polyéthylène (4 molécules pour 100 eV absorbés). Pour un taux de composés aromatiques élevé, la production de gaz décroît d'un facteur 10 et atteint celle d'un polystyrène [9, 10,14].

✓ **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. [9, 10,14]

✓ **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 [10, 11,14]. 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.

Les facteurs de vieillissement mentionnés sont des éléments auxquels les bitumes sont

soumis dans de nombreuses applications. Cependant, d'autres facteurs peuvent agir sur le bitume. Nous ne mentionnons que les cas auxquels nous ferons référence au cours de l'étude expérimentale [9,14].

I.7. 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 aspartique (mélange bitume filler), est distingué du béton bitumineux, agrégats enrobés à 10% de ciment aspartique. 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 [11].

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.

L'enrobé [1] est constitué de plusieurs types de graves (cailloux, gravillons et sable) liées par le bitume. Il constitue la couche supérieure d'une superposition d'autres couches (assise, fondation, etc.) sur laquelle circulent les véhicules.

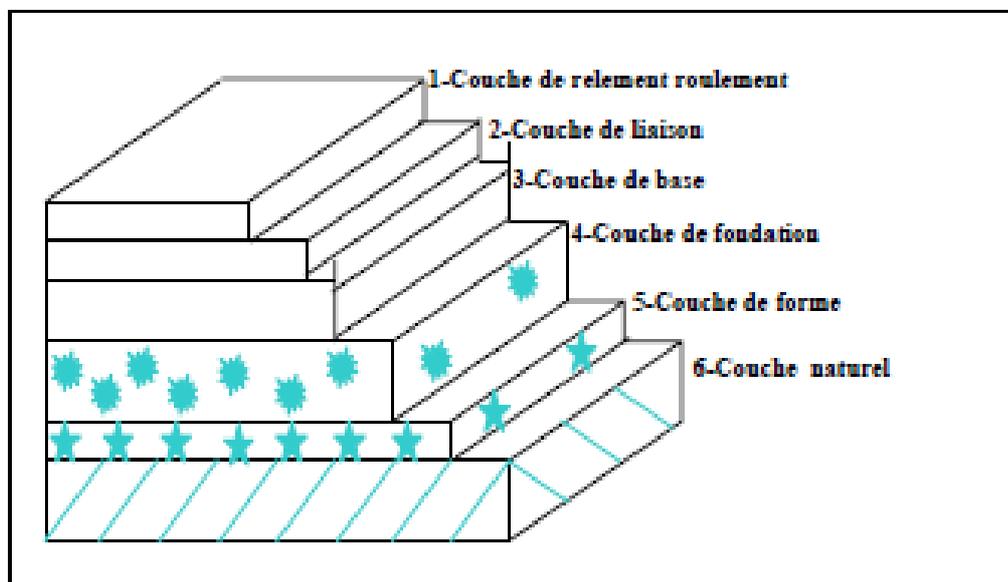


Figure I.3. Structure de chaussée (les couches 1,2 et3 contiennent du bitume).

Les différentes couches sont dans le détail :

- La couche de roulement
- La couche de liaison
- La couche de base
- La couche de fondation
- La couche de forme Le sol.

I.7.1. 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.
- 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.7.2. Caractéristiques

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.

I.7.2.1. 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. [9]

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'expliciter 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.[17]

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.

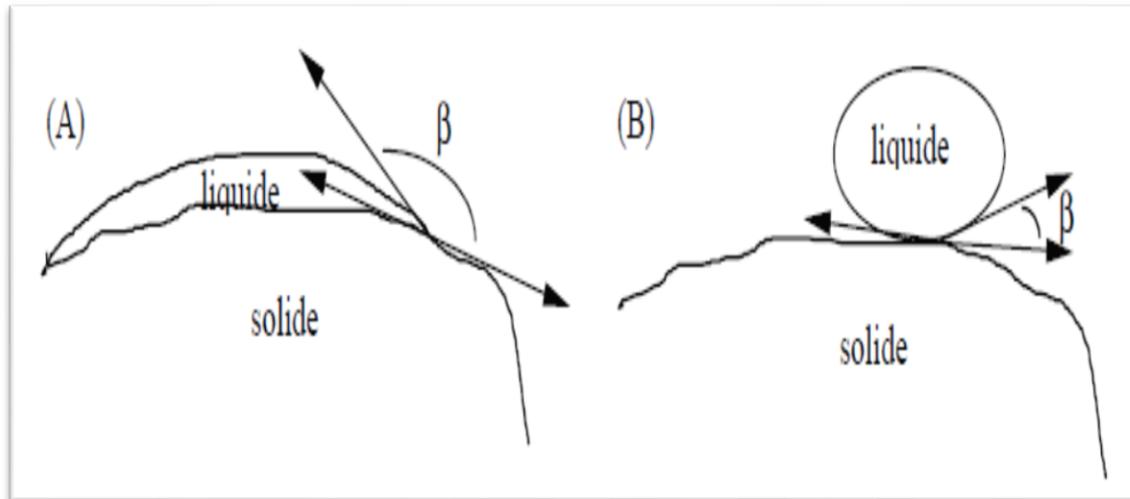
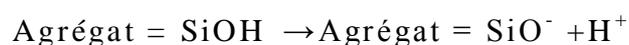


Figure I.4. Angle de mouillage à l'interface liquide-solide.[11]

La figure 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 P est grand, alors que le cas (B) représente une mauvaise adhésivité, P est petit. L'angle de mouillage d'un bitume sur un solide sec est généralement élevé (partie (A) de la figure 1). Toutefois, il dépend de la nature du solide considéré [11].

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. [14]



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 [19].

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 interraciale bitume-agrégat ou à donner de la rigidité à l'interface [11].

I.7.2.2. 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 [10].

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 [10].

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 [18].

CHAPITRE II

MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE Et TECHNIQUES D'ANALYSES

m_0 : Masse de l'échantillon avant calcination

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 :

$$\% \text{ en solide} = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots \text{II.3}$$

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. Schéma d'un spectromètre de diffraction des rayons X.

➤ 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 θ par rapport au faisceau incident figure II.3 [10].

Ceci se traduit dans le diffractogramme, représentant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction θ , 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 λ 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 TestingMaterials) appelées aussi JCPDS.

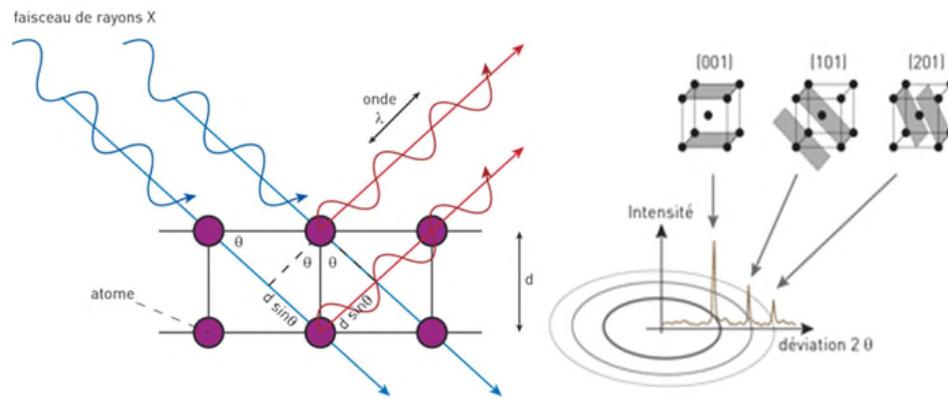


Figure II.1. Illustration de la loi de Bragg et de l'indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl).

II.3. FORMULATION

Une fois chauffée jusqu'à liquéfaction (100 à 110°C), le bitumes original et tout d'abord bien agités afin d'assurer une bonne homogénéité du fluide 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 (DN1, DN2, DS, ENTP) 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.

Désignation	Masse de bitume (g)	Masse de boue (g)	Pourcentage en boue (%)
FB0	800	0	0
FB5	760	40	5
FB10	720	80	10
FB20	640	160	20

II.4. Caractérisation des mélanges

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

➤ Mode opératoire

Remplir un bain marie avec de l'eau et la maintenir à la température de 25 ± 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±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 ± 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 bécher. Sécher et peser la masse du pycnomètre, de l'échantillon et du liquide d'essai (D).

Calculer la densité (d) avec trois décimales et la masse volumique de liant bitumineux (p) à 1 Kg/cm³ 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 (ρ) 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/cm³) ;

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.

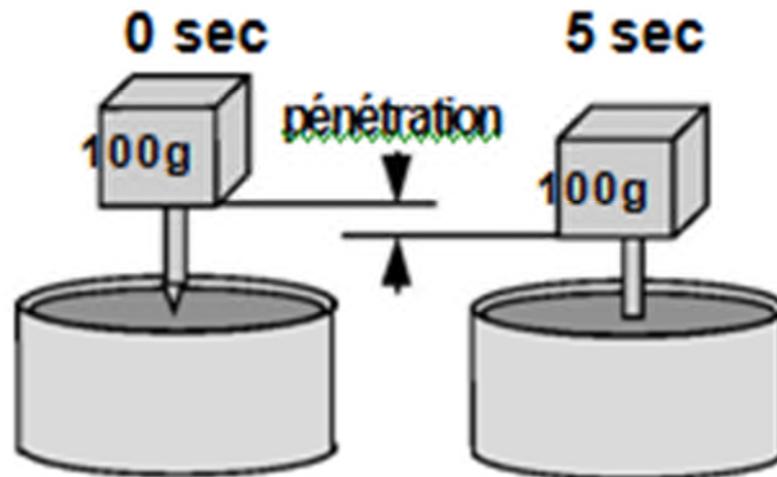


Figure II.1. Essai de pénétrabilité pour le bitume.

➤ Principe d'essai

Mesurer la pénétration d'une aiguille de référence dans l'échantillon d'essai conditionné (bitume). Les conditions 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.

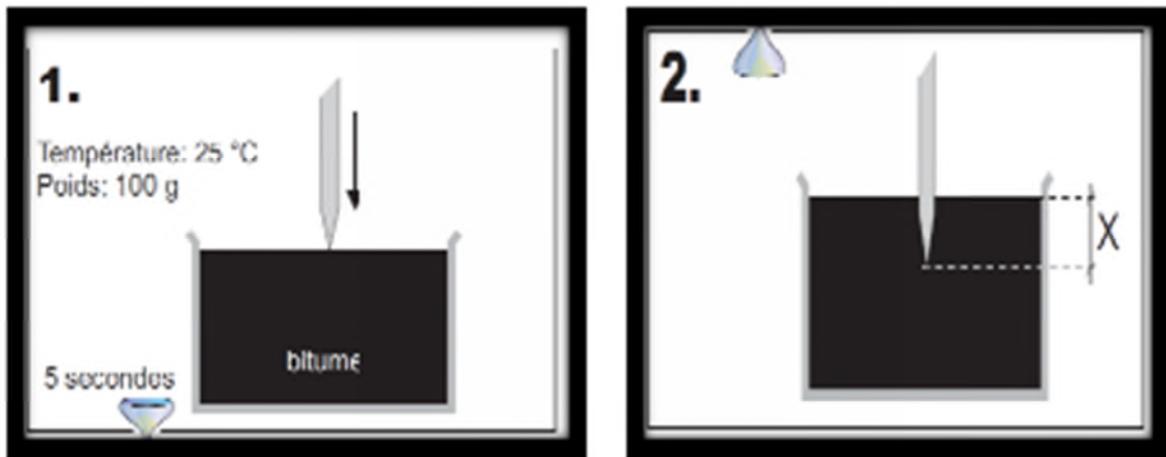


Figure 2. Principe de l'essai de pénétrabilité.

➤ **Equipement**

- Thermomètre
- Balance
- Pénétrömètre
- Aiguille de Pénétration

➤ **Echantillonnage**

Prélever au minimum 100 g de l'échantillon, en utilisant une lame chauffée, si nécessaire, et les transférer dans un récipient adéquat. Chauffer le matériau à la température requise, c'est-à-dire 80°C à 90°C au-dessus de point de ramollissement attendu et remplir un récipient d'échantillon.

Remplir jusqu'à une profondeur telle d'au moins 10 mm à la profondeur de pénétrabilité à l'aiguille attendue. Immédiatement après avoir procédé au remplissage du récipient d'échantillon, le recouvrir grossièrement d'un récipient tel qu'un bûcher gradué de taille adéquate. Laisser les échantillons refroidir à la température ambiante, entre 15 et 30 ° ; pour les échantillons de 45 mm de profondeur. Laisser Refroidir pendant 60 à 90 min pour les échantillons de 45 mm et 60 mm de profondeur.

➤ **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 pénétrömètre. Abaisser lentement l'aiguille jusqu'à ce que sa pointe coïncide avec son image réfléchiée par la surface de l'échantillon.



Figure II.3. Appareil Pénétromètre laboratoire (LTPS Ghardaïa)

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 de laiton 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.



Figure II.4. 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 vaste 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.



Figure II.5. Appareille bille anneau. (Laboratoire travaux publique sud Ghardaïa)

II.5. CARACTERISATION DES GRANULATS

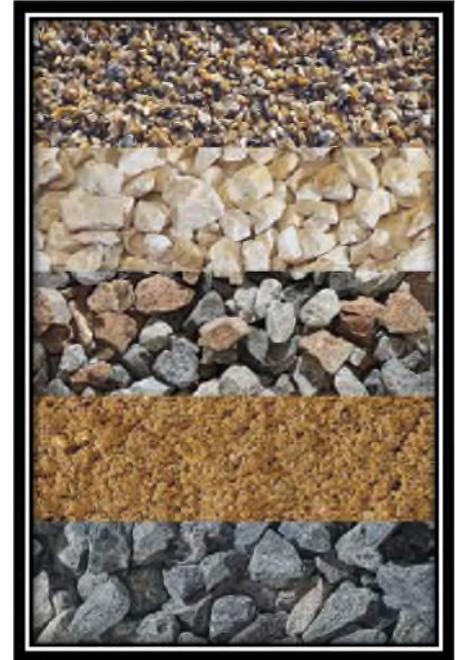
II.5.1. Les granulats

On appelle granulat un ensemble de grains minéraux, de dimension comprise entre 0 et 125mm, de provenance naturelle ou artificielle destinés à la confection :

- ✓ Des mortiers, des bétons.
- ✓ Des couches de fondation, des couches de base de roulement de chaussée.

