



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

DOMAINE SCIENCES ET TECHNOLOGIES

MENTION PROCÉDES ET ECOLOGIE INDUSTRIELLE



Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du diplôme de **MASTER II**

Parcours : PHYSICOCHIMIE DES MELANGES COMPLEXES

Intitulé

**« CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'AMELIORATION
DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DE L'HUILE
LOURDE DE TSIMIRORO PAR AJOUT
D'ELASTOMERE DANS LA FABRICATION DU BETON
BITUMINEUX SEMI GRENU »**

Présenté par : **MENAGIANA Jean Grigaut**

Le 16 Juin 2016

Devant les membres de jury composés de :

Président :	RAJERISON Wilson Adolphe	Professeur Titulaire
Encadreur :	RAFENOMANANTSOA Alphonse	Professeur Titulaire
	RANDRIAMALALA Tiana Richard	Ingénieur Docteur
Examineurs :	RAKOTOARIMANGA Jeannot Victor	Professeur Titulaire
	TIANASOA RAMAMONJY Manoelson	Maître de Conférences

*A LA MEMOIRE DE MA CHERE MERE QUI S'EST BATTUE PENDANT TOUTE
SA VIE POUR QUE J'ARRIVE JUSQU'ICI*

REPOSE EN PAIX MAMA

**« CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'AMELIORATION
DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DE L'HUILE
LOURDE DE TSIMIRORO PAR AJOUT D'ELASTOMERE
DANS LA FABRICATION DU BETON BITUMINEUX SEMI
GRENU »**

Table des matières

REMERCIEMENT	i
LISTE DES TABLEAUX	ii
LISTE DES FIGURES	iv
LISTE DES ABREVIATIONS.....	v
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.I.- LES HUILES LOURDES ET EXTRA-LOURDES.....	3
I.I.1.- DEFINITION.....	3
I.I.2.- ORIGINES GEOLOGIQUES	3
I.I.3.- METHODES D'EXPLOITATION DES HUILES LOURDES	3
I.I.4.- CLASSIFICATION DES HUILES LOURDES.....	4
I.I.5.- COMPOSITIONS CHIMIQUES	5
I.II.- LES LIANTS HYBROCARBONÉS POUR USAGE ROUTIER.....	6
I.II.1.- LES BITUMES	6
I.II.1.1.- Définition.....	6
I.II.1.2.- Origine.....	7
I.II.1.3.- Procédés de fabrication	7
I.II.1.4.- Composition et structure chimique	8
I.II.1.5.- Propriétés rhéologiques.....	9
I.II.1.6.- Classification spécifique des bitumes	12
I.II.2.- LES LIANTS BITUMINEUX.....	12
I.II.2.1.- Définition.....	12
I.II.2.2.- Différents types de liants bitumineux.....	12
I.II.2.3.- Les bitumes modifiés par l'ajout des polymères	13
I.II.2.3.1.- Intérêt de la modification	13
I.II.2.3.2.- Les polymères utilisés fréquemment comme ajout	13
I.II.3.- LES GOUDRONS.....	14
I.II.3.1.- Origine.....	14
I.II.3.2.- Définition.....	14
I.II.3.3.- Méthodes d'obtention	14

I.II.3.4.- Compositions chimiques	14
I.II.3.5.- Propriétés rhéologiques.....	15
I.III.- LES ENROBES BITUMINEUX	15
I.III.1.- DEFINITION.....	15
I.III.2.- LES GRANULATS	15
I.III.3- LES ENROBES A CHAUD	16
I.III.4.- LES ENROBES A FROID	16
I.III.5.- FORMULATION	16

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

II.1.- L’HUILE LOURDE DE TSIMIRORO	18
II.1.1. –Densité à 25°C et degré API.....	18
II.1.2. – Viscosité	19
II.1.3. –Chromatographie en phase gazeuse	19
II.1.4. –Amélioration des caractéristiques de l’huile lourde par chauffage	20
II.1.5. –Huile lourde mélangée avec élastomère ou caoutchouc.....	21
II.2.- BITUMES.....	21
II.2.1.- Pénétrabilité à l’aiguille et indice de pénétration.....	21
II.2.2. –Température de Bille et Anneau	21
II.2.3. – Autres tests	22
II.3.- LES GRANULATS.....	23
II.3.1.- Granulométrie.....	23
II.3.2.- Essai LOS ANGELES (LA).....	24
II.3.3.- Essai MICRODEVAL en présence d’eau (MDE)	24
II.3.4. –Essai PSV (Polished Stone Value).....	24
II.3.5. – Les dopes d’adhésivité	25
II.4.- LES ENROBES BITUMINEUX	25

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1.- IDENTIFICATION DE L’HUILE LOURDE DE TSIMIRORO.....	27
III.1.1.- Densité	27
III.1.2. – Viscosité.....	27
III.1.3. –Chromatographie en phase gazeuse	27
III.1.4. –Température de ramollissement.....	28
III.1.5. – Perte à la chaleur à 160°C pendant 5h.....	28
III.1.6. –Pénétrabilité à 25 °C.....	28

III.1.7. – Adhésivité	29
III.2.- CARACTERISTIQUES DE L’HUILE LOURDE APRES AJOUT DE 20% D’ELASTOMERE	30
III.2.1. – Adhésivité de l’huile lourde après ajout d’élastomère sur le granite en présence de dope.....	31
III.3.- AMELIORATION DES CARACTERISTIQUES PAR CHAUFFAGE	31
III.4.- CARACTERISTIQUES DE L’HUILE LOURDE APRES CHAUFFAGE AVEC 20% D’ELASTOMERE	32
III.4.1. – Adhésivité avec dope 4 ⁰ / ₀₀ de DINORAM.....	32
III.4.2. – Ductilité ou test du retour élastique	33
III.5.- CARACTERISTIQUES DE BITUME DE CLASSE 50/70 AVEC 20% D’ELASTOMERE.....	33
III.6.- IDENTIFICATION DES AGREGATS.....	34
III.7.- ETUDES DE FORMULATION DES BBSG 0/12,5	35
III.7.1. – Etude de formulation BBSG 0/12,5 avec l’huile mélangée avec du caoutchouc et sans dope.....	35
III.7.1.1. – Composition Granulométrique du granite pour la formule A et B	35
III.7.1.2. – Résultat d’essai MARSHALL.....	36
III.7.1.3. – Résultats d’essai DURIEZ	36
III.7.2. – Etudes de formulations BBSG 0/12,5 avec l’huile lourde évaporée.	37
III.7.2.1. – Composition Granulométrique du granite pour les trois formules.....	37
III.7.2.2. – Résultats de l’essai MARSHALL.....	38
III.7.2.3. – Résultat de l’essai DURIEZ	39
III.7.3. – Etudes de formulations de BBSG 0/12,à partir de l’huile lourde évaporée et avec optimisation des résultats antérieurs.	39
III.7.3.1. – Composition Granulométrique du basalte pour quatre formules	39
III.7.3.2. – Résultats de l’essai MARSHALL.....	40
III.7.3.3. – Résultats de l’essai DURIEZ.....	41
III.7.4. – Vérification par extraction de la teneur en liant et granulométrique.....	42

CONCLUSION

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ET WEBOGRAPHIQUES	46
--	-----------

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTALE

IV.1.- IDENTIFICATION DE L’HUILE LOURDE	49
IV.1.1. – Densité	49
IV.1.2. – Chromatographie en phase gazeuse.....	49
IV.1.3. – Pénétrabilité à 25 °C.....	51
IV.1.4. –Perte à la chaleur à 160°C pendant 5h.....	52
IV.2.- CARACTERISTIQUES DE L’HUILE LOURDE APRES AJOUT DE 20% D’ELASTOMERE.....	52

IV.2.1. – Densité	52
IV.2.2. – Pénétrabilité à 25 °C (en 1/10 mm)	52
IV.2.3. – Température de ramollissement	53
IV.2.4. –Perte à la chaleur à 160°C pendant 5h.....	53
IV.3. – CARACTERISTIQUES DE L’HUILE LOURDE APRES CHAUFFAGE AVEC 20% D’ELASTOMERE	53
IV.3.1. – Densité à 25 °C	53
IV.3.2. – Ductilité	53
IV.3.3. – Pénétrabilité à 25 °C avec 20% d’élastomère en 1/10 mm	54
IV.3.4. – Température de ramollissement	54
IV.3.5. – perte à la chaleur à 160°C pendant 5h.....	54
IV.4. – ETUDE DE FORMULATION D’ENROBE A CHAUD 0/12,5 AVEC L’HUILE MELANGEE AVEC DU CAOUTCHOUC ET SANS DOPE	54
IV.5. – ETUDES DE FORMULATIONS D’ENROBE CHAUD 0/12,5 AVEC L’HUILE LOURDE EVAPOREE	57
IV.6. – ETUDES DE FORMULATIONS D’ENROBE CHAUD 0/12,5 AVEC L’HUILE LOURDE EVAPOREE AVEC OPTIMISATION DES RESULTATS ANTERIEURS.	60

REMERCIEMENT

Tout d'abord, je tiens à rendre grâce à Dieu, de m'avoir donné la santé afin que je puisse accomplir ce mémoire.

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire National de Travaux Publics et du Bâtiment (LNTPB) et en collaboration avec le Laboratoire de Colas. Je tiens à exprimer ma sincère reconnaissance à l'ensemble des personnes qui m'ont permis de le mener à terme.

Je tiens vivement à remercier Monsieur RAFENOMANANTSOA Alphonse, Professeur Titulaire à l'Université d'Antananarivo, mon Rapporteur, pour l'intérêt qu'il a apporté à ce travail. Je lui exprime ma profonde reconnaissance, pour sa disponibilité malgré ses responsabilités, sa grande compréhension, son aide chaleureuse et inestimable, ses précieux conseils dans mes débuts et pour les discussions stimulantes et intéressantes tout au long de ce travail.

Mes sincères remerciements vont aussi à Mr RANDRIAMALALA Tiana Richard, Ingénieur Docteur et Chef de Département Recherche Développement et Matériaux au LNTPB, qui a mis à ma disposition les produits et équipements nécessaires à mes travaux et d'avoir accepté d'être mon Encadreur Technique malgré ses responsabilités et ses occupations.

Je tiens aussi sincèrement, à remercier Monsieur RAJERISON Wilson, Professeur Titulaire à l'Université d'Antananarivo d'avoir accepté d'être Président de jury de ce mémoire.

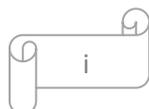
Mes remerciements vont également à Monsieur RAKOTOARIMANGA Jeannot Victor, Professeur Titulaire à l'Université d'Antananarivo et Monsieur TIANASOA RAMAMONJY Manoelson, Maître de Conférences et Vice-Doyen du Domaine Sciences et Technologie de l'Université d'Antananarivo, d'avoir bien voulu siéger en tant qu'Examineurs lors de la présentation de ce travail.

Je suis reconnaissant à Madame Marinà CHALAMET, Chef de Service Technique de laboratoire (STL), laboratoire COLAS, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire pour la réalisation d'essai de ductilité du bitume.

Je tiens aussi à exprimer ma profonde gratitude envers l'ensemble du personnel et les opérateurs techniques du Laboratoire des Matériaux au LNTPB, pour leurs précieuses aides et directives durant mon stage.

Je voudrais enfin surtout remercier tous les membres de ma famille qui m'ont toujours encouragé et supporté tout au long de mes études, en particulier mon père et ma sœur.

Je remercie aussi, tous ceux qui, de près ou de loin, m'ont aidé dans la réalisation de ce mémoire.



LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU 1: CLASSIFICATION DES HUILES LOURDES	5
TABLEAU 2: CLASSIFICATION STRUCTURALE DES BITUMES EN FONCTION DE LEUR COMPOSITION D'APRES KOLBANOVSKAJA.....	10
TABLEAU 3: TABLEAU DE RESULTATS D'ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE EN PHASE GAZEUSE DE L'HUILE LOURDE DE TSIMIRORO.....	27
TABLEAU 4: NORME NF EN 13614 DONNANT LES CLASSES D'ADHESIVITE	29
TABLEAU 5: RESUME DES PROPRIETES PHYSIQUES DE L'HUILE LOURDE.....	29
TABLEAU 6 : CARACTERISTIQUES DE L'HUILE LOURDE APRES AJOUT DE 20 % DE CAOUTCHOUC.....	30
TABLEAU 7: ADHESIVITE SUR LE GRANITE DE MELANGE D'HUILE LOURDE AVEC DEUX PROPORTIONS D'ELASTOMERE EN PRESENCE DE DINORAM.....	31
TABLEAU 8: VARIATION DE LA MASSE DE L'HUILE LOURDE EN FONCTION DU TEMPS	31
TABLEAU 9: CARACTERISTIQUES DE L'HUILE LOURDE APRES CHAUFFAGE ET ADDITION DE 20% DE CAOUTCHOUC	32
TABLEAU 10: RESULTATS D'IDENTIFICATION DE BITUME MELANGE AVEC DE L'ELASTOMERE 20%.....	33
TABLEAU 11 : CARACTERISTIQUES DU GRANITE CONCASSE	34
TABLEAU 12 : CARACTERISTIQUES DU BASALTE CONCASSE	34
TABLEAU 13: COMPOSITION GRANULOMETRIQUE DE DEUX FORMULES A ET B.....	36
TABLEAU 14: RESULTATS MARSHALL DES FORMULES A ET B	36
TABLEAU 15 : ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE LA FORMULE A.....	36
TABLEAU 16 : COMPOSITION GRANULOMETRIQUE DES TROIS FORMULES	37
TABLEAU 17 : RESULTATS MARSHALL DES TROIS FORMULES C, D ET E	38
TABLEAU 18: ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DES TROIS FORMULES	39
TABLEAU 19: COMPOSITION GRANULOMETRIQUE DE QUATRE FORMULES	39
TABLEAU 20: RESULTATS MARSHALL DES QUATRE FORMULES	40
TABLEAU 21: ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DES QUATRE FORMULES	41
TABLEAU 22: RESULTATS D'EXTRACTION DE LA FORMULE F.....	42
TABLEAU 23: GRANULOMETRIE DES ESSAIS D'EXTRACTION DE LA FORMULE F	43
TABLEAU 24: TABLEAU DES ETALONS AROMATIQUES	50
TABLEAU 25: TABLEAU DES ETALONS ALIPHATIQUES	51
TABLEAU 26: RESULTAT DE LA DENSITE DE L'HUILE LOURDE MELANGEE AVEC LE CAOUTCHOUC.....	52
TABLEAU 27: DENSITE DE L'HUILE LOURDE APRES CHAUFFAGE ET ADDITION DE 20 % D'ELASTOMERE.....	53
TABLEAU 28: COMPOSITION GRANULOMETRIQUE DE GRANITE	55
TABLEAU 29: COMPOSITION MASSIQUE DE DEUX FORMULES A ET B POUR UNE EPROUVETTE MARSHALL	55
TABLEAU 30 : RESULTATS DE L'ECRASEMENT MARSHALL DE 60 kN APRES 24 H LA FORMULE A	56
TABLEAU 31: RESULTATS DE L'ECRASEMENT MARSHALL DE 60 kN APRES 24 H DE LA FORMULE B.....	56
TABLEAU 32: COMPOSITION MASSIQUE DE LA FORMULE A POUR UNE EPROUVETTE DURIEZ	57
TABLEAU 33: RESULTATS DE L'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS.....	57
TABLEAU 34: COMPOSITION GRANULOMETRIQUE DE GRANITE POUR LES TROIS FORMULES.....	57
TABLEAU 35: COMPOSITION MASSIQUE DES FORMULES C,D ET E POUR UNE EPROUVETTE MARSHALL.....	58
TABLEAU 36: RESULTATS MARSHALL DE LA FORMULE C	58

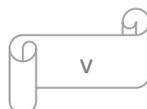
TABLEAU 37: RESULTATS D'ECRASEMENT MARSHALL DE D.....	58
TABLEAU 38: RESULTATS D'ECRASEMENT MARSHALL DE LA FORMULE E.....	59
TABLEAU 39: COMPOSITION MASSIQUE DES FORMULES C, D ET E POUR UNE EPROUVETTE DURIEZ.....	59
TABLEAU 40: RESULTATS DE L'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE C	59
TABLEAU 41: RESULTATS DE L'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE D	60
TABLEAU 42: RESULTATS DE L'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE E.....	60
TABLEAU 43: COMPOSITION GRANULOMETRIQUE DE GRANITE POUR LES TROIS FORMULES.....	61
TABLEAU 44 : COMPOSITION MASSIQUE DE QUATRE FORMULES POUR UNE EPROUVETTE MARSHALL.....	61
TABLEAU 45: RESULTATS D'ECRASEMENT DES EPROUVETTES MARSHALL POUR LA FORMULE F	61
TABLEAU 46: RESULTATS D'ECRASEMENT A MARSHALL DE LA FORMULE G.....	62
TABLEAU 47: RESULTATS MARSHALL DE LA FORMULE H.....	62
TABLEAU 48: RESULTATS MARSHALL DE LA FORMULE I	62
TABLEAU 49: COMPOSITION MASSIQUE DE QUATRE FORMULES POUR UNE EPROUVETTE DURIEZ	63
TABLEAU 50: RESULTATS D'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE F	63
TABLEAU 51: RESULTAT DU POIDS SPECIFIQUE	63
TABLEAU 52: RESULTATS D'ECRASEMENT APRES 7 JOURS DE LA FORMULE G.....	64
TABLEAU 53: RESULTATS DE L'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE H	64
TABLEAU 54: RESULTAT DU POIDS SPECIFIQUE DE LA FORMULE E	65
TABLEAU 55: RESULTATS DE L'ECRASEMENT A LA PRESSE MARSHALL DE 60 kN APRES 7 JOURS DE I.....	65
TABLEAU 56: COMPOSITION MASSIQUE DE REFUS AU TAMIS DE FRACTION GRANULOMETRIQUE DE F.....	66
TABLEAU 57: COMPOSITION MASSIQUE DE REFUS AU TAMIS DE FRACTION GRANULOMETRIQUE DE G.....	66

LISTE DES FIGURES

FIGURE 1: VARIATION DE L'ENTHALPIE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE SELON LES ETATS STRUCTURAUX. SOL, SOL-GEL ET GEL.....	10
FIGURE 2: DIAGRAMME COMPOSITION-TEMPERATURE MONTRANT LES DIFFERENTS ETATS STRUCTURAUX SELON LES VALEURS DE LA TEMPERATURE EN FONCTION DU POURCENTAGE EN ASPHALTENES DANS LE BITUME.	11
FIGURE 3: REPRESENTATION SCHEMATIQUE D'UN CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE	20
FIGURE 4: PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UN CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE (CPG).	20
FIGURE 5: COURBE GRANULOMETRIQUE DE BASALTE CONCASSE AVEC LES CLASSES 0/3 ; 3/8 ET 8/12,5.....	35
FIGURE 6: COURBE DU MELANGE GRANULOMETRIQUE DE BASALTE DANS LE FUSEAU D'ENROBE 0/12,5 DE LA FORMULE F	40
FIGURE 7: COURBE DU MELANGE GRANULOMETRIQUE DE LA FORMULE G DANS LE FUSEAU D'ENROBE 0/12,5	41

LISTE DES ABREVIATIONS

- A.P.I:** American Petroleum Institute
- B.B.S.G:** Béton Bitumineux Semi-Grenu
- B.P.E:** Béton Prêt à l'Emploi
- C.B.R:** Californian Bearing Ratio
- C.G.S:** Centimètre, Gramme, Seconde
- C.P.G:** Chromatographie en phase Gazeuse
- C.S.S:** Cyclic Steam Stimulation
- daN:** decaNewton
- E.V.A:** éthylène-acétate de vinyle
- F.I.D:** Fire Ion Detection
- G.E:** Grave Emulsion
- I.C:** Instabilité Colloïdale
- I.P:** Indice de Pénétrabilité
- L.C.P.C:** Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
- R.C:** Résistance à la Compression
- R.E:** Retour Elastique
- S.B.R:** Styrène-butadiène-rubber
- S.B.S:** Styrène-butadiène-styrène
- T.B.A:** Température de Ramollissement
- U.C.M:** Unresolved Complex Material



INTRODUCTION

L'huile lourde provenant de Tsimiroro fait partie de pétrole non conventionnel et apparait aujourd'hui comme une ressource stratégique de l'île, dont son exploitation intensive pourrait compléter les apports d'hydrocarbures conventionnels, de garantir un futur énergétique et de renforcer la production quantitative de produits bitumineux très indispensables aux développements de chaussés et les travaux routiers.

En tant que pétrole non conventionnel, le brut lourd de Tsimiroro possède une forte potentialité pour la fabrication des enrobés bitumineux pour couche de roulement de type Béton Bitumineux Semi-Grenu. L'enrobé qui est un mélange de granulats et de liant bitumineux à des proportions bien définies, représente le matériau de fabrication de chaussés et le couche de roulement des routes. La formulation d'une enrobé permet de prévoir la qualité et la durabilité des chaussés par l'identification des éléments de l'enrobé en commençant par le choix et l'étude de liant et la caractérisation intrinsèque des granulats utilisés à l'aide des essais normalisés au laboratoire. Ainsi, pour permettre à l'huile lourde d'avoir une qualité comme liant d'un enrobé, l'identification de ses propriétés mécaniques, thermiques et surtout chimiques est indispensable. L'identification du liant permet de connaître sa rhéologie, sa susceptibilité thermique et tend à porter une amélioration si on veut obtenir une performance dans sa valorisation. L'amélioration n'est autre que l'apport des agents chimiques ayant des influences sur sa rhéologie et surtout sa composition chimique. Les granulats utilisés doivent avoir une forte adhésivité sur le liant pour minimiser le problème de désenrobage et ayant une résistance mécaniques adéquate aux applications attendues pour assurer la durée de vie de chaussées.

Ce présent travail a pour objet de valoriser le produit brut de Tsimiroro dans la formulation des enrobés denses à chaud à usage routier mélangé avec des caoutchoucs pneumatiques finement broyés. L'étude est similaire à celle de bitumes modifiés par des polymères pour obtenir de performances mécaniques et thermiques compatibles aux conditions d'applications et climatiques dans la mise en œuvre de l'enrobé. Le choix de caoutchouc pneumatique comme ajout est un objet écologique. Le recyclage des déchets pneumatiques est encore limité dans le domaine de rechapage pneumatique et la fabrication de produits artisanaux sans tenir compte les impacts nuisibles pour l'environnement par la carbonisation de ces polymères non dégradables. Le choix est aussi technique et chimique ; grâce à leurs propriétés élastique, thermique et leurs structures chimiques très particulières, ils sont les plus utilisés et influencent la rhéologie des bitumes et aussi de l'huile lourde. Les études porteront sur la détermination des caractéristiques mécaniques normalisées d'enrobé de l'huile lourde mélangé avec élastomère comme l'essai Marshall et Duriez et l'identification de caractéristiques rhéologiques de la consistance de l'huile lourde mélangé comme sa pénétrabilité, sa viscosité, sa densité etc.