- ✓ Des assises de ballastes de voies ferrées.

Les granulats utilisés dans les travaux de génie civil doivent répondre à des impératifs de qualité et de caractéristiques propres à chaque usage.



Leur nature et leur forme varient en fonction des gisements et des techniques de production.

II.5.2. Familles de granulats

On peut classer les granulats en deux grandes familles :

- ✓ Granulats naturels
- ✓ Granulats artificiels légers

La figure suivante présente ces deux familles avec plus de détails

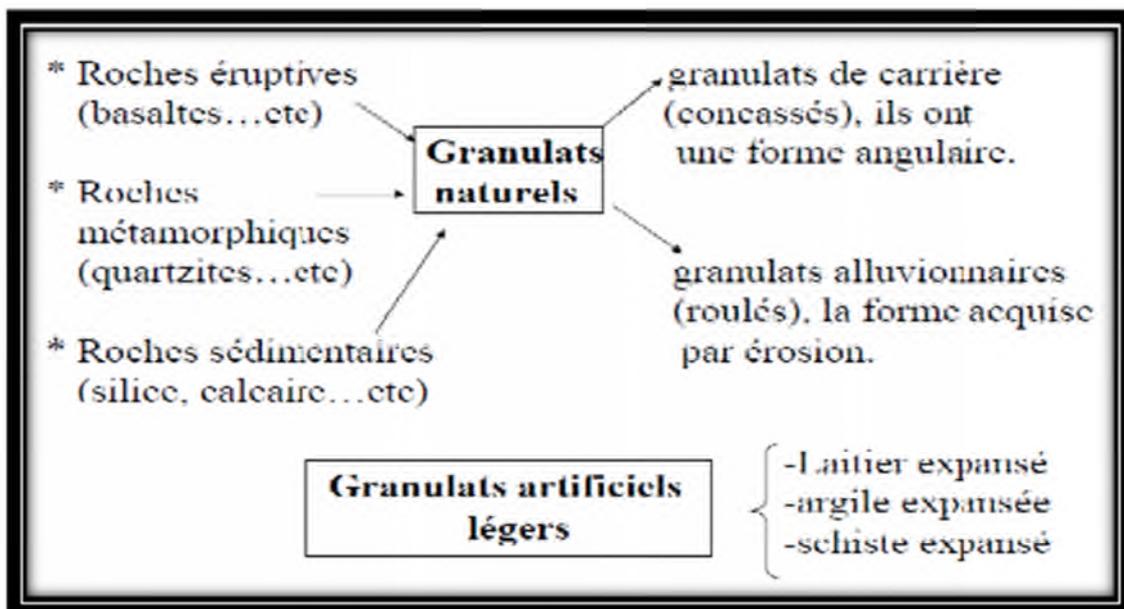


Figure II.6. Les deux familles de granulats.

II.5.3. Les essais sur les granulats

II.5.3.1. 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.

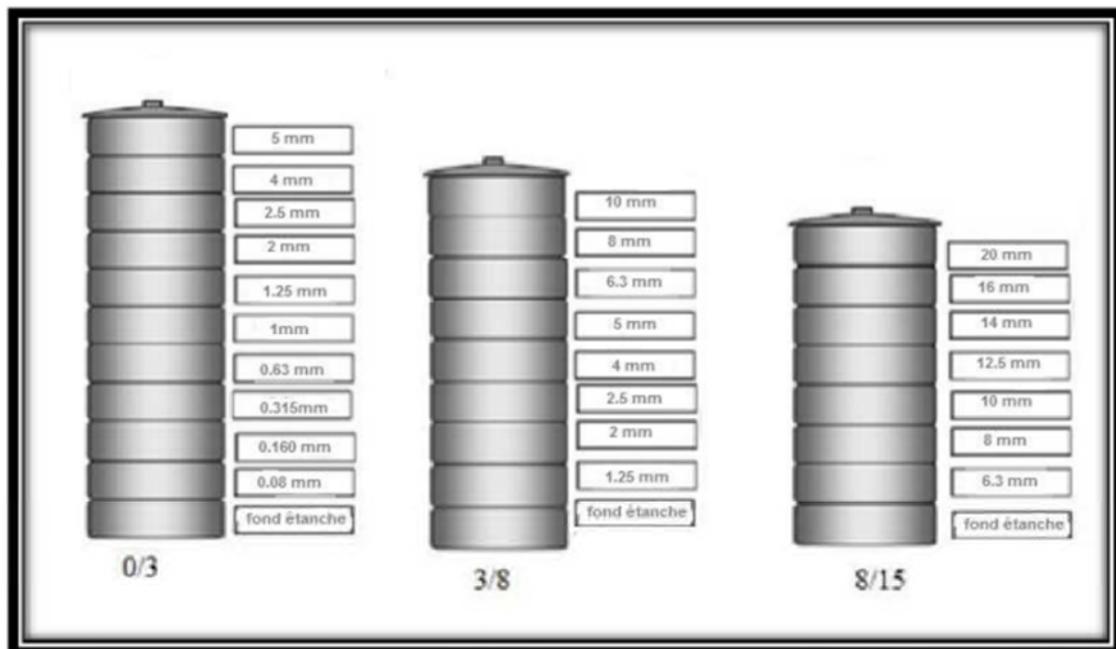


Figure II.7. Colonne de tamis.

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.

II.5.3.2. Propreté superficielle (NF P 18-591 septembre 1990)

La propreté superficielle est définie comme étant le pourcentage pondéral des particules inférieures à 0,5mm mélangées ou adhérentes à la surface des granulats supérieur à 2mm.

Ces particules sont séparées par lavage sur le tamis correspondant.

II.5.3.3. Essai d'aplatissement (EN FN 933-3 mars 1997)

Plus les gravillons sont plats, moins leur mise en place dans la route ou dans les bétons est facile et plus ils sont fragiles.

Il est donc important de contrôler le coefficient d'aplatissement des granulats. Ce coefficient permet de caractériser la forme plus ou moins massive des granulats.

II.5.3.4. 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.

II.5.3.5. Essai micro-Deval en présence d'eau (MDE) (NF P 18-572 Décembre 1990)

Cet essai permet de déterminer l'usure d'une chaussée sous l'effet de frottements (pneus des véhicules). L'essai consiste à introduire des granulats dans le cylindre de la machine MDE, avec de l'eau et des billes de taille normalisée équivalente à celle des gravillons. Lors de la rotation du cylindre, les gravillons frottent sur les billes. La masse des éléments inférieurs à 1,6mm à la fin de l'essai donne la résistance à l'usure du granulat.

II.5.3.6. Essai d'équivalent de sable à 10 % des fines (NF P 18-572 Décembre 1990)

L'essai d'équivalent de sable à 10% de fines permet de mesurer la propreté d'un sable sur la fraction passant au tamis de 2mm, et dont la proportion des éléments fins passant au tamis de 0.08mm a été ramenée à 10% à l'aide d'un sable correcteur si nécessaire.

L'essai consiste à introduire la fraction 0/2mm d'un sable ayant 10% de fines dans une éprouvette graduée, puis à séparer les fines des éléments plus grossiers par immersion et agitation dans une solution flocculant de chlorure de calcium. Après un repos de 20 min, la hauteur de sédiment (h_2) et la hauteur totale de sédiment + la hauteur de flocculat (h_1) sont mesurées.

On en déduit l'équivalent de sable. Plus le résultat est élevé, plus les fines sont moins argileuses.

II.5.3.7. Analyse chimique sommaire (NF P15-461 version 1964)

L'analyse chimique des granulats consiste à déterminer le taux des composants suivants :

Les Insolubles :

- ✓ Les Carbonates CaCO_3
- ✓ Les chlorures NaCl
- ✓ Les sulfates CaSO_4

Ces essais sont effectués afin de vérifier l'efficacité et la compatibilité de ces granulats entre eux et le liant utilisé.

II.6. FORMULATION

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 ($\text{DN1} + \text{bitume}$, $\text{DN2} + \text{bitume}$, $\text{DS} + \text{bitume}$, $\text{ENP} + \text{bitume}$) pour des pourcentages en boue pétrolière 5%, 10%, 20% .

Quant au mélange d'enrobé bitumineux, il a été soumis aux essais, tenue à l'eau « Duriez », la stabilité Marshall et la détermination de la masse volumique par pesée hydrostatique.

II.7. CARACTERISATION DES ENROBES

II.7.1. Essai MARSHALL

L'essai a 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.8. Appareille MARSHALL. (LTPS Ghardaïa)

II.7.1.1. Domaine d'application

Elle s'applique aux mélanges hydrocarbonés à chaud fabriqués en laboratoire ou prélevés sur chantier de dimension « $D \leq 20\text{mm}$ », utilisés dans le domaine des travaux publics.

II.7.1.2. 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.

II.7.1.3. Appareillage

A. Appareillage Spécifique

- Au moins trois moules de compactage comportant chacun une base, un corps de moule et une hausse, la base et la hausse s'adaptent aux deux extrémités du corps de moule.
- Deux pistons extracteurs de diamètre légèrement inférieur au diamètre intérieur du moule.
- Une dame de compactage comportant un marteau pesant 4 536g. Ce marteau coulisse librement sur une tige de guidage et tombe en chute libre de 457mm sur la base de la dame.

B. Appareillage non spécifique

- ✓ Une presse à avancement moyen à vide équipée d'un dispositif de mesure d'effort.
- ✓ Un bain thermostatique contenant les éprouvettes et les mâchoires d'écrasement.

➤ 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.

II.7.2. Essai duriez sur mélanges hydrocarbonés

L'essai a pour but de déterminer, pour une température et un compactage donnée, la tenue à l'eau d'un mélange hydrocarboné à chaud, à partir du rapport des résistances en compression avec et sans immersion des éprouvettes, et leur pourcentage de vides.



Figure II.9. Presse duriez. (LTPS Ghardaïa)

➤ Mode opératoire

Après démoulage, les éprouvettes numérotées sont pesées à 1 g près (M), la hauteur (h) et le diamètre d sont mesurés à 0.1 mm près, sur trois zones différents. On calcule en suite la masse volumique apparente par l'équation suivante :

$$M_{va} = \frac{4M}{\pi h d^2} \dots \dots \dots \text{II.8}$$

A partir des masses volumique apparents géométriques mesurées, les éprouvettes sont réparties en trois lots homogènes d'éprouvettes ;

- ✓ Deux éprouvette sont destinées à la mesure des masses volumique apparents hydrostatiques ;
- ✓ Cinq éprouvettes restant sont destinées à la conservation sans immersion dans le cas de mélanges hydrocarbonées de $D < 14\text{mm}$;
- ✓ Les éprouvettes restant sont destinées la conservation en immersion.

II.7.3. Masse volumique

La masse volumique apparente par pesée hydrostatique est mesurée suivant la norme NFP 982-50-6 sans paraffinage.

CHAPITRE III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'étude de formulation d'un enrobé bitumineux comporte trois phases principales, à savoir la composition, la granulométrie et le dosage en liants.

Notre étude est focalisée, en premier lieu, sur la détermination des caractéristiques des rejets pétroliers (boue) de Terminale marin de Bejaia. En second lieu, sur la réalisation des formulations bitumes modifiés en se basant sur deux critères importants et déterminants, à savoir : La pénétrabilité et le point de ramollissement, et en troisième lieu, sur la réalisation des formulations d'enrobé bitumineux qui sont basées sur les essais Marshall et Duriez, respectivement au sens des normes NFP 98-251-2 Avril 1992 et NFP 98-251-1 Septembre 2002.

III.1. CARACTERISATION DES BOUE DE PETROLE

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

Le tableau III.1. Représente la composition de en eau, solide, et en huile des quatre bous étudiés, ce tableau montre que la teneur en huile est la plus importante et cela peut être due au fait que notre boue est constitué de la matière organique.

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

Type d'échantillon	Teneur en solide (%)	Teneur en eau(%)	Teneur en huile(%)
DN1	11.8	27.04	61.16
DN2	7.2	22.36	70.44
DS	22.2	25.81	51.99
ENTP	12.2	22.76	65.04

III.1.2. Analyse par diffraction au rayon X

La diffraction des rayons X est une technique d'étude, sans contact, utilisée couramment pour identifier les espèces minérales 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 diffractogrammes 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.

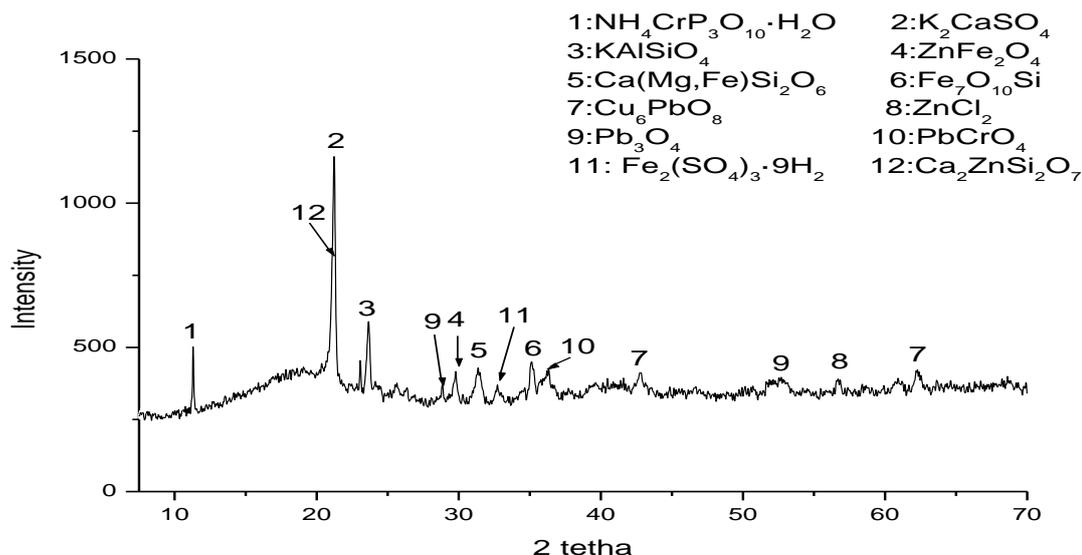


Figure III.1. Diffractogramme obtenue par DRX des quatre échantillons de boue.