Ce mémoire intitulé « CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'AMELIORATION DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DE L'HUILE LOURDE DE TSMIRORO DANS LA FABRICATION DU BETON BITUMINEUX SEMI GRENU » se divise en quatre chapitres :

Le premier chapitre concerne la synthèse bibliographique sur les huiles lourdes et extra lourdes avec leurs classes, leurs différents modes de production, leurs compositions chimiques ; puis les liants hydrocarbonés avec leurs types, leurs procédés de fabrication, leurs structures chimique, leurs spécifications normalisés et ensuite les enrobés bitumineux avec leurs types et la formulation.

Le second chapitre est consacré à la description des matériels utilisés dans la réalisation de l'étude et les diverses méthodes normalisées pour la spéciation de l'huile lourde améliorée avec l'ajout d'élastomère comme la pénétration Dow, le point de ramollissement (TBA), la ductilité et la densité ; les méthodes de caractéristiques des granulats à savoir l'essai LOS ANGELES (LA), MICRODEVAL (MDE) et les essais mécaniques de caractérisations des enrobés à savoir l'essai de stabilisation MARSHALL pour déterminer la compacité des éprouvettes, l'essai DURIEZ pour déterminer la tenue à l'eau des éprouvettes pendant 7 jours d'immersion.

Le troisième chapitre concerne la présentation des résultats obtenus par les différents essais de caractérisations réalisés, leurs interprétations et leurs discussions.

Le dernier chapitre concerne les protocoles opératoires utilisés pour la détermination des différents paramètres étudiés dans le présent travail.

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1.- LES HUILES LOURDES ET EXTRA-LOURDES

I.1.1.- DEFINITION

Les pétroles non-conventionnels sont des pétroles produits ou extraits en utilisant des techniques autres que la méthode traditionnelle des puits pétroliers, ou impliquant un coût et une technologie supplémentaires en raison des conditions d'exploitation plus difficiles. [1]

Les bruts pétroliers sont classés suivant leur degré API (American Petroleum Institute) qui définit leur densité par rapport à l'eau :

- Les pétroles lourds sont des pétroles dont la densité se situe entre 10 et 20 ° API
- Les pétroles extra-lourds et les bitumes sont des pétroles de densité inférieure à celle de l'eau soit moins de 10 ° API. [2]

I.1.2.- ORIGINES GEOLOGIQUES

Généralement, ils proviennent d'une roche-mère peu profonde ayant eu une température inférieure à 80 °C. Le pétrole lourd est un hydrocarbure naturellement biodégradé. La biodégradation est la cause principale de la formation des réservoirs de pétrole lourd. A l'échelle des temps géologiques, des micro-organismes ont dégradé les hydrocarbures produisant ainsi du méthane et des hydrocarbures lourds. La biodégradation a pour effet de créer une oxydation du pétrole, de décroître le ratio huile/gaz, d'augmenter la densité, l'acidité, la viscosité, la présence de soufre et d'autres particules métalliques.

Les conditions optimales pour que la dégradation microbienne des hydrocarbures se produise, sont réunies quand la température du réservoir est inférieure à 80 °C. Ceci s'applique sur des réservoirs « jeunes » formés lors des étages géologiques de l'Oligocène et du Miocène (34 à 7 millions d'années). Ces réservoirs sont peu profonds de l'ordre de 1000m à 2000 m.

La roche de couverture de ces réservoirs offre une certaine porosité.[1]

I.1.3.- METHODES D'EXPLOITATION DES HUILES LOURDES

Les procédés pour l'extraction des huiles lourdes sont de plusieurs types :

➤ **La méthode à ciel ouvert :**

Cette méthode présente l'avantage d'être simple et peu coûteuse dans le cas où les réservoirs sont peu profonds, ce qui est le cas au Canada où les réserves d'huiles lourdes sont situées entre la surface et 800 m de profondeur. Un mélange de pétrole et de sable est recueilli immédiatement sous la surface au moyen de camions et de pelles mécaniques. De l'eau tiède est alors ajoutée dans ce mélange afin de séparer le pétrole du sable. A titre

d'exemple la mine de Mustag au nord de l'Alberta a produit 1,6 milliards de barils de bitume.[3]

➤ **La méthode thermique :**

Cette méthode consiste à injecter de la vapeur dans le réservoir. On distingue :

1.- Cyclic Steam Stimulation (CSS) ou technique Huff &Puff : Injection de vapeur par étapes. Premièrement, la vapeur est injectée dans le puits (gauche). Ensuite, la vapeur et l'eau condensée chauffent l'huile visqueuse (centre). Finalement, l'huile chauffée et l'eau résiduelle sont pompées à la surface (droite). Le cycle est ensuite répété.

2.- Steam-Assisted Gravity Drainage (SAGD): Une paire de puits horizontaux et parallèles sont forés, l'un au-dessus de l'autre. La vapeur est injectée au travers du puits supérieur afin de chauffer l'huile lourde, réduisant ainsi sa viscosité. Par gravité, l'huile circule jusqu'au puits inférieur et remonte à la surface. Sur les sites d'exploitation, les paires de puits sont forées parallèlement avec un espacement de 100 à 200 m.[1]

➤ **Production à froid des huiles lourdes :**

Devant le coût élevé des méthodes de récupération thermique des huiles lourdes, certains opérateurs ont essayé de produire ces huiles par simple dépressurisation du réservoir comme dans le cas des huiles conventionnelles. Les débits de production et les taux de récupération se sont révélés nettement supérieurs à ceux qui étaient escomptés. Cet important gain de productivité peut être expliqué par l'effet conjoint de:

- la formation d'huile moussante (foam oil, mélange dans une pseudo-phase simple d'huiles lourdes contenant une grande fraction de bulles de gaz dispersées);
- phénomènes géo-mécaniques (liquéfaction du sable, création de zones de forte perméabilité).[3]

I.1.4.- CLASSIFICATION DES HUILES LOURDES

Généralement, les bruts lourds se classent en fonction de leurs densités respectives et de leurs viscosités dynamiques à la température standard.

Pour distinguer les différentes huiles et développer les techniques les mieux adaptées à leur mise en production ; depuis 2004, TOTAL a conçu une classification fondée sur la viscosité, et la densité API. La viscosité des bruts lourds (classe A) est comprise entre 10 et 100 centipoises (cP) et celle des bruts extra-lourds (classe B) varie entre 100 et 10 000 cP.

Ces deux catégories, d'une densité comprise entre 25 et 7 °API, recouvrent les huiles mobiles récupérables par production froide. Au-delà de 10 000 cP, c'est la classe C, qui regroupe les bitumes d'un degré API inférieur à 7, figés dans les conditions du réservoir, et dont la production requiert l'utilisation de méthodes thermiques, telles l'injection de vapeur,

ou de techniques minières. Restent, dans la classe D, les schistes bitumineux, apparentés aux roches mères, susceptibles d'être exploités par voie minière ou in situ (par des puits).[4]

Le tableau 1 résume ces différentes classes.

Tableau 1: Classification des huiles lourdes [5]

Catégories	Recommandations TOTAL
Huile légère	Viscosité <10 cP
Classe A Huile lourde (HO)	Densité < 25° API 10 cP < Viscosité < 100 cP
Classe B Huile extra-lourde (XHO)	Densité < 20° API 100 cP < Viscosité < 10 000 cP
Classe C Bitumes	7° API < Densité < 12° API Viscosité > 10 000 cP

I.1.5.- COMPOSITIONS CHIMIQUES

Comme tous les produits pétroliers les huiles lourdes sont des mélanges très complexes des familles hydrocarbonées ; ainsi leurs identifications détaillées et complètes sont difficiles voire impossibles à effectuer. Leurs compositions sont définies par la proportion de chaque famille dans le mélange.

Les grandes familles existant dans les huiles lourdes sont:

- LES MALTENES formés des
 - SATURÉS
 - NAPHTENIQUES
 - AROMATIQUES
 - RESINES qui constituent une des fractions polaires
- LES ASPHALTENES : ce sont les molécules de poids moléculaire plus élevé et plus polaires elles sont plus riches en métaux, soufre, etc.[6]

Les familles hydrocarbonées existant dans les bruts lourds leur confèrent des propriétés colloïdales.

- Les **maltènes** font partie des familles constituant les bruts pétroliers lourds qui sont responsables de la plasticité et de la ductilité des produits lourds. Ils forment une phase continue dans laquelle se dispersent les microparticules d'asphaltènes. Ils sont solubles dans les solvants hydrocarbonés légers comme les n-pentane et n-heptane en général.
 - ✓ Les "**saturés**" forment l'ensemble des alcanes: n-paraffines, iso-paraffines et cycloparaffines également appelées naphènes. Cette fraction est incolore ou légèrement jaunâtre et sa consistance varie de l'état liquide à

l'état pâteux suivant l'origine des huiles et le taux de paraffines linéaires cristallisables. Leur masse moléculaire varie de 300 à 600 g/mol. [7]

- ✓ les "**aromatiques**" constituent l'ensemble des molécules comportant au moins un noyau aromatique, essentiellement constituées d'hydrocarbures naphthéno-aromatiques. La masse moléculaire des aromatiques s'échelonnent de 600 à 1000 g/mol [7]. Ils ont une couleur rouge brun. La teneur en soufre peut atteindre 2 à 30%.
- ✓ Les **résines** dont la consistance rappelle celle du vernis, contiennent plusieurs cycles aromatiques condensés par molécule. Les résines sont des éléments de transition entre les huiles et les asphaltènes [7]. Les teneurs en azote et en oxygène peuvent atteindre jusqu'à 1%; tandis que celle du soufre peut varier entre 3 et 8 %. [7] Ils sont solubles dans des alcanes légers comme le pentane et l'heptane, mais insolubles dans le propane.[6]
- Les **asphaltènes** sont des solides noirs, durs et friables, de point de ramollissement supérieur à 150°C et insolubles dans les solvants légers mais solubles parfois dans le toluène et le benzène. Ils précipitent en présence de n-pentane, n-hexane et le n-heptane. Ils ont un caractère amphiphile, c'est-à-dire qu'ils s'adsorbent de manière importante aux interfaces eau-air et eau-huile. Ils sont essentiellement aromatiques et plus polaires, car ils sont plus riches en soufre, azote et oxygène[7]. Composés des mêmes éléments que les résines mais avec un caractère aromatique plus marqué [8], les agrégats d'asphaltènes sont parfois considérés comme le produit de maturation des résines. La concentration en hétéroatomes est élevée (N : 0,5-0,7%, O : 1,5-5 %, S : 1,6-10 %).

Les huiles lourdes sont des solutions colloïdales, particulièrement des colloïdes micellaires et insolubles dans l'eau.