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.2. REALISATION DES FORMULATIONS SUR LE BITUME

III.2.1. Formulation bitume pur

Les essais de caractérisation usuelle ont été effectués sur un bitume pur de classe 40/50(AC 40-50) qui est utilisé dans le domaine routier en Algérie, parmi d'autres classes à savoir

- 20/30 la plus dure,
- 40/50,
- 60/70,
- 80/100,
- 180/220

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau III.1.

Tableau III.2. Caractéristiques du bitume pur.

Essai	Quantité/Formulation	Résultat	Norme	Spécifications
Pénétrabilité au 1/10mm à 25 °C	50g	45	NF EN 1426	40 à 55
Température de Ramollissement °C	20g	56	NF EN 1427	47 à 60

D'après les résultats obtenus et enregistrés dans le tableau III.2. on déduit que le bitume pur de classe choisie répond aux normes de pénétrabilité et de point de ramollissement.

III.2.2. Formulations bitume modifié

La réalisation des formulations, sur bitume modifié, consiste à utiliser divers pourcentages massiques (0%, 5%, 10% et 20%) de nos quatre bourbiers étudiés, à savoir : DN1, DN2, DNS et ENTP., On résume les différentes formulations réalisées dans le tableau III.3.

Tableau III.3. Formulation de bitume modifié

Désignation	Boue (%)	Boue (g)	Bitume (g)	Formulation (g)
F_{0%}DN1	0%	0	800	800
F_{5%}DN1	5%	40	760	800
F_{10%}DN1	10%	80	720	800
F_{20%}DN1	20%	160	640	800
F_{0%}DN2	0%	0	800	800
F_{5%}DN2	5%	40	760	800
F_{10%}DN2	10%	80	720	800
F_{20%}DN2	20%	160	640	800
F_{0%}DNS	0%	0	800	800
F_{5%}DNS	5%	40	760	800
F_{10%}DNS	10%	80	720	800
F_{20%}DNS	20%	160	640	800
F_{0%}ENTP	0%	0	800	800
F_{5%}ENTP	5%	40	760	800
F_{10%}ENTP	10%	80	720	800
F_{20%}ENTP	20%	160	640	800

Les valeurs obtenues pour l'essai de pénétrabilité et l'essai de point de ramollissement sont enregistrées dans le tableau III.4. Il nous a été donné de constater que seule les formulations F_{5%}DN1, F_{5%}DN2, F_{5%}DNS et F_{5%}ENTP répondent aux normes algériennes exigées, en même temps, de point de vue essai de ramollissement et moindre, mais acceptable, de point de vue essai de pénétrabilité. Toutes les formulations répondent à la spécification point de ramollissement, par contre pour l'essai de pénétrabilité seule les formulations F_{5%}DN1, F_{5%}DN2, F_{5%}DNS et F_{5%}ENTP respectent la norme algérienne. Concernant le point de pénétrabilité, on constate pour tous les échantillons une augmentation de ce dernier en fonction de l'augmentation de la quantité de boue ajoutée (boue pétrolière), et cela peut-être dû à l'augmentation de la fluidité de notre mélange

Tableau III. 4. Caractéristiques du bitume modifié

Pénétrabilité au 1/10mm à 25 °C			Température de Ramollissement (BA)		
DN1	0%	44	DN1	0%	55
	5%	57.7		5%	52.95
	10%	74.83		10%	57.5
	20%	122.1		20%	69.6
DN2	0%	44	DN2	0%	55
	5%	61.1		5%	52.95
	10%	83.8		10%	57.75
	20%	182.55		20%	49.55
DNS	0%	44	DS	0%	55
	5%	65.6		5%	52.5
	10%	79.57		10%	54.05
	20%	148.07		20%	50.55
ENTP	0%	44	ENTP	0%	55
	5%	54.6		5%	54.35
	10%	76.87		10%	62.95
	20%	159.83		20%	70

III.3. ETUDE DES FORMULATIONS D'ENROBE BITUMINEUX

III.3.1 Composition granulaire

Le tableau (III.5) présent les résultats à l'issu des essais de caractérisation appliqués aux trois classes granulaire. La figure (III.2) présente les courbes et les fuseaux granulaires de ces trois classes

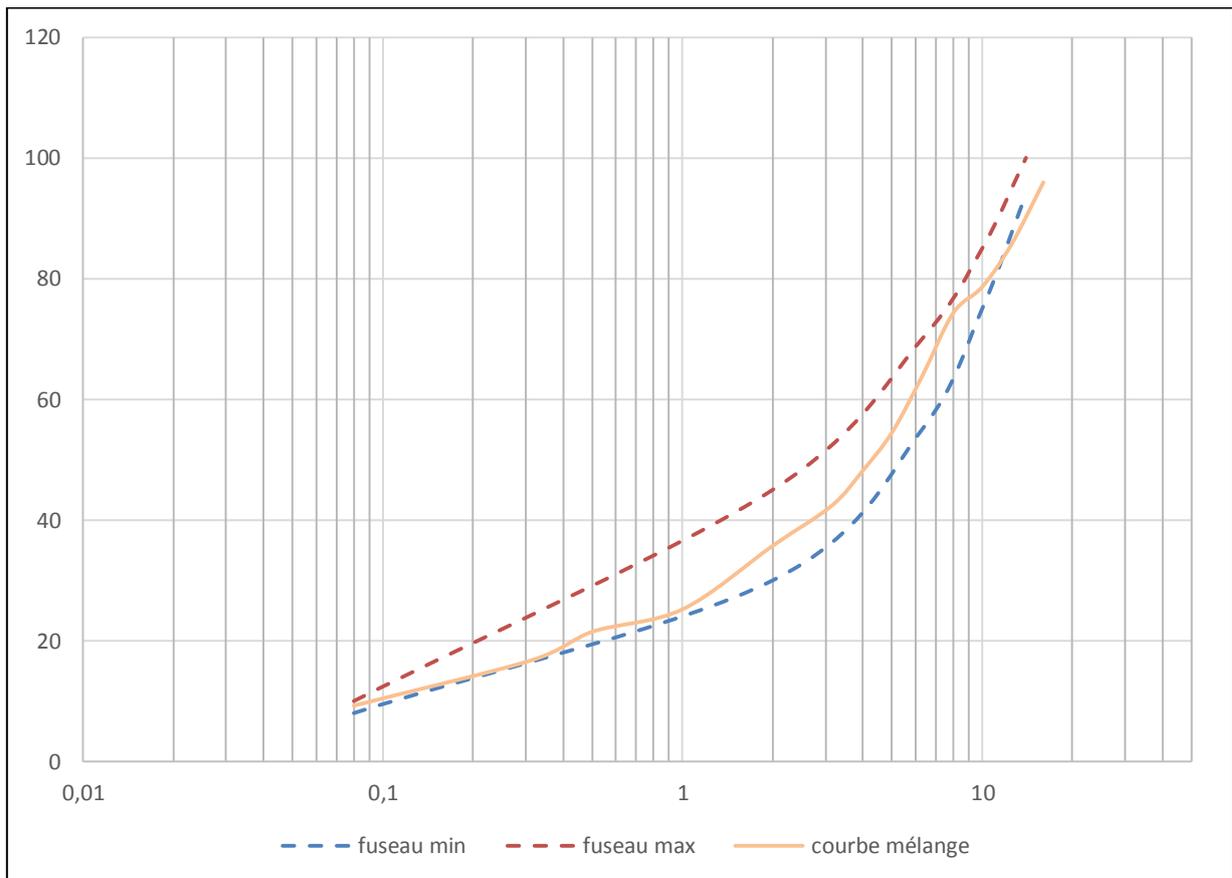
Tableau III.5. Caractéristiques géotechniques des granulats utilisés

tamis	AG 0/3	42	AG 3/8	34	AG 8/15	24	100
20,000	100,00	42,00	100,00	34,00	100,00	24,00	100,00
16,000	100,00	42,00	100,00	34,00	83,00	19,92	95,92
12,500	100,00	42,00	100,00	34,00	40,00	9,60	85,60
10,000	100,00	42,00	99,94	33,98	11,00	2,64	78,62
8,000	100,00	42,00	90,00	30,60	7,00	1,68	74,28
6,300	100,00	42,00	62,00	21,08	3,00	0,72	63,80
5,000	99,81	41,92	37,00	12,58	0,00	0,00	54,50
4,000	99,42	41,76	19,00	6,46	0,00	0,00	48,22
3,150	95,00	39,90	7,30	2,48	0,00	0,00	42,38
2,000	85,00	35,70	0,10	0,03	0,00	0,00	35,73
1,000	60,00	25,20	0,00	0,00	0,00	0,00	25,20
0,630	59,00	24,78	0,00	0,00	0,00	0,00	24,78
0,500	51,16	21,49	0,00	0,00	0,00	0,00	21,49
0,315	40,00	16,80	0,00	0,00	0,00	0,00	16,80
0,080	22,00	9,24	0,00	0,00	0,00	0,00	9,24

Tableau.III.6. fuseau Béton bitumineux 0/14

Tamis	min	Max
14	94	100
10	75	85
6,3	55	70
2	30	45
0.08	8	10

D'après les tableaux on a tracé la courbe granulométrique à l'intérieur de ces fuseau qui permet d'avoir une bonne formulation

**Figure.III.2.** Courbe granulométrique et fuseau du mélange

Nous avons trouvé que la meilleure composition est celle présentée dans la figure III.2

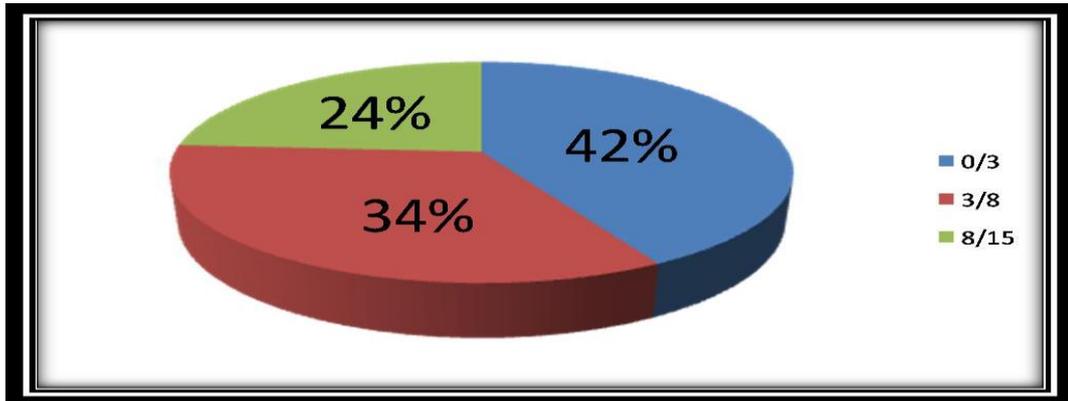


Figure.III.3.Composition granulaire du béton bitumineux 0/14

III.3.2. Formulation d'enrobés bitumineux

Après avoir déterminé la meilleure composition granulaire, on a procédé à la confection des éprouvettes d'enrobés bitumineux modifiés à la boue (DN1, DN2, DS, ENTP). Le but de notre travail est d'effectuer une étude comparative entre les caractéristiques mécaniques (Marshall) des produits bitumineux obtenus à partir de quatre modes de modification que sont:

1. **Témoin** : Il est obtenu en mélangeant le bitume pur et les agrégats ;
2. **Mode A**: Il est obtenu en mélangeant le bitume modifié (bitume+DN1) aux agrégats ;
3. **Mode B** : Il est obtenu en mélangeant le bitume modifié (bitume+DN2) aux agrégats ;
4. **Mode C** : Il est obtenu en mélangeant le bitume modifié (bitume+ DS) aux agrégats ;
5. **Mode D** : Il est obtenu en mélangeant le bitume modifié (bitume+ ENTP) aux agrégats.

Donc la question posée à ce niveau est : « lequel de ces modes et le plus efficace de point de vu mécanique ? ».Et quelle est la formulation (mode) la plus valorisable? Dans le tableau III.5. Sont présentées les performances du béton bitumineux.

Tableau III.7. Performances du béton bitumineux 0/14 retenue

Propriétés Marshall	Conformité
Stabilité [KN]	> 10,50
Fluage [mm]	<4
Compacité(%)	[92-98%]

III.3.2.1. Mode A

Comme nous avons précédemment soulignés, ce mode consiste à compenser des pourcentages de bitume par ceux de la boue (DN1). Dans ce qui suit, on va exposer les

diagrammes, qui présentent la variation des caractéristiques mécaniques obtenues pour les bétons bitumineux modifiés à différentes teneurs en déchets de DN1 à savoir : 0% ,5%,10%,20%.

a- Evolution de la compacité

La figure III.4. Montre que la compacité croît avec la teneur en déchets jusqu'à 20% ou elle atteint une meilleure valeur qui est d'ordre de 97,47% qui est égale à la compacité du témoin (0%) 97,53%, tout en restant inférieure à la compacité de référence.

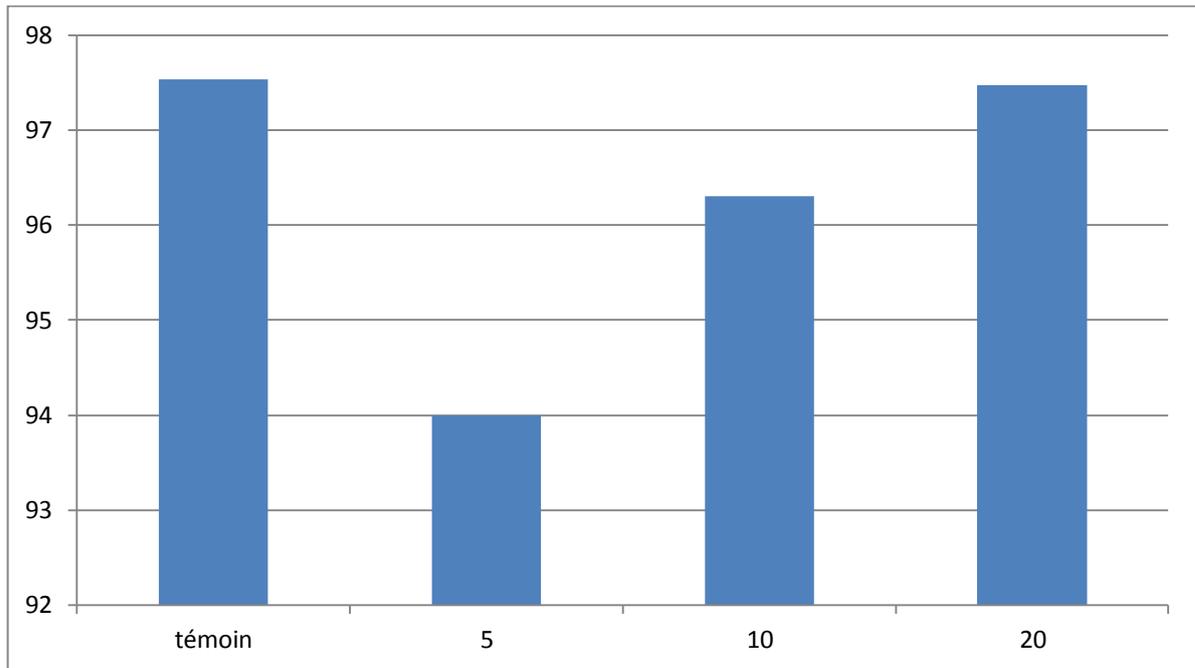


Figure III.4. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode A »

b- Evolution de la stabilité Marshall

Les bétons bitumineux modifiés présentent une meilleure stabilité comparativement à l'enrobé de référence, comme illustré en figure III.5. La stabilité croît jusqu'à une teneur en déchets de 20%. Les mélanges modifiés présentent des stabilités de spécifications algérien (>10.50 KN)

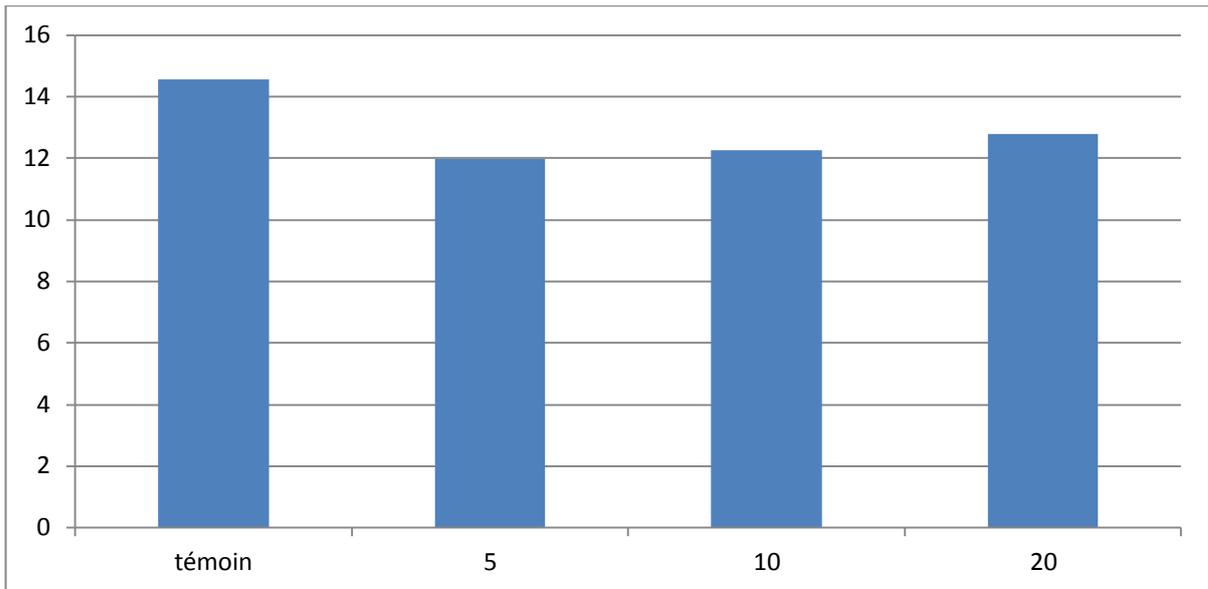


Figure III.5. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode A »

c- Evolution du fluage Marshall

La figure III.6. montre que le fluage de l'enrobé augmente, en général, lorsque la teneur en déchets augmente dans le mélange. Le fluage relatif aux différents teneurs en déchets est mauvais que le fluage témoin et le meilleur fluage, pour nos formulations, est enregistré pour la formulation $F_{10\%DN1}$.

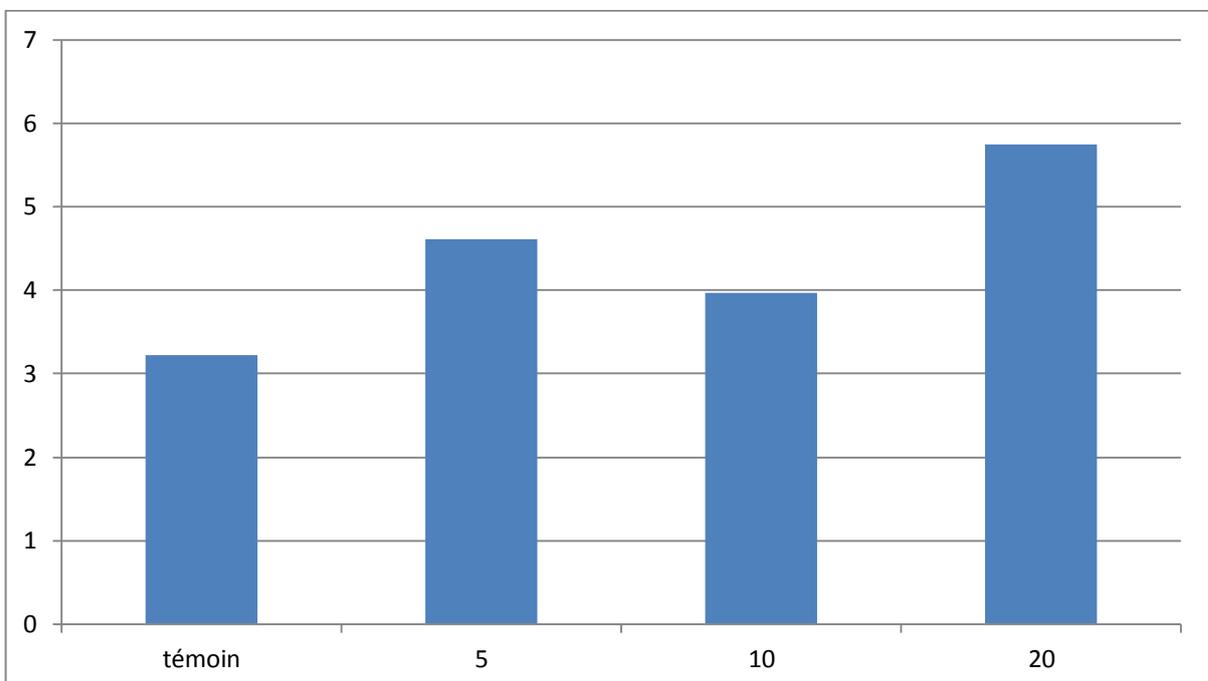


Figure III.6. Fluage en fonction de la teneur en déchets « Mode A »

d- Evolution du quotient Marshall

Le Quotient Marshall «QM» est le rapport entre la stabilité et le fluage, donc il représente le rendement de l'éprouvette. Les valeurs du « QM » ont été calculées afin d'évaluer la résistance des éprouvettes d'enrobés modifiés. Une valeur plus grande du quotient indique que les mélanges sont plus résistants aux déformations permanentes. L'évolution du quotient en fonction des teneurs en déchet est présentée sur la figure III.7. on constate une distribution aléatoire du quotient Marshall dont la formulation $F_{10\%DN1}$ atteint une stabilité élevée et un bas fluage donc le QM lui-même est élevé par rapport aux autres mélanges.

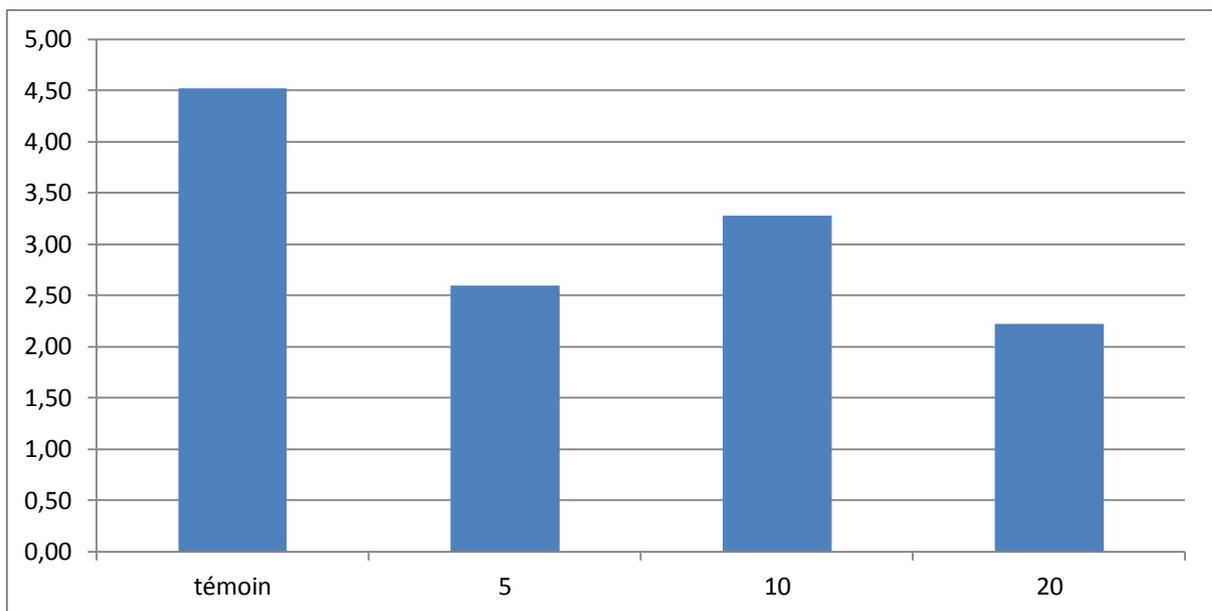


Figure III.7. Quotients Marshall en fonction de la teneur en déchet s « Mode A »

e- Synthèse générale

L'apport de déchets (DN1) dans l'enrobé bitumineux selon ce mode a une grande influence sur ses caractéristiques mécaniques. La teneur en déchets de 10% pour la confection de l'enrobé modifié par le mode A présente des meilleurs résultats par rapport aux autres mélanges (5% et 20%) et des résultats approximatifs au mélange témoin, a savoir :

- Une stabilité de 12.27KN répond aux spécifications algériennes (>10.50KN) ;
- Un fluage de 3.97mm répond aux spécifications algérien (<4mm) ;
- Une compacité 96.31% répond aux spécifications algériennes [92-98%]

Tous les résultats obtenus concernant le mode de modification A sont regroupés dans le tableau III.8.

Tableau III.8. Synthèse des résultats « mode A »

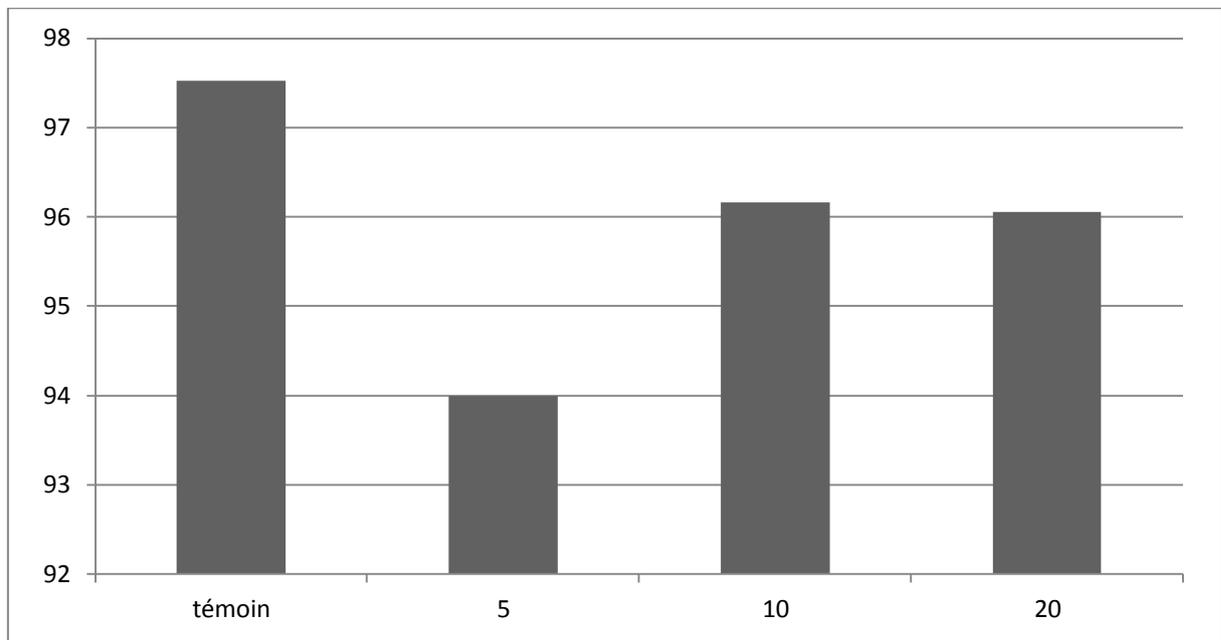
Témoin	14.576	3.222	97.53	4.52
5	11.99	4,61	94	2.60
10	12.27	3.97	96.31	3.28
20	12.79	5.75	97.47	2.22

D'après les résultats affichés dans le tableau III.8, la formulation $F_{5\%DN1}$ demeure encore acceptable de point de vue respect des normes algériennes, néanmoins la valeur du fluage dépasse la norme de 0.61mm qui peut être justifiée par erreurs de mesure sur machine.