I.II.- LES LIANTS HYBROCARBONÉS POUR USAGE ROUTIER

I.II.1.- LES BITUMES

I.II.1.1.- Définition

Les bitumes sont des produits hydrocarbonés issus des huiles de roches, de couleur noire, visqueux et presque solides à la température ambiante. Ce sont des mélanges complexes d'hydrocarbures de poids moléculaires élevés constitués majoritairement de carbone, d'hydrogène et de quelques hétéroatomes en faible proportion tels que le soufre, l'oxygène, l'azote et en moindre quantité, de métaux lourds. Ayant des propriétés adhésives et imperméables à l'eau, ils s'utilisent dans divers domaines comme les chaussées, les étanchéités et surtout les constructions routières.

I.II.1.2.- Origine

Généralement, les bitumes sont des extraits lourds de bruts pétroliers, obtenus par la distillation fractionnée directe de ce dernier dans les industries de raffinerie pétrolière. Ils proviennent aussi de l'évaporation naturelle directe de brut au niveau de la roche réservoir à la surface terrestre que l'on appelle bitume naturel, comme ceux de Trinidad. Certaines roches, telles que les calcaires asphaltites sont des roches poreuses imprégnées d'une certaine quantité de bitume naturel. La plupart de ces calcaires asphaltites contiennent moins de 10% en poids de bitume [9].

I.II.1.3.- Procédés de fabrication

Les bitumes étant largement utilisés dans de nombreux domaines, de nombreuses études et recherches étaient menées pour améliorer et optimiser leurs productions.

Voici quelques procédés de production des bitumes fréquemment utilisés:

Distillation

C'est un procédé physique de séparation des constituants du pétrole basé sur la différence de leur point d'ébullition. Les produits volatils sont recueillis sous forme vapeur, puis condensés. Les produits lourds constituant le résidu, sont soutirés du fond de la colonne de distillation. La méthode la plus simple consiste à distiller sous pression atmosphérique, mais, en fonction de la base à traiter, ceci peut nécessiter de hautes températures pouvant occasionner de dégradations des produits par surchauffe.

La distillation à pression atmosphérique n'est utilisée que pour retirer les produits légers (essence, kérosène, gasoil).

Pour éviter la dégradation du résidu par surchauffe on a recours à la distillation sous vide. Cette opération est nécessaire pour obtenir des produits lourds sans être amené à chauffer démesurément, ce qui pourrait dégrader les produits par craquage. A cet effet on ne dépasse pas 400 °C à la sortie du four. Le vide est généralement assuré par un système d'injecteurs.

Pour obtenir des bitumes, on commence par distiller sous pression atmosphérique le brut choisi. Le fond de la colonne est alors envoyé à la distillation sous vide, laquelle est menée jusqu'à obtention des pénétrations désirées. Plus on distille, plus le bitume obtenu est dur et plus sa pénétrabilité est faible [7].

Extraction

Une quantité importante de bitume provient du procédé de désasphaltage de l'huile lubrifiante. Ce procédé a recours à un solvant pour extraire les asphaltènes des huiles de base. Le résidu de la distillation sous vide > 500°C, subit un désasphaltage en vue d'obtenir une huile lubrifiante résiduelle (bright stock) et des asphaltènes (constituants de bitumes). Les solvants utilisés dans ce procédé sont non polaires et possèdent un poids moléculaire bas, comme le propane et le butane. Au cours de ces opérations qui s'effectuent à des

températures modérées, il n'y a pas de formation d'asphaltènes; de plus la sélectivité du solvant est telle que le bitume contient beaucoup d'aromatiques à haut poids moléculaire. Ceci peut conduire à augmenter la susceptibilité à la température. [7]

Craquage

Quand on soumet les hydrocarbures à de hautes températures, certaines grosses molécules craquent pour former des molécules plus petites, tandis que les plus stables résistent au traitement. Si on traite des fonds de colonne sous vide à des températures comprises entre 450 et 500°C et à des pressions allant de 2 à 25 bars, on obtient comme produit lourd un résidu de conversion qui après distillation sous vide donne des bitumes très durs. Ces derniers sont essentiellement utilisés pour l'agglomération des fines de houille pour la fabrication des briquettes de charbon pour foyers domestiques. [7]

Soufflage

Cette opération consiste à injecter de l'air dans une base bitumineuse portée à des températures comprises entre 250 et 300 °C. L'oxygène de l'air consommé au cours de cette opération s'introduit sous forme de vapeur d'eau, et est relativement peu fixé dans le bitume. Il sert essentiellement, par arrachement d'hydrogène aux molécules, à les polymériser. Le résultat est un durcissement accompagné d'une diminution de la susceptibilité à la température.[7]

Il existe deux types de soufflage :

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

I.II.1.4.- Composition et structure chimique

Comme tous les dérivés lourds des bruts, les bitumes sont formés par de mélange de familles de composés chimiques très complexes dont les compositions sont quasiment impossibles à déterminer et identifier. Ils contiennent en moyenne 80 à 85% de carbone, 10 à 15% d'hydrogène, 2 à 3% d'oxygène et en moindres quantités, du soufre, et de l'azote, ainsi que divers métaux (Fer, Vanadium, Nickel, Aluminium, Silicium) à l'état de traces [10].

Ils sont aussi constitués par les maltènes et les Asphaltènes.

Rappelons que les maltènes regroupent trois familles des composés hydrocarbonés : les saturés ; les aromatiques et les résines. Ces dernières sont des éléments de transition entre les huiles et les asphaltènes [7].

Les Asphaltènes ne diffèrent des "résines" que par leur insolubilité dans un hydrocarbure donné. Ils sont plus riches en soufre, azote et oxygène. Leur masse moléculaire constitue 10 à 30% du mélange [11] mais dépend de la nature et de l'origine du bitume et

aussi, de la méthode de séparation des asphaltènes[7].Ce sont des molécules de poids moléculaires élevés. L'édification de leur structure chimique peut être comparée à la formation de polymères, avec des degrés de polymérisation moyens en nombre inférieur à 10 [12].En effet, les auteurs s'entendent pour dire que les asphaltènes sont constitués de l'association ou même de l'addition de divers éléments structuraux qui peuvent être différenciés par leur squelette carboné. La multitude de combinaisons envisageables entre ces éléments explique la grande complexité des molécules obtenues. Des études comparatives entre asphaltènes et résines ont permis de montrer que le rapport des masses moléculaires entre ces deux familles pourrait aller de 4 à 7 [13].

I.II.1.5.- Propriétés rhéologiques

Du fait de leurs compositions très complexes, les bitumes constituent des colloïdes micellaires et possèdent des propriétés très particulières qui influencent leurs comportements rhéologiques. Chaque famille intervient à ces propriétés pour leur conférer la structure colloïdale. Le bitume est alors décrit comme un système dans lequel les micelles et les agglomérats d'asphaltènes peptisent dans la phase des maltènes. En effet, les résines viennent s'adsorber sur les asphaltènes et permettent leur dispersion dans le mélange : aromatiques-saturés [14]. Selon Yen [15],les molécules d'asphaltènes se regroupent pour former des micelles ou des entités encore plus grandes: les agglomérats (paquets de micelles).

Les maltènes forment essentiellement la partie huileuse de bitumes sorte de phase continue dans laquelle sont dispersés les asphaltènes. Ils sont insolubles dans l'eau et pratiquement insensibles face aux agents chimiques.

- La famille des saturés qui fait partie des maltènes est presque soluble dans tous les solvants organiques et a un rôle flocculant. [14]
- Les aromatiques jouent le rôle de solvant dans la solution colloïdale. [14]
- Les résines ont un rôle essentiel vis-à-vis la stabilité colloïdale du bitume. Elles ont un rôle tensioactif qui permet de stabiliser la dispersion d'asphaltènes dans la matrice maltènes. [16]

Les asphaltènes jouent un rôle important et fondamental dans la détermination des propriétés mécaniques et rhéologiques des bitumes : leur quantité et leur nature ont une influence importante sur les propriétés thermiques (telles que la susceptibilité thermique) ou le phénomène de transition Sol-Gel des bitumes [17].

Trois types fondamentaux de structure d'un bitume, en fonction de leur teneur relative en divers composants, ont été définis par Kolbanovskaja : Gel, Sol, Sol-Gel [18]. Ces trois types de structure, en fonction de la composition et indépendamment de l'origine et des procédés de fabrication des bitumes sont représentés dans le tableau 2.

Tableau 2: Classification structurale des bitumes en fonction de leur composition d'après Kolbanovskaja[7].

Type de bitume	Asphaltènes %	Résines %	Huiles%
I:GEL	>25	24	50
II:SOL	< 18	36	48
III:SOL-GEL	21 à 23	30 à 34	45 à 49

Suivant le caractère : Sol ou Gel, les propriétés des bitumes diffèrent. C'est ainsi que les bitumes sols présentent une excellente résistance aux sollicitations rapides, en contrepartie ils seront plus sensibles que les bitumes gels aux sollicitations lentes ainsi qu'aux variations de températures ; entre ces deux comportements extrêmes, il existe toutes les variations intermédiaires, les propriétés évoluant régulièrement entre un type Sol et un type Gel. En majorité les bitumes appartiennent à la catégorie Sol-Gel. D'autres essais de classification des bitumes ont été entrepris, notamment par Dron, Bestougeff et Voïnovitch[19], qui ont pris en compte les températures de transition entre les états "Sol", les états "Gel" et les états "Sol-Gel". Ces auteurs ont dressé un diagramme Enthalpie - Température (Figure 1).

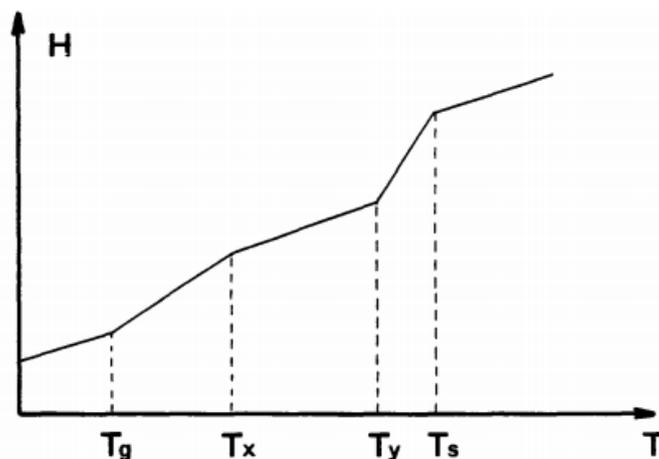


Figure 1: Variation de l'enthalpie en fonction de la température selon les états structuraux. Sol, Sol-gel et gel.

- $T < T_G$ le bitume est à l'état vitreux
- $T > T_S$ le bitume est à l'état sol
- $T_G < T < T_S$ le système est biphasique : une partie est à l'état liquide, l'autre à l'état solide
- $T_x < T < T_y$ le bitume est à l'état gel
- $T_G < T < T_x$ le système est dans un état solide-gel
- $T_y < T < T_S$ le système est dans un état gel-sol.

Les températures de transition dépendent de la composition des bitumes, cette approche conduit au tracé d'un diagramme de phase composition - température (Figure 2) [19] où le bitume est considéré comme un mélange binaire de maltènes et d'asphaltènes. Avant de passer aux spécifications des bitumes, signalons que le caractère colloïdal des bitumes peut être modifié par une action extérieure, en particulier le soufflage sous l'action duquel la structure passe d'un type Sol à un type Gel.

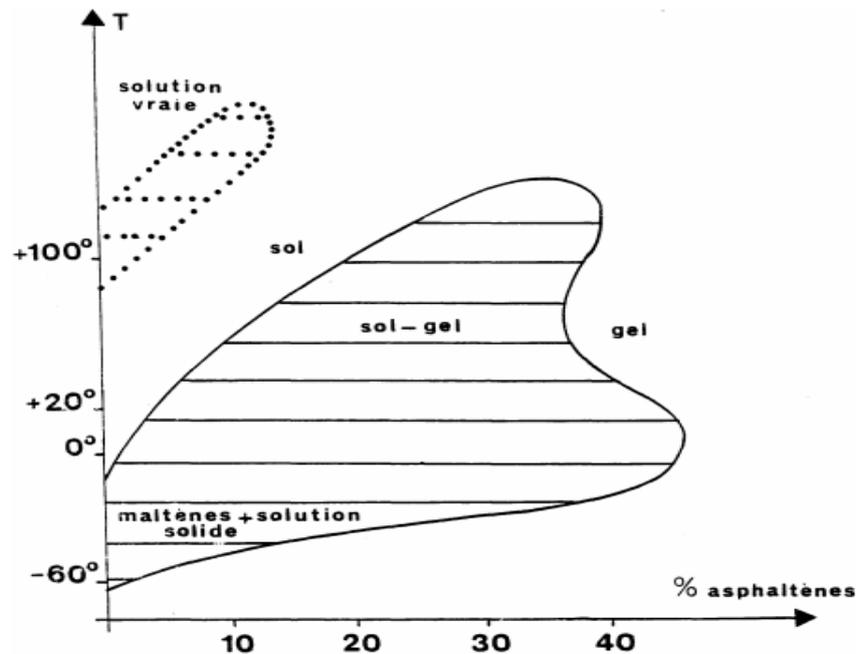


Figure 2: Diagramme COMPOSITION-TEMPERATURE montrant les différents états structuraux selon les valeurs de la température en fonction du pourcentage en asphaltènes dans le bitume.

Selon le caractère « sol » ou « gel » les propriétés diffèrent : les bitumes sols présentent une excellente résistance aux sollicitations rapides, mais ils sont plus sensibles que les bitumes gels aux sollicitations lentes, ainsi qu'aux variations de température [20].

Les bitumes sont de milieu colloïdal complexe dans lequel se crée un équilibre: molécules ↔ micelles ↔ agglomérats.

Cet équilibre est caractérisé par un indice d'instabilité colloïdal (IC) selon Gaestel[21]:

$$I_C = \frac{[\text{Asphaltènes}] + [\text{Saturés}]}{[\text{Résines}] + [\text{Aromatiques}]}$$

Plus la valeur de l'indice d'instabilité colloïdal est élevée, moins les asphaltènes sont peptisés dans la phase malténique. Les résines s'adsorbent sur les asphaltènes et permettent leur dispersion dans le mélange "aromatiques + saturés".

I.II.1.6.- Classification spécifique des bitumes

Les bitumes produits par les raffineries sont classés en différentes catégories d'après leur pénétration : dans un échantillon de bitume, la pénétration, exprimée en dixièmes de millimètres, correspond à l'enfoncement d'une aiguille calibrée, soumise à une charge de 100 grammes pendant 5 secondes à la température de 25°C. Chaque bitume est alors défini par les valeurs extrêmes de la pénétration. Pour les bitumes routiers, on distingue les catégories suivantes : **180/120,80/100,60/70,40/50** et **20/30**. [7]

Il n'y a pas un seul, mais des bitumes. Leurs compositions représentent les bruts d'où ils ont issus et aussi des différentes méthodes avec lesquelles ils sont fabriqués.

I.II.2.- LES LIANTS BITUMINEUX

I.II.2.1.- Définition

Les liants bitumineux sont des mélanges complexes des bitumes naturels ou des bitumes issus de la distillation fractionnée de brut pétrolier dans les raffineries de pétrole dans des conditions bien définies ; modifiés ou non par l'ajout des autres substances organiques ou minérales afin de leur donner certaines propriétés correspondant aux demandes des utilisateurs. Ils sont inertes face aux produits chimiques et insolubles dans l'eau.

I.II.2.2.- Différents types de liants bitumineux

Les liants bitumineux ont une gamme de variété selon les exigences de l'utilisation. On distingue :

- **Les bitumes fluidifiés** ou CUT BACK : ce sont des bitumes mélangés avec un diluant pétrolier en vue d'abaisser leur viscosité. On en distingue 3 types selon la fluidité et la vitesse de prise :
 - Bitume à séchage lent **SC** (slow curring): il est composé d'un ciment bitumineux et d'huiles de volatilité lente.
 - Bitume à séchage moyen **MC** (medium curring) : il est formé d'un ciment bitumineux et d'un diluant de volatilité moyenne comme le kérosène.
 - Bitume à séchage rapide **RC** (rapidcuring) : Il est constitué d'un ciment bitumineux et d'un diluant de haute volatilité comme l'huile de naphte ou la gazoline.

- **Les bitumes fluxés** : ce sont des bitumes ramollis par l'addition d'huile de fluxage de faible volatilité (en général, mélange d'huile d'origine pétrolière ou d'huile végétale : colza).

- **Les bitumes oxydés ou bitumes soufrés** : des bitumes dont les propriétés rhéologiques ont été modifiées par réaction avec l'air, à des températures élevées.

- **Les bitumes composés** : bitumes-goudrons, bitumes-bras dans lequel le bitume représente plus de 50 % (actuellement ne sont plus utilisés même en revêtement anti-kérosène résistant aux carburants).
- **Les émulsions de bitumes** : dispersion de bitume dans l'eau à l'aide de produits émulsifiants ou tensio-actifs (amines grasses). Elles contiennent 65 à 69 % de bitumes et peuvent être acides (ajout d'acide chlorhydrique, acide acétique...) ou basiques (amines...). Il existe deux catégories : les émulsions anioniques et les émulsions cationiques.

I.II.2.3.- Les bitumes modifiés par l'ajout des polymères

De nos jours, l'utilisation des bitumes modifiés par l'ajout des polymères est très largement répandue dans les travaux routiers. La modification apporte aux liants hydrocarbonés des excellentes réponses aux demandes de diverses applications comme les enduits superficiels pour chaussées très sollicitées, d'enrobés dits "spéciaux", de joints de chaussées en béton hydraulique ou encore de chapes d'étanchéité. L'ajout des polymères confère des qualités rhéologiques capables de résoudre les problèmes rencontrés sur la mise en œuvre des bitumes comme le vieillissement, la susceptibilité thermique due à la variation climatique et d'autres facteurs rhéologiques.

I.II.2.3.1.- Intérêt de la modification

L'objectif de la modification des bitumes est donc le développement d'un bitume « idéal ». Les bitumes devraient avoir une faible susceptibilité thermique sur toute la plage des températures de service et aux temps de charge, mais une susceptibilité thermique très forte aux températures de mise en œuvre. Sa résistance à l'orniérage, à la rupture et à la fatigue, devrait être forte. Parallèlement, il faudrait au moins maintenir les bonnes propriétés d'adhésivité et de cohésion (active et passive) des liants traditionnels. Enfin, la résistance au vieillissement devrait être forte, aussi bien à la mise en œuvre que sur la route. De telles modifications des propriétés du liant devraient conduire à une modification des propriétés des enrobés dans le sens d'une diminution de la déformation plastique aux températures élevées, d'une meilleure tenue à froid et d'une meilleure tenue en service sous charges lourdes et chargements répétés.

I.II.2.3.2.- Les polymères utilisés fréquemment comme ajout

Les polymères ajoutés aux bitumes sont principalement:

- les thermoplastiques: toutes les polyoléfines du type polyéthylène, polypropylène et leurs copolymères;
- les élastomères thermoplastiques: polybutadiène;
- les copolymères élastomères thermoplastiques: styrène-butadiène-rubber (SBR), styrène-butadiène-styrène (SBS), ou éthylène-acétate de vinyle (EVA).

Les plus rencontrés sont les élastomères thermoplastiques et les copolymères élastomères thermoplastiques.

I.II.3.- LES GOUDRONS

I.II.3.1.- Origine

Les goudrons proviennent de la pyrogénéation à l'abri de l'air de matières d'origine végétale, telles que le lignite, la tourbe, le bois. Le «goudron de bois» est extrait des résineux. Le plus souvent, les goudrons proviennent de la houille et sont désignés comme «goudrons de houille».

Les goudrons d'origine végétale présentent une constitution chimique assez différente de celle des bitumes d'origine animale. [22]

I.II.3.2.- Définition

On appelle goudron, un liant hydrocarboné de couleur marron à noir dérivé de la distillation de la matière organique comme la houille, la tourbe et les résines. Ils sont imperméables et ont une qualité adhésive remarquable.

I.II.3.3.- Méthodes d'obtention

Les goudrons étaient les liants les plus utilisés avant les bitumes dans les travaux routiers et les étanchéités. Leur obtention se fait par la distillation à haute température de matières organiques provenant de la houille, la tourbe etc.

D'autres provenances du goudron sont plus hétéroclites:

- Produit de fabrication à partir du recyclage de la «poudrette», sous-produit du rechapage ou obtenue par broyage du pneu entier;
- Résidu de polymérisation dû au craquage des huiles usées à haute température. [22]

I.II.3.4.- Compositions chimiques [23]

Les goudrons sont constitués majoritairement par des carbones mais ils ont des structures et des compositions différentes à celles des bitumes. On peut y trouver en moyenne :

- 82 à 85 % de carbone combiné
- 12 à 15 % d'hydrogène
- 2 à 3 % d'oxygène
- du soufre et de l'azote en proportion plus faible.

Les hydrocarbures contenus dans le goudron sont des carbures cycliques non saturés, qui sont dérivés pour la plupart de la série benzénique ou aromatique qui est le plus dominant.

Les hydrocarbures cycliques de la série benzénique sont susceptibles de donner des produits d'addition soluble dans l'eau par traitement au moyen de l'acide sulfurique bouillant

(sulfonation) ; c'est qui permet de distinguer les goudrons des bitumes lors qu'ils sont mélangés.

I.II.3.5.- Propriétés rhéologiques [23]

Les goudrons sont aussi de mélanges très complexes dont l'identification des composants rend une tâche difficile. Mais ils ont des propriétés colloïdales complexes comme les bitumes.

Ainsi les goudrons sont formés de particules de grosseurs variées dénommées micelles, et dispersées dans un liquide huileux.

La micelle est réalisée par un noyau concentré très riche en carbone et par des corps adsorbés constituant des éléments protecteurs de la micelle, en surface extérieure.

La concentration en éléments micellaires est un autre facteur agissant sur la structure des goudrons. Les goudrons sont à la fois une suspension de particules noires très fines et une microémulsion dans les huiles, de particules résineuses ou micelles.

Les particules micellaires appelées aussi carbone libre sont insolubles dans tous les solvants connus. Elles favorisent l'agglomération et l'adhérence.

Dans le goudron, le liquide huileux inter-granulaire a une tension superficielle assez élevée de l'ordre de 35 à 40 dynes par centimètre.

I.III.- LES ENROBES BITUMINEUX

I.III.1.- DEFINITION

On appelle enrobé bitumineux tout mélange de 93 à 96 % de granulats, des fillers et de 4 à 7% des liants hydrocarbonés appliqués en une ou plusieurs couches, pour constituer le revêtement des chaussées, des trottoirs, des zones de stationnement, etc. Le terme inclut les mélanges dont le liant n'est pas forcément un bitume (goudron, liant à base de bitume fluidifié, ou modifié). L'obtention d'un enrobé adéquat fait appel à des propriétés physico-chimiques et mécaniques bien spécifiques au liant et aux granulats, en relation avec la température, l'humidité, etc.