III.3.2.2. Mode B

a- Evolution de la compacité

Ce mode consiste à compenser des pourcentages de bitume par ceux de la boue (DN2). Dans ce qui suit, on va exposer les diagrammes, qui présentent la variation des caractéristiques mécaniques obtenues pour les bétons bitumineux modifiés selon le mode B en fonction des différents teneurs en déchets DN2 « 0% ,5%,10%,20% », comme illustré en figure III.8. On constate que la compacité dans les mélanges modifiés est toujours inférieure à celle du mélange témoin. Le mélange relatif à 10% à une bonne compacité qui est d'ordre de « 96.16% », cette dernière diminue vers la valeur « 96.06% » dans le mélange 20% ; et elle atteint une valeur minimale de « 94% » pour une teneur en de déchets d'ordre de 5%, néanmoins tous les résultats obtenus répondent à la spécification recommandée.

**Figure III.8.** Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode B »

b- Evolution des stabilités Marshall

Les formulations présentent des stabilités inférieures à celles du mélange témoin, comme montré sur la figure III.9. La stabilité maximale est de 12.16 KN pour le mélange de 5%, elle diminue dans le mélange de 10% jusqu'à 12.03 KN et dans le mélange de 20% jusqu'à 10.63KN, toute en restant inférieure à la stabilité du témoin 14.57KN. Les mélanges modifiés présentent des stabilités qui répondent aux spécifications algérien (>10.50 KN).

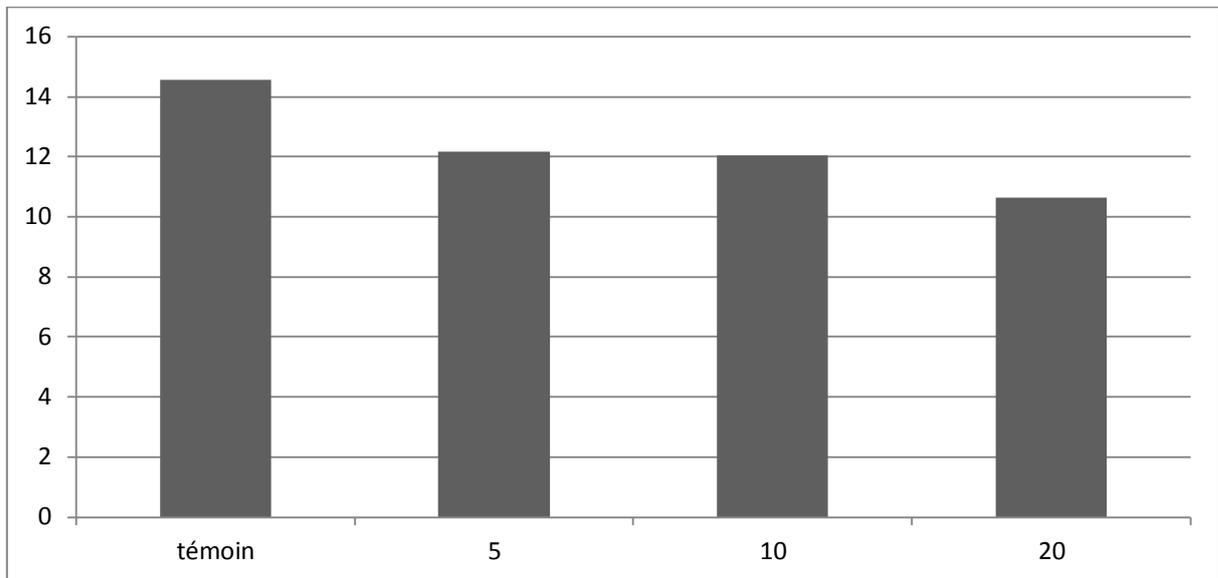


Figure III.9. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode B »

c- Evolution du fluage Marshall

On remarque que la variation du fluage en fonction de la teneur en déchet est irrégulière, comme indiqué sur la figure III.10. Les fluages obtenus avec les mélanges de 5%, 10% et 20% sont les plus élevés, ils ne répondent pas aux spécifications algériennes (<4mm)

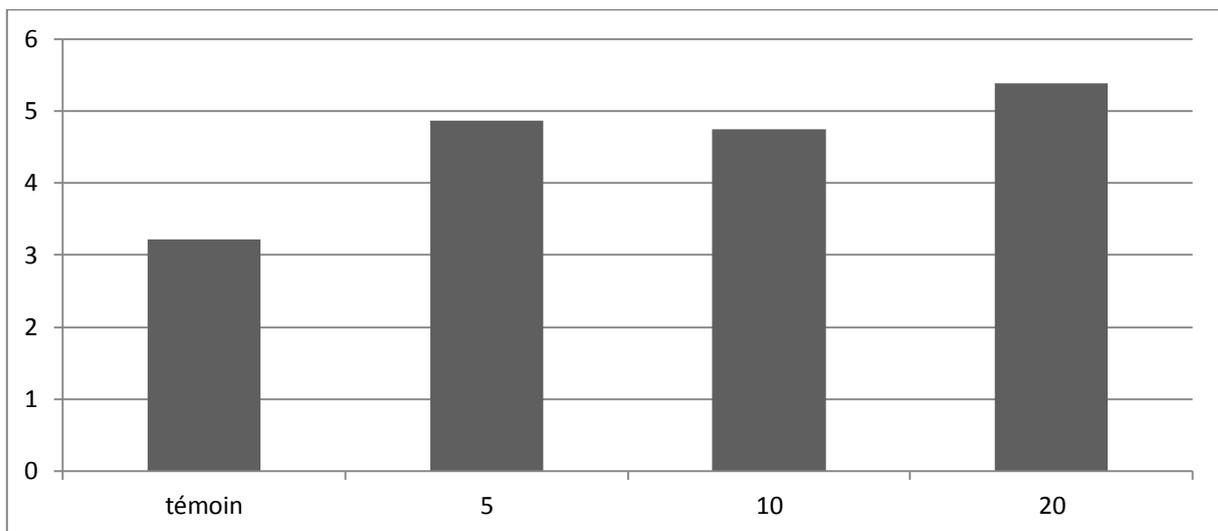


Figure III.10. Fluage Marshall en fonction de la teneur en déchets « Mode B »

d- Evolution du quotient Marshall

L'évolution de diagramme de fluage est irrégulière donc l'évolution du quotient aussi sera irrégulière. On enregistre un quotient élevé pour la formulation F_{10%DN2} par rapport aux autres pourcentages.

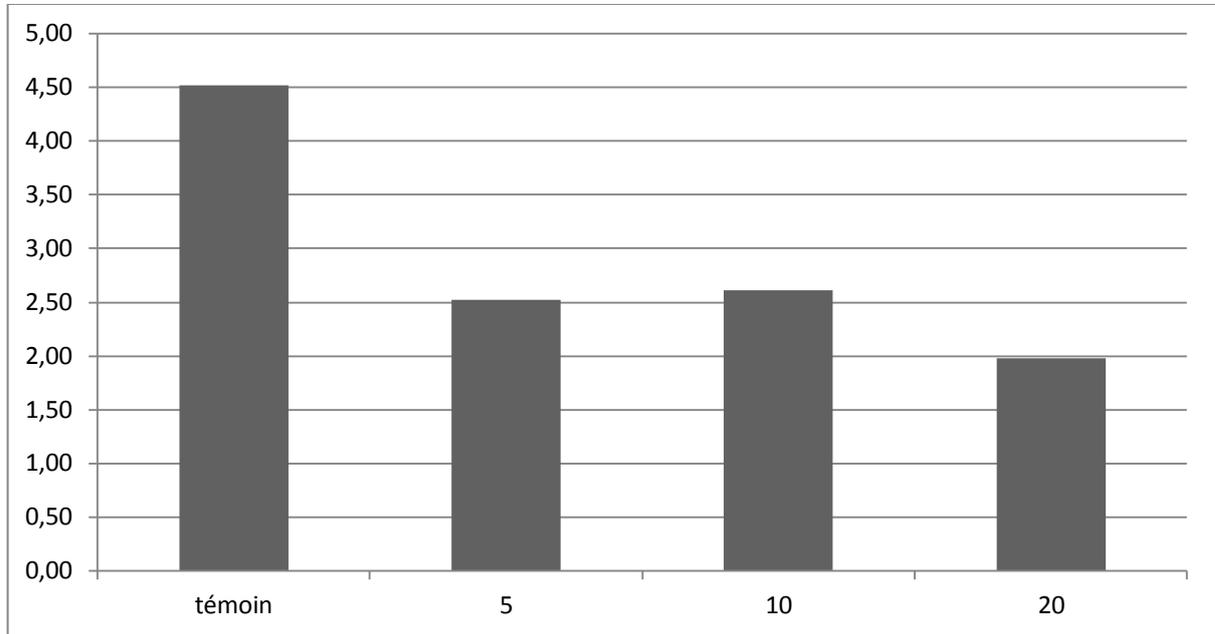


Figure III.11. Quotient en fonction de la teneur en déchets « Mode B »

e- Synthèse générale

Les teneurs en déchets pour la confection de l'enrobé modifié par le mode de modification B présentent les résultats suivants:

- Une stabilité supérieure à 10.50KN et répond aux spécifications algériennes pour toutes les formulations réalisées;
- Les valeurs du test du fluage dépassent légèrement la spécification algérien (<4mm), et cela peut-être dû aux erreurs de mesures sur machine;
- Une compacité comprise dans l'intervalle de spécification algérien [92-98%]

Tous les résultats obtenus concernant le mode de modification B sont regroupés dans le tableau III.9.

Tableau III.9. Synthèse des résultats « mode B »

DN2 (%)	Stabilité(KN)	Fluage (mm)	Compacité(%)	Quotient
Témoin	14.57	3.22	97.53	4.52
5	12.16	4.87	94	2.52
10	12.03	4.75	96.16	2.61
20	10.63	5.39	96.06	1.98

D'après les résultats affichés dans le tableau III.9. La formulation F_{5%DN1} demeure encore acceptable de point de vue respect des normes algérien, néanmoins la valeur du fluage dépasse la norme de 0.87mm qui peut être justifié par erreurs de mesure sur machine.

III.3.2.3. Mode C

a- Evolution de la compacité

Ce mode consiste à compenser des pourcentages de bitume par d'autres de la boue (DS)

Dans ce qui vient, on va exposer les diagrammes, qui présentent la variation des caractéristiques mécaniques obtenues par les bétons bitumineux modifiés selon le mode C à différentes teneurs en déchets DS « 0% ,5%,10%,20% »

Comme pour le mode A et B la compacité dans les mélanges modifiés est toujours inférieur à celle du mélange témoin

Le mélange relatif à 5% à une bonne compacité « 96.11% » Puis elle diminue vers la valeur «95.71% »dans le mélange 20% ;et enfin vers la valeur minimal « 95.32% » est atteinte pour une teneur en déchets de 10%.

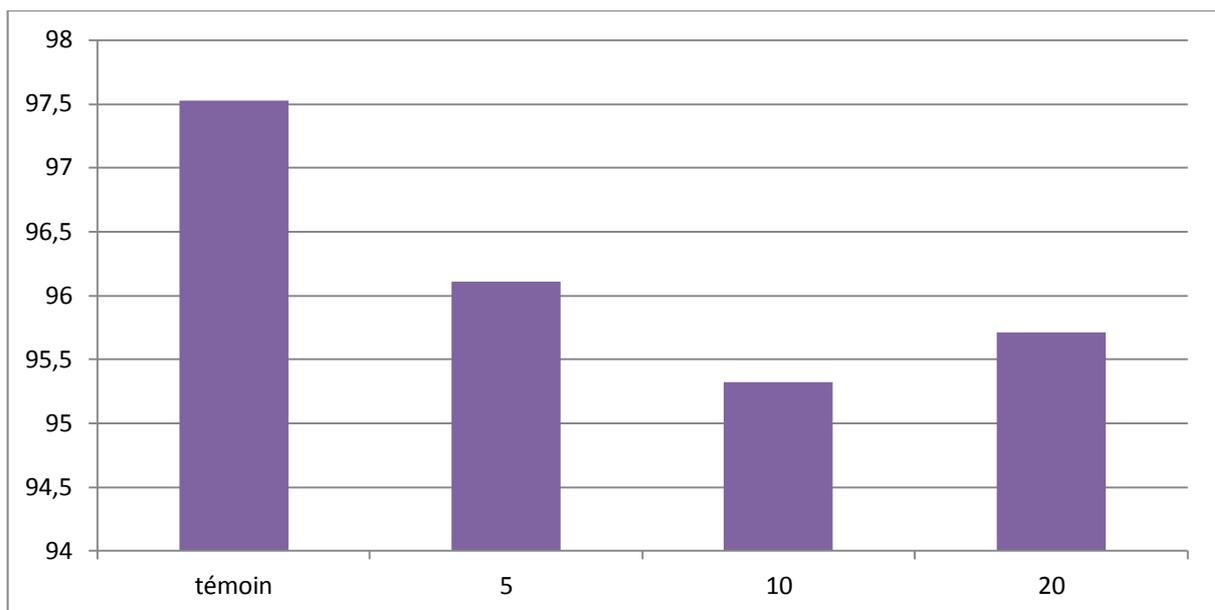


Figure III.12. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode C »

b- Evolution des stabilités Marshall

Les mélanges modifiés présentes des stabilités inférieures à celles du mélange témoin, comme illustré en figure III.13.

La stabilité maximale est 12.26 KN pour le mélange de 5% elle diminue dans le mélange 20% à 11.36 KN puis à 11.35 KN pour le mélange 10% tout en restant inférieure à la stabilité de témoin qui est d 'ordre de 14.57KN.

Dans l'ensemble, Les mélanges modifiés présentes des stabilités répond aux spécifications algérien (>10.50 KN)

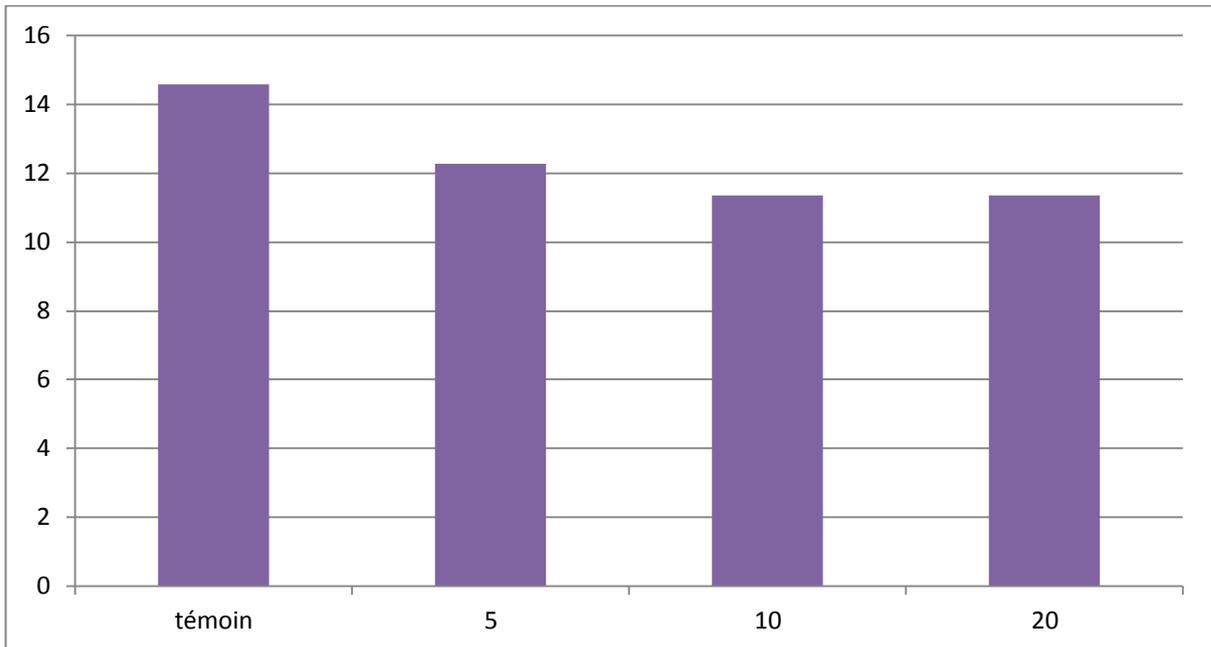


Figure III.13. Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode C »

c- Evolution du fluage Marshall

On remarque que le fluage croît avec l'augmentation de la quantité du déchet dans la formulation, comme le montre la figure III.14. Les valeurs du fluage obtenues augmentent en fonction de l'augmentation du taux de déchet dans les formulations. Il reste supérieur à la valeur du fluage de l'échantillon témoin. Néanmoins, la valeur du fluage de la formulation $F_{5\%DNS}$ reste approximativement proche de la norme algérien.

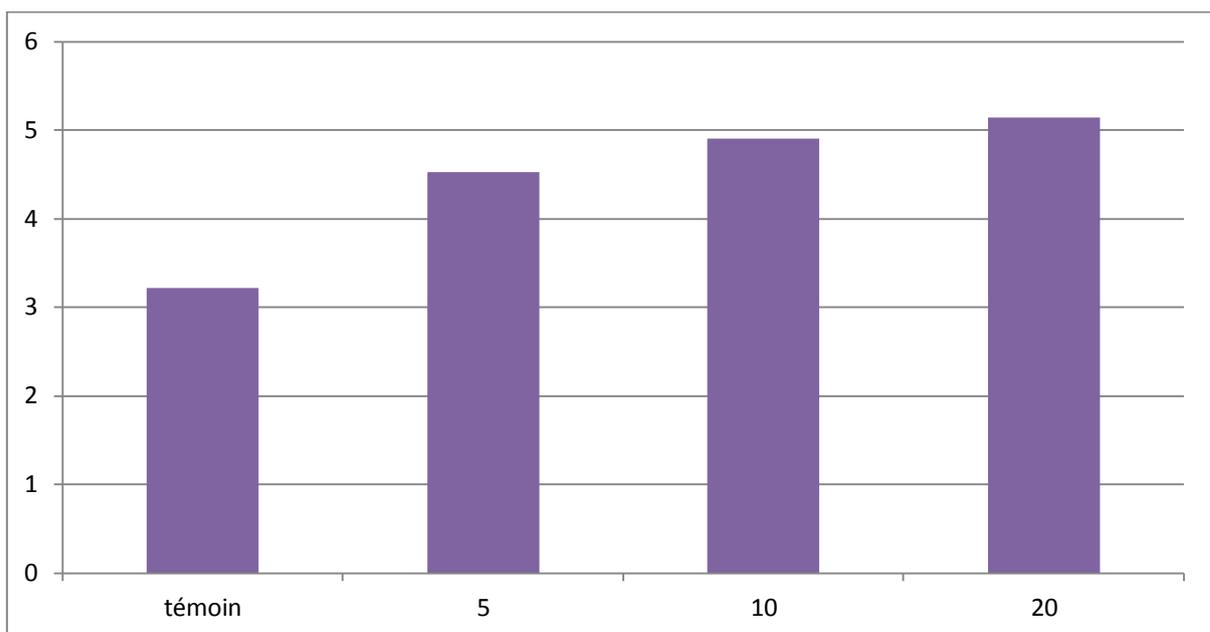


Figure III.14. Fluage en fonction de la teneur en déchets « Mode C »

d- Evolution du quotient Marshall

L'évolution du diagramme de fluage montre une diminution du quotient du fluage en fonction de l'augmentation du taux de déchet incorporés dans les formulations, comme illustré en figure III.15. Il est a constaté que le quotient de fluage de l'enrobé témoin est le plus grand par rapport aux autres formulations.

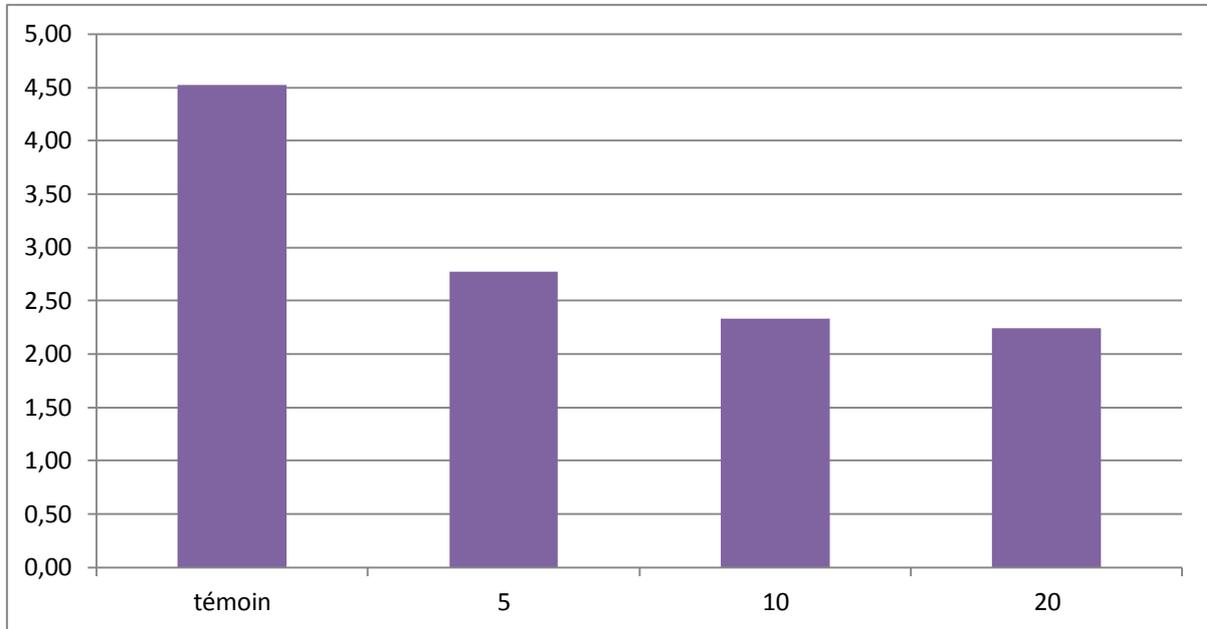


Figure III.15. Quotient en fonction de la teneur en déchets « Mode C »

e- Synthèse générale (Mode C)

Les teneurs en déchets pour la confection de l'enrobé modifié par le mode de modification C présentent les résultats suivants:

- Une stabilité supérieure à 10.50KN qui répond aux spécifications algériennes pour toutes les formulations réalisées;
- Les valeurs du test du fluage dépassent légèrement la spécification algérien (<4mm) pour la formulation F_{5%DNS}, et cela peut-être dû aux erreurs de mesures sur machine;
- Une compacité comprise dans l'intervalle de spécification algérien [92-98%]

Tous les résultats obtenus concernant le mode de modification C sont regroupés dans le tableau III.10.

Tableau III.10. Synthèse des résultats « mode C »

DS%	Stabilité (KN)	Fluage (mm)	Compacité (%)	Quotient KN/mm
témoin	14,57	3.22	97.53	4.52
5	12.26	4.53	96.11	2.77
10	11.35	4.91	95.32	2.33
20	11.36	5.14	95.71	2.24

III.3.2.4. Mode D

a- Evolution de la compacité

Ce mode consiste à compenser des pourcentages de bitume par ceux de la boue de type ENTP. Dans ce qui suit, on va exposer les diagrammes, qui présentent la variation des caractéristiques mécaniques obtenues pour les bétons bitumineux modifiés selon le mode D à différentes teneurs en déchets de type ENTP « 0% ,5%,10%,20% », comme présenté en figure III.16. Il est a constaté que la compacité dans les mélanges modifiés est toujours inférieure à celle du mélange témoin. Le mélange relatif à 5% possède une bonne compacité qui est d'ordre de 97.37%, cette dernière diminue vers une valeur de 95.32% pour le mélange 10% et atteint la valeur minimale de 95.17% pour la formulation F_{20%ENTP}. La compacité du mélange modifié répond aux spécifications algériens [92-98%].

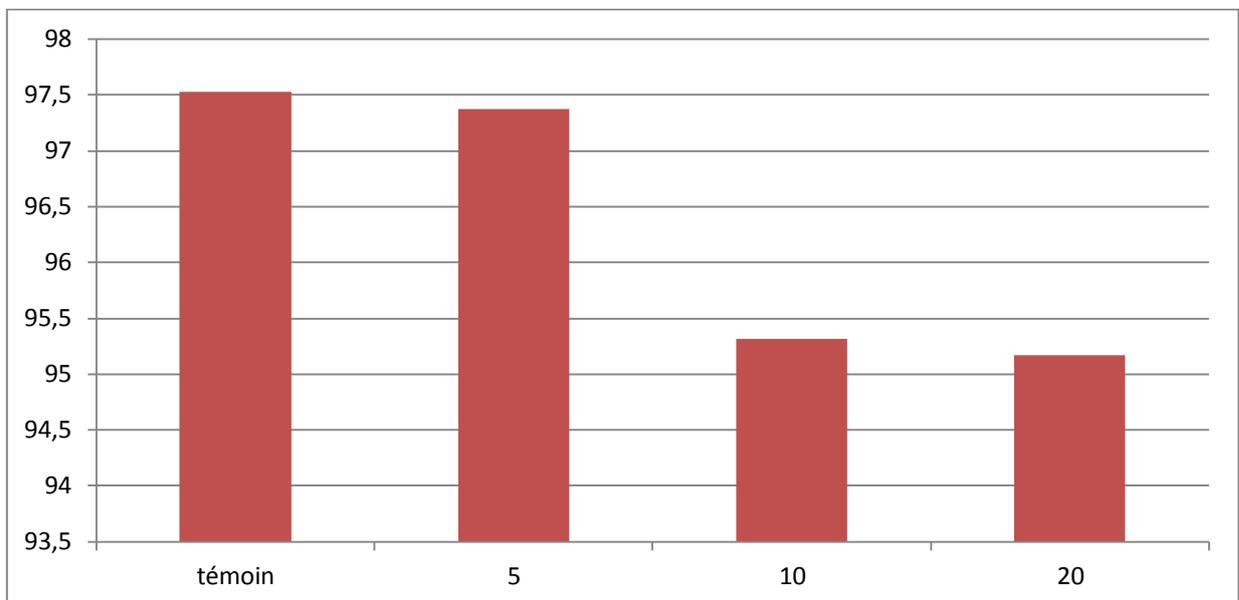


Figure III.16. Compacités en fonction de la teneur en déchets « Mode D »

b- Evolution des stabilités Marshall

Comme pour les modes A, B et C, les mélanges modifiés présentent des stabilités inférieures à celles du mélange témoin, comme présenté en figure III.17. La stabilité maximale qui est d'ordre de 12.16 KN est enregistrée pour la formulation F_{10%ENTP}, puis elle diminue dans la formulation F_{5%ENTP} à une valeur d'ordre de 11.94 KN et dans la formulation F_{20%ENTP} à une valeur d'ordre de 10.43 KN, tout en restant inférieure à la stabilité du témoin qui présente une valeur d'ordre de 14.57KN. Les formulations modifiés présentent des stabilités qui répondent aux spécifications algériens (>10.50 KN)