I.III.2.- LES GRANULATS

Les granulats qu'on utilise, pour former les enrobés, proviennent des roches soient magmatiques, sédimentaires, ou métamorphiques. Leur choix est fonction des propriétés correspondant à l'application prévue. Les granulats sont donc un ensemble de grains minéraux naturels ou artificiels de dimension compris entre 0 et 80mm.

Il existe deux types de granulats :

- **Granulats roulés:** issus de matériaux marins et alluvionnaires, faces arrondies, forme sphérique ils sont destinés essentiellement au béton (BPE, produits bétons)
- **Granulats concassés:** issus de matériaux de roche massive ou issus de matériaux marins et alluvionnaires après concassage de faces cassées et de forme cubique, ils servent comme matériaux des routes.

I.III.3- LES ENROBES A CHAUD

Les enrobés à chaud sont obtenus par le chauffage des granulats et du liant à une température proche de 160 °C ou plus. A cette température les bitumes sont presque fluides pour avoir un meilleur enrobage. Pour ce procédé il se peut que certains composés volatils puissent s'évaporer et cela augmente la teneur en asphaltènes du liant, ce qui améliore les caractéristiques rhéologiques.

I.III.4.- LES ENROBES A FROID

Pour les enrobés à froid, le liant se présentant sous forme d'émulsion, est suffisamment fluide pour permettre un enrobage des granulats sans les chauffer. Les émulsions directes cationiques utilisées en technique routière, sont généralement stabilisées par des tensioactifs à base de sels d'ammonium quaternaire : $R-NH_3^+$, Cl^- , où R est un dérivé d'une chaîne grasse hydrocarbonée. Le caractère amphiphile du tensioactif est exalté par sa dissolution dans une phase aqueuse acide. Lors de l'émulsification du bitume dans une phase aqueuse, la tête apolaire R du tensioactif s'adsorbe sur les globules de bitume, conférant ainsi à la surface du globule une charge positive. La répulsion électrostatique créée entre globules, stabilise alors l'émulsion.[24]

I.III.5.- FORMULATION

Une formulation est la recherche de la composition la plus performante vis-à-vis des conditions exigées par la mise en œuvre et lors de l'exploitation (malaxage, tenue en fatigue, durabilité, coût,...).

On distingue les méthodes de formulation dites « **traditionnelles** », de méthodes basées sur des essais mécaniques qualifiés de « **modernes** » et enfin des méthodes **analytiques**. [16]

L'étude de formulation est le travail le plus délicat et important lors de l'étude des enrobés du fait que la résistance mécanique et la durée de vie des routes en dépendent. L'objet de l'étude de formulation est de définir les dosages des divers constituants capables d'atteindre et d'assurer, au cours de la vie de la chaussée, le maintien à un niveau satisfaisant des performances. L'étude de formulation de ces matériaux consiste en une série de compromis, puisque le comportement de l'enrobé oscille entre la sensibilité aux déformations permanentes et à la fissuration par fatigue ou au désenrobage par arrachement des granulats.

Ceci explique la complexité de la formulation d'un enrobé, et le nombre important de type d'enrobés existant. Ainsi à titre d'exemple, nous pouvons citer les Béton Bitumineux Semi Grenu (BBSG), les Grave Emulsions (GE), les Enrobés à Module Elevé (EME), chacun devant satisfaire à des caractéristiques mécaniques définies par des normes.

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

II.1.- L’HUILE LOURDE DE TSIMIRORO

Dans ce présent travail, l’huile lourde de Tsimiroro est le produit de base principalement utilisée afin de la valoriser dans le domaine de travaux routiers étant donné qu’elle est classée comme pétrole non conventionnel.

L’huile lourde provenant de Tsimiroro a été découverte il y a environ 100 ans, mais son exploitation est un peu tardive à cause de nombreux facteurs politiques, économiques et technologiques. Actuellement, Madagascar Oil prend en charge la production de l’huile par la méthode d’injection cyclique de vapeur CSS. On estime que le champ pétrolier terrestre constitué d’huiles lourdes à faible teneur en soufre est situé à une petite profondeur de 100m à 200m et devrait constituer des ressources à 3 milliards de barils avec une possibilité de pétrole léger et de gaz naturel.

II.1.1. –Densité à 25°C et degré API

La densité est le rapport du poids d'un certain volume d'échantillon à une température t au poids du même volume d'eau à une température standard. Le choix de l'état standard de 4° C permet l'identification des chiffres qui mesurent la densité et la masse volumique. La densité légale se mesure en France à 20 °C et a pour symbole:

$$d_4^{20} = \frac{\text{poids d'un volume de produit à } 20^\circ}{\text{poids du même volume d'eau à } 4^\circ} = \text{masse volumique}$$

Dans les pays anglo-saxons, la mesure de la specific gravity par hydromètre est prévue par des normes différentes de celle par pycnomètre. Il faut souligner l'inversion des mots specific gravity et density qui signifient respectivement densité et masse volumique.

La specific gravity est définie pour deux températures standards identiques, soit 60 °F, et a pour symbole sp. gr. ou sp.gr. 60/60 F.

$$(\text{Se rappeler que } ^\circ\text{F} = 1,8 (^\circ\text{C}) + 32 \text{ ou } ^\circ\text{C} = (^\circ\text{F} - 32)/1,8)$$

Les Américains utilisent également pour mesurer la densité, le degré A.P.I. défini par l'American Petroleum Institute comme une fonction hyperbolique de la specific gravity:

$$^\circ\text{A.P.I.} = \frac{141,5}{\text{sp.gr. } 60/60\text{F}} - 131,5 \quad [25]$$

La mesure de la densité est effectuée à 25°C dans un bain thermostatique, en utilisant de godets en laiton muni d’un verre comme couvercle de godets.

II.1.2. – Viscosité

La viscosité est une grandeur physique qui mesure la résistance interne à l'écoulement d'un fluide, résistance due au frottement des molécules qui glissent l'une contre l'autre. La viscosité dynamique ou absolue μ s'exprime en poises ou centipoises dans le système CGS; le poise correspond à une force d'une dyne qui déplace une surface plane d'un centimètre carré à la vitesse de 1 cm/s par rapport à une surface plane d'un centimètre carré, distante de 1 cm par rapport à la première:

$$\mu = \frac{\text{force} \times \text{longueur}}{\text{surface} \times \text{vitesse}}$$

$$1 \text{ Po} = \frac{\text{gramme-masse}}{\text{cm} \times \text{s}}$$

L'unité de viscosité dynamique dans le système international (SI) est le Pa.s (Pascal.seconde). La Poise de l'ancien système CGS vaut 0,1 Pa.s.

La viscosité relative à la même définition qu'une densité. C'est le rapport de la viscosité du liquide à celle de l'eau mesurée à 20° C. Or, la viscosité de l'eau à cette température est précisément de un centipoise. La viscosité relative et la viscosité absolue s'expriment donc par le même chiffre.

La viscosité cinématique ν est le rapport de la viscosité absolue à la densité mesurée à la même température. Elle s'exprime en stokes et centistokes dans le système CGS. L'unité SI de viscosité cinématique est le m²/s. Le Stokes vaut 10⁻⁴ m²/s.

$$\nu = \frac{\mu}{d}$$

L'inverse de la viscosité est la fluidité

II.1.3. –Chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie est une méthode de séparation des constituants présents dans des mélanges variés. Elle sert en analyse pour identifier et quantifier des composés au sein d'échantillons divers. Le principe de base repose sur les équilibres de concentration qui apparaissent lorsqu'un composé est mis en présence de deux phases non miscibles. En chromatographie, l'une, dite stationnaire, est emprisonnée dans une colonne ou fixée sur un support et l'autre, dite mobile, se déplace au contact de la première. Si plusieurs composés sont présents, ils se trouvent entraînés à des vitesses différentes, provoquant leur séparation. [26]

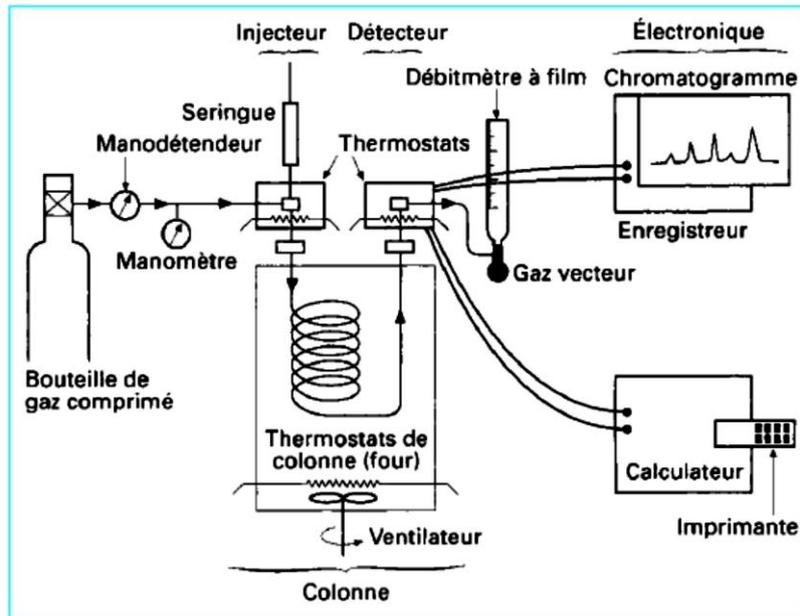


Figure 3: Représentation schématique d'un chromatographe en phase gazeuse

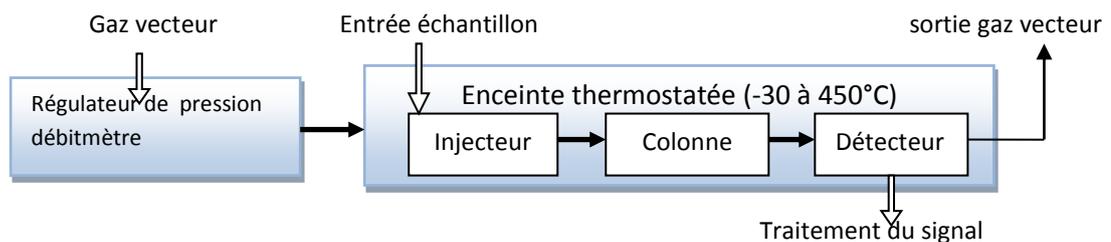


Figure 4: Principe de fonctionnement d'un chromatographe en phase gazeuse (CPG).

La méthode chromatographique en phase gazeuse est un procédé physico-chimique de séparation sur la colonne se faisant sur des constituants dans un mélange complexe liquide ou gazeux qui doit être à l'état gazeux avant d'être élué par un gaz vecteur à travers la phase stationnaire.

Avant l'injection de l'échantillon dans l'appareil, on effectue la purification de l'échantillon dissous dans l'hexane sur une colonne remplie de l'alumine et de gel de silice pour éliminer les composés soufré, azoté ou oxygéné dans l'échantillon.

II.1.4. –Amélioration des caractéristiques de l'huile lourde par chauffage

Afin d'augmenter sa viscosité, de l'huile lourde est chauffée sous la pression atmosphérique sur un four à charbon de température aux environs de 250 à 280°C pendant 57 heures. Après évaporation, la densité, la pénétrabilité à l'aiguille de l'huile sont déterminées par les méthodes normalisées.

II.1.5. –Huile lourde mélangée avec élastomère ou caoutchouc

Le caoutchouc utilisé provient de débris de pneus broyés dans la société de rechapage pneumatique SOREVA située à Ankorondrano.

L'élastomère est finement tamisé en poudre fin pour assurer l'homogénéité du mélange huile/élastomère. Le mélange a été préparé à la température de 150°C dans une étuve électrique pendant 5h.

II.2.- BITUMES

Pour spécifier les bitumes afin de répondre aux différentes demandes à leur usage ; de nombreux essais ont été normalisés et adoptés. Parmi eux, on peut citer :

II.2.1.- Pénétrabilité à l'aiguille et indice de pénétration

Cet essai est réalisé suivant la norme EN 1426.

Il consiste à déterminer la consistance des bitumes et des liants bitumineux au moyen d'une aiguille de référence pénétrant verticalement dans un échantillon de liant, suivant des conditions parfaitement définies.

La valeur obtenue traduit la dureté des bitumes : plus un bitume est dur, plus la valeur de sa pénétrabilité est faible.

Pour un bitume donné, le logarithme de sa pénétrabilité est une fonction linéaire de la température ; et la susceptibilité à la température d'un bitume (c'est à dire la variation de la consistance du bitume en fonction de la température T), peut être déterminée par l'intermédiaire de l'indice de pénétration IP introduit par Pfeiffer et Vandormaal [27, 28] :

$$A = \frac{\log P_1 - \log P_2}{T_1 - T_2} = \frac{1}{50} \times \frac{20 - I.P}{10 + I.P}$$

Avec

$$I.P = \frac{20 - 500A}{1 + 50A}$$

Où A est la **susceptibilité thermique**. La valeur de A varie entre **0,015** à **0,06**. Selon la susceptibilité à la température, l'indice de pénétrabilité IP va de **-3,0** (bitumes très susceptible) jusqu'à environ **+ 7,0** (bitumes moins susceptible). [16]

Plus IP est élevé en valeur algébrique, moins le bitume est susceptible thermiquement.

I.P est déterminé par la pente de la courbe donnant le logarithme de la pénétration du bitume en fonction de la température, dans un intervalle de température compris entre 15 ou 25 °C ; et d'autre part la température du point de ramollissement bille et anneau. [23]

II.2.2. –Température de Bille et Anneau

Déterminée suivant la norme EN 1427, la température de ramollissement bille et anneau (TBA) est la température à laquelle une bille calibrée (3,5g) traverse, sous l'effet de son poids et à vitesse de chauffe constante (5°C/mn) un anneau de métal aux dimensions normalisées rempli de bitume [29].

Le liquide de bain est de l'eau, pour les températures de ramollissement comprises entre 30 °C et 80 °C, et du glycérol, pour les points de ramollissements supérieurs à 80 °C et jusqu'à 150 °C. Le résultat est donné en arrondissant à 0,2 °C près la moyenne des deux températures enregistrées pour les températures de ramollissement inférieures ou égales à 80 °C et en arrondissant à 0,5 °C près pour les températures de ramollissement supérieures à 80 °C.[30]

Le point de ramollissement TBA des bitumes, peut être exprimé en terme de pénétration, à la fois par extrapolation linéaire de logP en fonction de T, et par mesure directe à la température TBA.[16]

$$A = \frac{\log P(T_1) - \log 800}{T_1 - TBA}$$

II.2.3. – Autres tests [30]

- **Densité** (norme EN 15326)

La densité des bitumes est mesurée au pycnomètre, généralement à 25 °C. Elle est supérieure à 1 pour tous les bitumes routiers de pénétrabilité inférieure à 220 x 0,1 mm.

- **Perte de masse au chauffage** (norme NF T 66-011)

Après avoir chauffé le bitume à 163 °C pendant 5 h dans les conditions prévues par la méthode, on mesure :

- la variation du poids de l'échantillon ;
- la chute de la pénétrabilité.

- **Point d'éclair** (norme EN ISO 2592)

Le point d'éclair d'un bitume (COC, Cleveland Open Cup) est la température minimale à laquelle il faut le porter pour que les vapeurs émises s'allument momentanément en présence d'une flamme, en opérant dans des conditions normalisées.

- **Solubilité** (norme EN 12592)

La solubilité d'un bitume est définie comme étant le pourcentage de matières solubles dans certains solvants (sulfure de carbone, trichloréthylène, tétrachlorure de carbone et tétrachloréthylène). En cas de contestation, le solvant de référence est le sulfure de carbone.

- **Ductilité** (norme EN 13589)

Cet essai consiste à mesurer la force subie par une éprouvette soumise à un allongement. Cette éprouvette de forme déterminée est étirée à une vitesse de 50 mm/min, à la température imposée par l'essai.

- **Adhésivité (NF EN 13614)**

Cet essai permet de voir la capacité de collage du liant avec les granulats.

L'essai d'adhésivité consiste à mélanger 5 g de liant avec 100 pierres de granulat dans un récipient contenant de l'eau distillée et porté à la température de 60°C pendant 16 h.

ADHESIVITE =(%) pourcentage de surface de granulat recouverte d'un film de bitume.(Si le granulat est entièrement recouvert, l'adhésivité =100. Si le bitume est séparé du granulat, l'adhésivité =0)

II.3.- LES GRANULATS

Pour la formulation des enrobés, le granulat est l'un des éléments de grande proportion pour assurer une qualité mécanique bien adéquates à l'utilisation attendue. En effet, le choix et la connaissance de leurs caractéristiques intrinsèques sont très importants du fait que la résistance et la vie des chaussées en dépendent.

Pour mieux établir une formulation des enrobés, il faut bien connaître les caractéristiques de granulats mis en œuvre à l'aide de certains essais normalisés.

II.3.1.- Granulométrie

La **granulométrie** est la détermination des dimensions des grains d'un granulat au tamis à mailles carrées.

L'analyse granulométrique est réalisée selon la norme NF EN 933- 1. C'est un essai très indispensable pour une formulation des enrobés. Elle permet de connaître la grosseur de granulat utilisé. C'est aussi à partir de la granulométrie qu'on peut envisager le comportement mécanique d'une formulation.

Principe :

Les granulats de dimension ≤ 63 mm (filler exclu) sont séparés au moyen d'une série de tamis normalisés, pour obtenir un matériau en plusieurs classes granulaires de dimensions décroissantes. Les dimensions des mailles et le nombre des tamis sont choisis en fonction de la nature de l'échantillon et de la série complémentaire. Après tamisage, on représente les résultats sur une courbe appelée **courbe granulométrique** ayant comme abscisse l'ouverture de tamis et comme ordonnée le pourcentage de refus cumulé.

Les classes granulaires **d/D** sont définies par le diamètre du plus petit élément de la classe, **d**, et celui du plus grand élément, **D**, les diamètres sont exprimés en mm. Grâce à l'analyse granulométrique on peut classer les granulats en :

- fine ou filler (éléments de dimensions $< 63 \mu\text{m}$),
- sable ($d < 1\text{mm}$, et $63 \mu\text{m} < D < 6.3 \text{mm}$),
- gravillon ($1 \text{mm} < d$ et $D < 31,5 \text{mm}$),
- caillou ($d < 20 \text{mm}$ et $D < 80 \text{mm}$),
- grave ($1 \text{mm} < d$ et $6,3\text{mm} < D < 80 \text{mm}$).

Dans ce travail, deux types de granulats ont été utilisés pour des formulations différentes.

a) les granites

Du fait de la grande disponibilité et de l'abondance de cette matière partout dans l'île, et de la forte fréquence d'utilisation dans le domaine de construction ; notre choix s'est porté sur le granite comme granulat dans les expériences d'étude de formulation d'enrobé dense chaud.

Issu de la roche magmatique, les granites sont des roches cristallines de texture grenue formées essentiellement de quartz, de feldspath alcalin et de plagioclase, avec des proportions mineures de minéraux colorés.

La composition chimique moyenne du granite est : 74,5 % de SiO_2 , 14 % de Al_2O_3 , 9,5 % de $(\text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O})$, 2 % d'oxydes (Fe, Mn, Mg, Ca).

Le granite est une roche acide et dense (densité moyenne : 2,7) [31].

b) les basaltes

C'est le deuxième type de roche utilisé lors de notre étude ; elle a été choisie grâce à sa bonne qualité d'adhésivité avec l'huile lourde et sa haute résistance au choc par rapport au granite. Le basalte est une roche magmatique volcanique issue d'une lave refroidie rapidement et caractérisée par sa composition minéralogique : plagioclases (50 %), pyroxènes (25 à 40 %), olivine (10 à 25 %), et de 2 à 3 % de magnétite. Il est très sombre et on ne distingue guère à l'œil nu que quelques cristaux isolés de pyroxènes noirs ou éventuellement d'olivine jaune. La densité est élevée par rapport à celle de granite (voisine de 3).

II.3.2.- Essai LOS ANGELES (LA)

L'essai est réalisé selon la norme NF EN 1097-2. Il consiste à déterminer la résistance à la fragmentation de granulats due au passage de l'essieu.

Cet essai a comme principe de mettre une prise d'échantillon représentatif de 5 kg de 10/14mm dans un broyeur à boulets qui va subir un cycle de broyage à sec dans un broyeur à boulets.

Son degré de fragmentation est apprécié par la proportion de l'échantillon devenue plus petite que 1,6mm.

III.3.3.- Essai MICRODEVAL en présence d'eau (MDE) (norme NF EN 1097-1)

Cet essai est complémentaire de l'essai LOS ANGELES en présence de l'eau. Il consiste à déterminer la résistance à la fragmentation et à l'attrition c'est à dire usure relative des grains qui bougent et frottent les uns par rapport aux autres amplifiée par la présence de l'eau. L'essai a le même principe que le LA mais on y ajoute de l'eau avec la prise de 5 kg de 10/14 mm et on broie l'échantillon humide dans un broyeur à boulets.

II.3.4. –Essai PSV (Polished Stone Value) (norme NF EN 1097-8)

Il détermine la résistance de la micro-rugosité au polissage. On prend un échantillon de 6/10 puis on le fait passer au déplatage sur la grille de 7,2mm. Puis 14 éprouvettes, dont deux comme référence, constituées d'une mosaïque de gravillons subissent deux cycles de polissage dont le premier dure 3 heures d'émersion de grossier+ eau et le deuxième 3 heures

d'émersion de fin + eau. Après on le fait passer à l'essai de frottement. La rugosité résiduelle des gravillons est ensuite mesurée avec un pendule de frottement.

$$PSV = S + (52,5 - C)$$

S = moyenne (4 éprouvettes) et
C = moyenne (4 éprouvettes références)[32]

Après avoir procédé aux différents essais que les granulats doivent subir et choisi le liant soit bitumineux soit végétal, on passe à la formulation des enrobés.