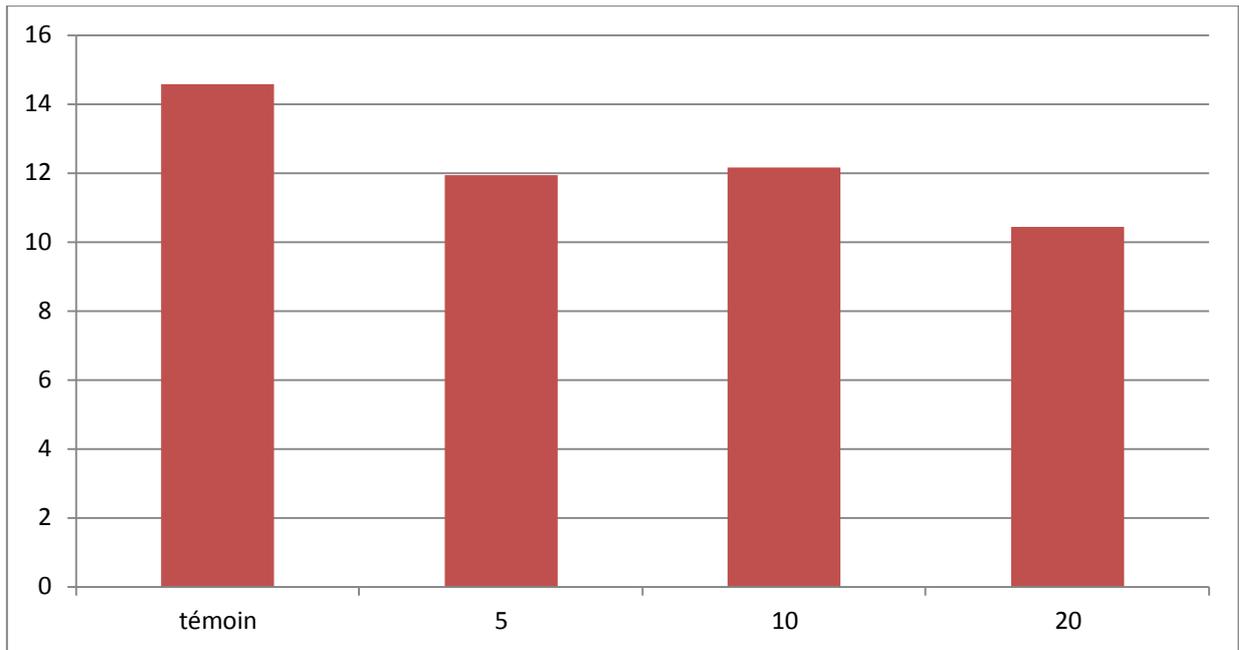


Figure III.17.Stabilités en fonction de la teneur en déchets « Mode D »

c- Evolution du fluage Marshall

On remarque que la variation du fluage en fonction de la teneur en déchet est irrégulière, comme indiqué sur la figure III.18. Les fluages obtenus, avec les mélanges de 5%, 10% et 20%, sont élevés par rapport à la spécification algérien (<4mm).

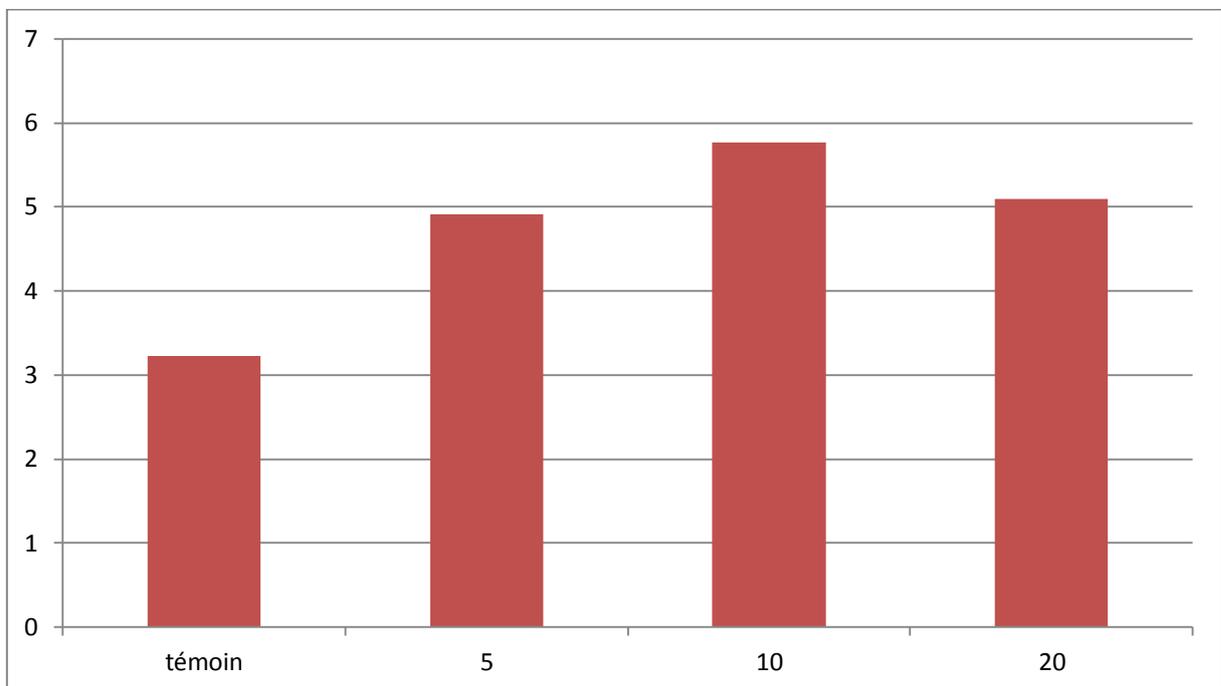


Figure III.18.Fluage en fonction de la teneur en déchets « Mode D »

d- Evolution du quotient Marshall

L'évolution du diagramme de fluage montre une diminution du quotient du fluage en fonction de l'augmentation du taux de déchet incorporés dans les formulations, comme illustré en figure III.19. Il est a constaté que le quotient de fluage de l'enrobé témoin est le plus grand par rapport aux autres formulations.

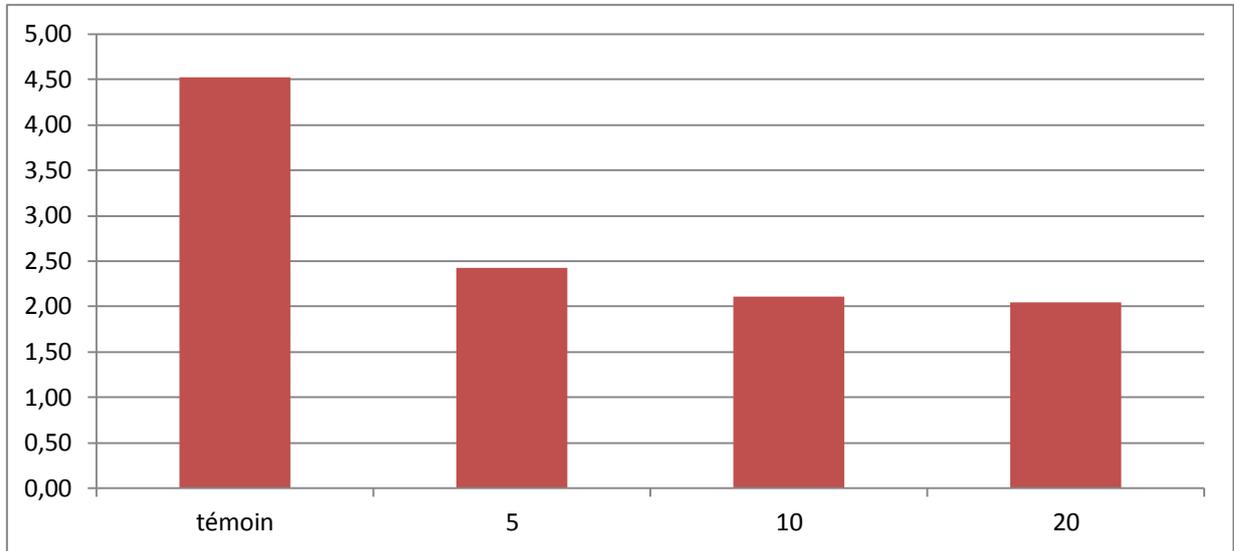


Figure III.19. Quotient en fonction de la teneur en déchets « Mode D»

e- Synthèse générale (Mode D)

Les teneurs en déchets pour la confection de l'enrobé modifié par le mode de modification D présentent les résultats suivants:

- Une stabilité supérieure à 10.50KN qui répond aux spécifications algériennes pour toutes les formulations réalisées excepté pour la formulation F_{20%ENTP};
- Les valeurs du test du fluage dépassent légèrement la spécification algérien (<4mm) pour la formulation F_{5%ENTP}, et cela peut-être dû aux erreurs de mesures sur machine;
- Une compacité comprise dans l'intervalle de spécification algérien [92-98%]

Tous les résultats obtenus concernant le mode de modification C sont regroupés dans le tableau III.11.

Tableau III.11. Synthèse des résultats « mode D »

ENTP%	Stabilité(KN)	Fluage (mm)	Compacité (%)	Quotient KN/mm
témoin	14,576	3.222	97.53	4.52
5	11,94	4,91	97.37	2.43
10	12,16	5.77	95.32	2.11
20	10.43	5.10	95.17	2.05

CONCLUSION

Le tableau III.12. Rapporte, en général, que les formulations $F_{5\% \text{ DN1}}$, $F_{5\% \text{ DN2}}$, $F_{5\% \text{ DS}}$ et $F_{5\% \text{ ENTP}}$ sont acceptables d'après la conformité des résultats obtenus par rapport aux spécifications Algériennes de la classe 40/50. Néanmoins, une légère différence dans les valeurs calculées et valeurs normes a été constaté, et cela peut être dû aux erreurs de manipulation et de mesures sur appareils.

Tableau III.12. Rapport général pour les formulations $F_{5\% \text{ DN1}}$, $F_{5\% \text{ DN2}}$, $F_{5\% \text{ DS}}$ et $F_{5\%}$

Formulation	Stabilité (KN) // Norme (>10.5KN)	Fluage (mm) // Norme (<4mm)	Compacité (%) // Norme [92-98%]	Quotient KN/mm	T.ramollissement/ norme (47 à 60)	Pénétrabilité au 1/10mm à 25 °C/ norme (40 à 55)
$F_{0\%}$ (bitume)	14,57	03.22	97.53	04.52	55.00	44.00
$F_{5\% \text{ DN1}}$	11,99	04,61	94.00	02.60	52.95	56.10
$F_{5\% \text{ DN2}}$	12.16	04,87	94.00	02.52	52.95	61.10
$F_{5\% \text{ DS}}$	12.26	04,53	96.11	02.77	52.50	65.60
$F_{5\% \text{ ENTP}}$	12.26	04,91	97.37	02.43	54.35	54.60
$F_{10\% \text{ DN1}}$	12,27	03.97	96.31	03.28	57.50	74.83
$F_{10\% \text{ DN2}}$	12.03	04.75	96.16	02.61	57.75	83.80
$F_{10\% \text{ DS}}$	12,16	04.91	95.32	02.33	54.05	79.57
$F_{10\% \text{ ENTP}}$	12,16	05.77	95.32	02.11	62.95	76.87
$F_{20\% \text{ DN1}}$	12.79	05.75	97.47	02.22	69.60	122.10
$F_{20\% \text{ DN2}}$	10.63	05.39	96.06	01.98	49.55	182.55
$F_{20\% \text{ DS}}$	11.36	05.14	95.71	02.24	50.55	148.07
$F_{20\% \text{ ENTP}}$	10.43	05.10	95.17	02.05	70.00	159.83

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GÉNÉRALE

À la lumière des résultats obtenus sur la caractérisation rhéologique et physique des enrobés bitumineux modifiés par des déchets pétroliers, on a tiré les conclusions suivantes

➤ les enrobés bitumineux ordinaires, présentent des caractéristiques mécaniques moyennes ce qui incite à élever leurs performances surtout de résistance pour leur éventuel utilisation dans les sections sollicitées.

➤ les enrobés bitumineux modifiés par adjonction de déchets pétroliers présentent des performances mécaniques inférieure quel que soit le mode de modification adopté.

➤ La teneur en déchets de 5 % pour la confection de l'enrobé modifié par le mode A présente des meilleurs résultats par rapport aux autres modes :

- ✓ Une stabilité 12.27KN répond aux spécifications algériennes (>10.50KN)
- ✓ Un fluage 3.97mm répond aux spécifications algérien (<4mm)
- ✓ Une compacité 96.31% répond aux spécifications algériennes [92-98%]

A partir de résultats obtenus, pour les différents modes étudiés, la réponse à la question préalable posée « **lequel des modes de modification est le plus efficace ?** ». La réponse sera : « l'enrobés modifiés de teneur 5% ont des bonnes caractéristiques physico-chimiques et mécaniques ».

Nous estimons que cette étude réalisée a permis de mettre en valeur les rejets des résidus pétrolier des cuves de pétrole sise au quatre chemin –Bejaia, pour une utilisation ultérieure dans le domaine routier ; béton bitumineux.

En perspective et vue la qualité moyenne des résultats obtenus, en général acceptable, pour les formulations $F_{5\%DN1}$, $F_{5\%DN2}$, $F_{5\%DS}$ et $F_{5\%ENTP}$, nous projetons à réduire la quantité de rejet pétrolier à une valeur inférieur à 5%, et on entamera une nouvelle étude en utilisant des bétons bitumineux à un pourcentage allant de 1% à 5% en rejet pétrolier.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] FRANENNEC J. P., LEPRINCE P., TREMBOUZE P. et FAVENNEC J. P., (1998). Le raffinage de pétrole : Pétrole brut-produits pétrolier-schéma de fabrication, Tome 1. Technip.
- [2] SOLTANI M., (2004). Distribution lipidique et voies métaboliques chez quatre Bactéries Gram négatives hydrocarbonoclastes. Variation en fonction de la source de Carbone. Thèse de doctorat de l'université Paris 6, spécialité chimie analytique, p. 284.
- [3] BOCARD C., 2006. Marées noires et sols pollués par les hydrocarbures et traitement Des pollutions. Technip, p. 12.
- [4]. TISSOT B. P., WELTE D. H., (1984).Petroleum formation and occurrence. Springer, Berlin.
- [5] SALIOT, A., (1981). Natural hydrocarbons in sea water. In : Duursma, E.K. and Dawson, R. (Eds.), Marine organic chemistry. Elsevier, Amsterdam, pp. 327-374.
- [6] BERTRAND A. R., BRIANT J., CASTELA A., DEGOBERT P., GATELLIER C., MASSON M., OUDIN J.-L. et J. POTTIER., (1972). Prévention et lutte contre la Pollution au cours des opérations de forage et de production en mer.
- [7] SCRIBAN R., (1999). Biotechnologie : restauration par voie biologique des sols Contaminés par la polluante organique 5ème édition. Ed Lavoisi.
- [8] Groupement Professionnel des Bitumes. Dossier bitume. *Bitumes Actualités*, 1990, N° 91, 45 p.
- [9] HOIBERG, A.J. (Eds). Bituminous materials : Asphalts, Tars and Pitches, Vol.1. NewJersey : Interscience publishers, 1964, 432 p.
- [10] 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.
- [11] VARLAN, G.E. L'étanchéité dans la construction. Paris : Eyrolles, 1964. 676p.
- [12] Groupement Professionnel des Bitumes. Le bitume et le confinement de déchets Radioactifs. *Bitumes Actualités*, 1995, N° 95, p19-23.

- [13] 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.
- [14] HOIBERG, A.J. (Eds). Bituminous materials : Asphalts, Tars and Pitches, Vol. 2. New Jersey (USA) : Interscience publishers, 1965, 698 p. 211
- [15] ROFFEY, R., NORQVIST, A. Biodegradation of bitumen used for nuclear waste disposal. *Experientia*, 1991, Vol. 47, N° 6, p. 539-542.
- [16] WOLF, M., BACHOFEN, R. Microbial degradation of bitumen, *Experientia*, 1991, Vol. 47, N° 6, p. 542-548.
- [17] ROFFEY, R., HJALMARSSON, K. et NORQVIST, A. Microbial degradation of bitumen used for encapsulating radioactive waste. Final Report. Umea : National Defense Research Institute, 1987, 87 p., FOA Report C 40238-4.9.
- [18] Syndicat des Fabricants d'Emulsions Routières de Bitume. Les émulsions de bitume. Montreuil : SFERB, 1988, 248 p.
- [19] AIROLA, C., BONNEVIE-SVENDSEN, M., BRODERSEN, K., FORSSTRÖM, H., WINGEFORS, S. (NORDIC LIAISON COMMITTEE FOR ATOMIC ENERGY). Longterm properties of bituminized waste products. Edited by M. SNELLMAN et M. VALKIAINEN. Espoo : Technical Research of Finland, 1985. 88 p.
- [20] Smiciklas, I., Dimovic, S., Plecas, Mitric M., &I Removal of Co^{2+} from aqueous solutions by hydroxy apatite. *Water Research*, 40 :pp. 2267 – 2274, (2006).

ANNEXE

A

Tableau 1. Résultat d'essai pénétrabilité et point de ramollissement « mode A »

		DN1			
% déchets		5	10	20	
Bitume	pénétrabilité	58,1	74,7	122,4	
		57,9	74,8	121,9	
		57,2	75	122	
	pénétrabilité moyenne		57,7	74,83	122,10
	point de ramollissement	bille droit	52,9	57,4	70,2
		bille gauche	53	57,6	69
TBA moyenne		52,95	57,50	69,60	

Tableau 2. Résultat d'essai Marshall 5 % « mode A »

Essai Marshall 5 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	
épaisseur moyenne	cm	6,58	6,58	6,52
volume	cm ³	526,9	526,9	522,1
densité apparente	g/cm ³	2,28	2,28	2,30
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	93,72	93,72	94,58
Pourcentage de vide	%	6,28	6,28	5,42
charge maximal	kN	13,132	12,916	12,02
stabilité	kN	12,344	12,141	11,47 6
stabilité moyenne		11,99		
fluage	mm	4,590	4,439	4,795
fluage moyenne		4,61		
quotient Marshall	KN/mm	2,69	2,74	2,39
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,61		

Tableau 3. Résultat d'essai Marshall 10 % « mode A »

Essai Marshall 10 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	G	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	Cm	6,43	6,37	6,41
volume	cm ³	514,9	510,1	513,3
densité apparente	g/cm ³	2,33	2,35	2,34
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	95,91	96,81	96,21
Pourcentage de vide	%	4,09	3,19	3,79

charge maximal	Kn	13,713	12,247	12,015
stabilité	Kn	13,179	11,955	11,665
stabilité moyenne		12,27		
fluage	mm	5,186	2,698	4,036
fluage moyenne		3,97		
quotient Marshall	KN/mm	2,54	4,43	2,89
quotient Marshall moyenne	KN/mm	3,29		

Tableau 4. Résultat d'essai Marshall 20 % « mode A »

Essai Marshall 20 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	G	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	Cm	6,31	6,37	6,3
volume	cm ³	505,3	510,1	504,5
densité apparente	g/cm ³	2,37	2,35	2,38
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	97,73	96,81	97,89
Pourcentage de vide	%	2,27	3,19	2,11
charge maximal	Kn	12,532	12,534	13,051
stabilité	kN	12,657	12,534	13,182
stabilité moyenne		12,79		
fluage	Mm	5,614	5,518	6,11
fluage moyenne		5,75		
quotient Marshall	KN/mm	2,25	2,27	2,15
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,22		

Tableau.5. résultat d'essai pénétrabilité et point de ramollissement « mode B »

		DN2			
% déchets		5	10	20	
Bitume	pénétrabilité	60,6	85	182,2	
		61,6	84,7	184,2	
		61,1	81,7	182	
	pénétrabilité moyenne		61,1	83,80	182,80
	point de ramollissement	bille droit	52,9	57,4	49,9
		bille gauche	53	58,1	49,2
	TBA moyenne		52,95	57,75	49,55

Tableau 6. Résultat d'essai Marshall 5 % « mode B »

Essai Marshall 10 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
Masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,39	6,42	6,43
Volume	cm ³	511,7	514,1	514,9
densité apparente	g/cm ³	2,35	2,33	2,33
densité réel		2,43	2,43	2,43
Compacité	%	96,51	96,06	95,91
Pourcentage de vide	%	3,49	3,94	4,09
charge maximal	kN	13,927	12,521	11,429
Stabilité	kN	13,068	12,012	11
stabilité moyenne		12,03		
fluage	mm	4,040	4,4	5,82
fluage moyenne		4,75		
quotient Marshall	KN/mm	3,23	2,73	1,89
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,62		

Tableau7. Résultat d'essai Marshall 10 % « mode B »

Essai Marshall 10 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,39	6,42	6,43
volume	cm ³	511,7	514,1	514,9
densité apparente	g/cm ³	2,35	2,33	2,33
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	96,51	96,06	95,91
Pourcentage de vide	%	3,49	3,94	4,09
charge maximal	kN	13,927	12,521	11,429
stabilité	kN	13,068	12,012	11
stabilité moyenne		12,03		
fluage	mm	4,040	4,4	5,82
fluage moyenne		4,75		
quotient Marshall	KN/mm	3,23	2,73	1,89
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,62		

Tableau 8. Résultat d'essai Marshall 20 % « mode B »

Essai Marshall 20 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	G	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	Cm	6,43	6,4	6,43
volume	cm ³	514,9	512,5	514,9
densité apparente	g/cm ³	2,33	2,34	2,33
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	95,91	96,36	95,91
Pourcentage de vide	%	4,09	3,64	4,09
charge maximal	kN	11,505	10,84	10,424
stabilité	kN	11,275	10,623	10
stabilité moyenne		10,63		
fluage	Mm	5,181	5,204	5,798
fluage moyenne		5,39		
quotient Marshall	KN/mm	2,17	2,04	1,72
quotient Marshall moyenne	KN/mm	1,98		

Tableau 9. Résultat d'essai pénétrabilité et point de ramollissement « mode C »

		DS			
% déchets		5	10	20	
Bitume	pénétrabilité	67	79,7	149,2	
		65,9	80	150	
		64	79	145	
	pénétrabilité moyenne		65,6	79,57	148,07
	point de ramollissement	bille droit	52,6	54,1	51,5
		bille gauche	52,4	54	49,6
TBA moyenne		52,50	54,05	50,55	

Tableau 10. Résultat d'essai Marshall 5% « mode C »

Essai Marshall 5 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	G	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	Cm	6,43	6,42	6,4
volume	cm ³	514,9	514,1	512,5
densité apparente	g/cm ³	2,33	2,33	2,34
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	95,91	96,06	96,36

Pourcentage de vide	%	4,09	3,94	3,64
charge maximal	kN	13,128	12,981	12,724
stabilité	kN	12,695	12,561	11,526
stabilité moyenne		12,26		
fluage	Mm	5,700	3,849	4,048
fluage moyenne		4,53		
quotient Marshall	KN/mm	2,22	3,26	2,84
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,77		

Tableau 11. Résultat d'essai Marshall 10% « mode C »

Essai Marshall 10 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,45	6,54	6,42
volume	cm ³	516,5	523,7	514,1
densité apparente	g/cm ³	2,32	2,29	2,33
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	95,61	94,29	96,06
Pourcentage de vide	%	4,39	5,71	3,94
charge maximal	kN	12,33	12,713	11,383
stabilité	kN	11,57	11,567	10,899
stabilité moyenne		11,35		
fluage	mm	4,731	5,651	4,354
fluage moyenne		4,91		
quotient Marshall	KN/mm	2,44	2,04	2,50
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,33		

Tableau 12. Résultat d'essai Marshall 20% « mode C »

Essai Marshall 20 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,42	6,45	6,46
volume	cm ³	514,1	516,5	517,3
densité apparente	g/cm ³	2,33	2,32	2,32
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	96,06	95,61	95,46
Pourcentage de vide	%	3,94	4,39	4,54
charge maximal	kN	11,478	12,161	11,373
stabilité	kN	11,248	11,796	11,032
stabilité moyenne		11,36		
fluage	mm	5,910	4,488	5,027
fluage moyenne		5,14		

quotient Marshall	KN/mm	1,90	2,62	2,19
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,24		

Tableau 13. Résultat d'essai pénétrabilité et point de ramollissement « mode D »

		ETPN			
Bitume	% déchets	5	10	20	
	pénétrabilité	55,3	76,4	157,3	
		52,5	77,8	160,7	
		56,1	76,4	161,5	
	pénétrabilité moyenne		54,6	76,87	159,83
	point de ramollissement	bille droit	54,1	63,1	70
		bille gauche	54,6	62,8	70
TBA moyenne		54,35	62,95	70,00	

Tableau 14. Résultat d'essai Marshall 5% « mode D »

Essai Marshall 5 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,35	6,32	6,33
volume	cm ³	508,5	506,1	506,9
densité apparente	g/cm ³	2,36	2,37	2,37
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	97,12	97,58	97,42
Pourcentage de vide	%	2,88	2,42	2,58
charge maximal	kN	13,721	12,567	11,425
stabilité	kN	12,996	12,173	10,639
stabilité moyenne		11,94		
fluage	mm	4,705	5,013	5,014
fluage moyenne		4,91		
quotient Marshall	KN/mm	2,76	2,24	2,12
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,37		

Tableau 15. Résultat d'essai Marshall 10% « mode D »

Essai Marshall 10 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,45	6,54	6,42
volume	cm ³	516,5	523,7	514,1
densité apparente	g/cm ³	2,32	2,29	2,33
densité réel		2,43	2,43	2,43

compacité	%	95,61	94,29	96,06
Pourcentage de vide	%	4,39	5,71	3,94
charge maximal	kN	13,776	12,132	12,58
stabilité	kN	12,544	11,925	12
stabilité moyenne		12,16		
fluage	mm	6,394	5,343	5,56
fluage moyenne		5,77		
quotient Marshall	KN/mm	1,96	2,23	2,15
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,11		

Tableau 16. Résultat d'essai Marshall 20% « mode D »

Essai Marshall 20 %				
		EP 1	EP 2	EP 3
masse	g	1200	1200	1200
épaisseur moyenne	cm	6,51	6,48	6,45
volume	cm ³	521,3	518,9	516,5
densité apparente	g/cm ³	2,30	2,31	2,32
densité réel		2,43	2,43	2,43
compacité	%	94,73	95,17	95,61
Pourcentage de vide	%	5,27	4,83	4,39
charge maximal	kN	10,867	10,507	11,094
stabilité	kN	10,432	10,087	10,761
stabilité moyenne		10,43		
fluage	mm	5,489	5,088	4,733
fluage moyenne		5,10		
quotient Marshall	KN/mm	1,90	1,98	2,27
quotient Marshall moyenne	KN/mm	2,05		

Résumé

Les déchets pétroliers souvent une menace pour l'environnement du fait de leur encombrement et faible biodégradabilité. Le travail de recherche présenté a pour but de valoriser les déchets pétroliers en couche de roulement. Il se rapporte au comportement d'un enrobé modifié suite à l'ajout déchets pétrolier. L'objectif de l'expérimentation est d'évaluer et de comparer la variation de certains caractéristiques des enrobés bitumineux modifiés de quatre façons différentes.

On notera toutefois, que l'apport des déchets pétroliers entraîne une grande amélioration au niveau des propriétés mécaniques des enrobés bitumineux.

Mots clés : enrobé bitumineux, déchet pétrolier.

Abstract

Petroleum sludges are often a threat to the environment because of their congestion and low bio-degradability. The present research aims to enhance the petroleum sludge wearing course. It refers to the behavior of modified asphalt following the addition of déchet pétrole. The objective of the experiment is to evaluate the performance improvement of the modified asphalt in for(4) editmode:

We note, however, that the addition of petroleum sludge in the asphalt has a great influence on its characteristics.

Keywords: asphalt – petroleum sludge.

الخلاصة

تعتبر النفايات البترولية في اغلب الاحيان تهديدا للبيئة بسبب تواجدها الكثيف وبطء قابليتها للتحلل. يهدف هذا البحث الى تثمين النفايات البترولية في طبقة السير. ويتعلق الامر بتعديل سلوك الاسفلت بإضافة هذه النفايات البترولية

يهدف هذا البحث التجريبي الي تقييم ومقارنة بعض خصائص الاسفلت المعدل وفق اربعة طرق نلاحظ علي اية حال ان اضافة هذه النفايات البترولية يحسن بشكل كبير الخصائص الميكانيكية للخلطات الاسفلتية.

الكلمات المفتاح الاسفلت- النفايات البترولية.