II.3.5. – Les dopes d'adhésivité

Ce sont des produits chimiques qui permettent de favoriser l'adhésivité entre deux matériaux. Dans le cas des enrobés bitumineux, les dopes d'adhésivité permettent déjà en petite quantité d'améliorer l'affinité des granulats, notamment quand ceux-ci sont humides, par rapport au liant hydrocarboné. Les dopes sont pour la plupart du temps des produits tensio-actifs qui modifient l'enrobage des granulats par le liant et qui améliorent les liaisons entre ceux-ci grâce à des phénomènes physicochimiques bien définis. L'utilisation de dope d'adhésivité permet une amélioration importante de l'adhésivité, principalement lorsque le couple liant/granat est peu ou pas compatible.

Comme dopes d'adhésivité, on peut utiliser :

- le Dinoram un dérivé de la suif propylène diamine ont les caractéristiques sont les suivantes :

- Il est liquide à 20 °C,
- sa densité varie entre 0,895 et 0,910 à 25°C ;
- son point de solidification se situe à environ 8°C
- sa viscosité est de 320 mPa.s à 20°C,
- le Zycotherm.

II.4.- LES ENROBES BITUMINEUX

Les propriétés mécaniques attendues d'une couche de roulement (couche supérieure de la chaussée) sont différentes des propriétés mécaniques d'une couche de structure.

- Pour la couche de roulement, l'accent est mis sur les caractéristiques de surface de l'enrobé et notamment, l'adhérence, la résistance à l'orniérage et au fluage, la souplesse, le confort de l'utilisateur et la résistance au désenrobage, ...
- Pour la couche de structure, l'accent est mis d'avantage sur les propriétés mécaniques de l'enrobé que sont le module, la résistance à la traction et la capacité de déformation.

Les propriétés mécaniques de résistance à la fatigue et à la fissuration sont quant à elles communes à toutes les couches de la chaussée. Il existe un nombre important de type d'enrobés :

- les Béton Bitumineux Semi Grenu (BBSG),
- les Graves Emulsions (GE),
- les Enrobés à Module Elevé (EME),
- les Graves Bitumes (GB),

Chaque type doit satisfaire à des caractéristiques mécaniques définies dans la norme EN 13108.1.

On peut aussi trouver les classes d'enrobé et Grave bitume suivant la nature granulaire : 0/10 ; 10/20 ; 10/14 ; 0/14 ; 0/20 [33]

II.4.1.- Les différents essais de caractérisation des enrobés

Avant la mise en œuvre, tous les enrobés confectionnés doivent passer aux certains essais de spécification normalisée pour vérifier leurs qualités et aussi leurs performances mécaniques.

II.4.1.1.- L'essai MARSHALL

L'essai Marshall a pour but de déterminer la teneur en vides ainsi que les caractéristiques mécaniques d'un enrobé bitumineux selon la méthode normalisée EN 13 108.

L'essai Marshall permet d'avoir les caractéristiques suivantes :

- La stabilité S [kN] qui est la résistance maximale à l'écrasement.
- Le fluage F [mm] qui est l'affaissement du diamètre de l'éprouvette au moment de sa rupture(en unité de 0,25 mm).

II.4.1.2.- Essai de tenue à l'eau DURIEZ(NF EN 12 697-12)

C'est un essai essentiellement français dont le mode opératoire, de même que l'appareillage sont contenus dans le protocole opératoire du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées(L.C.P.C).

Il a pour but de déterminer la résistance à la compression d'une éprouvette d'enrobé de poids et de section déterminés. Il permet également de définir la tenue à l'eau de l'enrobé par le rapport des résistances à la compression après 7 jours, immersion de l'éprouvette dans un bain d'eau thermostaté[34].

II.4.1.3.- Essai d'extraction (NF EN 12 697-12)

Cet essai permet de vérifier la teneur en liant et la composition granulométrique de granulats qui devrait s'inscrire dans un fuseau de référence, d'une formulation bien définie.

L'essai consiste à extraire le liant d'un échantillon d'enrobé de formulation prédéfinie en utilisant le toluène comme solvant à l'aide des extracteurs de KUMAGAWA. L'échantillon d'enrobé de masse connue est mise dans une cartouche d'extraction de forme cylindrique, de fond rondet de masse connue. Après extraction, on pèse la cartouche contenant les granulats pour déduire la teneur en liant, puis on lave les granulats dans un tamis de diamètre 0,083 mm et enfin on les sèche dans une étuve avant de faire l'analyse granulométrique.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1.- IDENTIFICATION DE L'HUILE LOURDE DE TSIMIRORO

III.1.1.- Densité

La densité de l'huile obtenue est comprise entre 13 à 25° API.

III.1.2. – Viscosité

L'huile lourde de Tsimiroro produite par Madagascar Oil a une viscosité comprise entre 10 et 100 centipoises.

Connaissant la valeur de la densité et celle de la viscosité, et selon le tableau 1, on peut classer l'huile de Tsimiroro comme appartenant à la classe de l'huile lourde.

III.1.3. –Chromatographie en phase gazeuse

L'huile lourde est un système colloïdal de composition complexe. La détermination complète de sa structure semble impossible mais on peut quand même regrouper par familles les constituants qui la composent par des méthodes physicochimiques. Parmi les méthodes physicochimiques permettant de déterminer les groupes de familles de constituants des huiles lourdes, on peut utiliser la méthode chromatographique en phase gazeuse (CPG).L'analyse a été effectuée au Centre National de Recherche sur l'Environnement (CNRE) sur un appareil Varian 3300 à détecteur **FID**, sur colonne capillaire VB5, et de l'azote comme gaz vecteur. L'analyse réalisée a donné les résultats donnés dans le tableau 3 suivant indiquant les composés, leur teneur et leur temps de rétention respectif :

Tableau 3: Tableau de résultats d'analyse chromatographique en phase gazeuse de l'huile lourde de Tsimiroro

COMPOSÉS	TEMPS DE RETENTION	TENEUR ‰ (g/Kg) d'échantillon brute
ALIPHATIQUES		
Pristane	41,2	0,872
UCM (entre n-C10 à n-C20)	Entre 11-62	85,54
Composés aliphatiques non identifiés :		
Ensemble de Composés < nC14-nC17<	<28-41<	3,624
X	31	0,725
X	32	0,806
AROMATIQUES		
UCM	Entre 46-67	35,33
X	53,52	0,364
X	55,42	0,321
X	56,32	0,543
X	57,07	0,683

X	57,88	0,568
X	58,28	0,473
X	59	0,412
X	59,82	0,432

UMC : « Unresolved complexe Material », ensemble complexe de produits, représenté par une bosse très étendue (pic non résolu), caractéristique des produits organiques dégradés (par biodégradation, photo oxydation ou autre phénomène).

X : Composé ayant un pic résolu et quantifiable mais non identifié

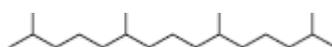
Remarque :

- Les composés non identifiés peuvent appartenir aux familles de composés connus (voir listes des étalons avec temps de rétention dans les tableaux 24 et 25 au chapitre 4) selon que leurs de rétention sont proche.
- Les composés qui ne sont pas mentionnés dans le tableau ci-dessus, sont en quantité inférieure à la limite de quantification de la méthode.

Signalons que les composés soufrés, azotés ou oxygénés sont retenus lors de la purification au gel de silice et à l'alumine. Alors ces composés ne sont pas quantifiés.

Les résultats de l'analyse chromatographique montrent que les composés saturés sont majoritaires et forment plus de 90 % des hydrocarbures de l'huile tandis que les composés aromatiques sont minoritaires.

La présence du pristane, qui est un biomarqueur, en faible quantité, montre que l'huile lourde de Tsimiroro a subi probablement une dégradation.



Formule chimique du pristane

III.1.4. –Température de ramollissement

L'huile lourde de Tsimiroro étant liquide, le point de ramollissement ne peut pas être déterminé.

III.1.5. – Perte à la chaleur à 160°C pendant 5h

L'huile lourde est soumise à un chauffage dans une étuve à 160 °C pendant 5h. On constate ainsi une perte à la chaleur :

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = 34,63$$

Ce résultat élevé montre que l'huile lourde renferme encore beaucoup de composés organiques volatils.

III.1.6. –Pénétrabilité à 25 °C

La mesure de la pénétrabilité est effectuée avec un pénétromètre Dow. C'est un appareil avec table support en alliage léger muni d'écrous de dénivellation, d'une tige verticale avec système de réglage. La glissière est en laiton avec une chute libre. Le cadran Ø

150 mm est gradué en 360°, portant des divisions de 0,1 mm. On effectue des mesures avant et après chauffage, notées :

- Avant perte $P > 360 \times 0,1 \text{ mm}$
 - Après perte $P > 360 \times 0,1 \text{ mm}$
 - Pourcentage de pénétration restant : $\frac{\text{pénétration après perte à la chaleur}}{\text{pénétration avant perte à la chaleur}} \times 100 = 100$
 - Valeur de l'indice de pénétrabilité (IP) : $IP = \frac{20-500x}{1+50x}$
- Avec $x = \frac{\log_{10} 800 - \log_{10} P_{25}}{TBA-25}$
- IP = indéterminé

Avec un pourcentage de pénétration 100%, l'huile lourde peut être facilement pénétrée. Sa classe de pénétrabilité est donc indéterminée.

III.1.7. – Adhésivité

La mesure de l'adhésivité dont le mode sera détaillée en annexe, conduit à :

$$\text{Adhésivité} < 50\% = \text{TBR}$$

La norme NF EN 13614 résumé dans le tableau 4 suivant montre les différentes classes concernant l'adhésivité :

Tableau 4: Norme NF EN 13614 donnant les classes d'adhésivité

Classes	0	1	2	3
Adhésivité (EN 13614)	NPD	TBR	≥ 75	≥ 90

NPD: No Performance Determined

TBR: To Be Reported = valeur appréciée non obligatoire

On peut resumer dans ce tableau suivant les caractéristiques physiques de l'huile lourde e Tsimiroro.

Tableau 5: Résumé des propriétés physiques de l'huile lourde

CARACTERISTIQUES	RESULTATS
Point de ramollissement Bille et Anneau (°C) Norme EN 1427	Non mesurable
Pénétrabilité à 25°C Norme EN 1426	Non mesurable
Perte à la chaleur à 160 °C (%) Norme NF T 66-011	34,63
Adhésivité Norme NF EN 13614	Pas d'adhésivité avec les agrégats

La valeur de 50 % est obtenue par un aperçu visuel du recouvrement de l'huile sur les granulats. Cette valeur fait partie de la classe 0 de spécification de l'adhésivité selon la norme. Une meilleure adhésivité doit être supérieure à 90%.

Cette mauvaise adhésivité sur les granulats de granite peut se traduire par la faible polarité des composés aliphatiques majoritaires de l'huile lourde qui n'ont pas d'interaction avec les minéraux des granulats.

Une étude a été réalisée pour déterminer le pourcentage d'élastomère ajouté dans l'huile lourde brute, en mesurant l'indice de pénétrabilité et a montré que la mesure est irréalisable pour un pourcentage d'ajout inférieur à 20 %.

III.2.- CARACTERISTIQUES DE L'HUILE LOURDE APRES AJOUT DE 20% D'ELASTOMERE

Compte tenu de ces résultats d'identification, l'huile lourde de Tsimiroro est additionnée d'élastomère à raison de 20 % de son poids. Les caractéristiques du mélange obtenu sont alors résumées dans le tableau 6 ci-dessous.

Tableau 6 : Caractéristiques de l'huile lourde après ajout de 20 % de caoutchouc

Caractéristiques	RESULTATS	
Densité de l'huile lourde pure	0,84	
Densité du mélange après ajout de 20 % d'élastomère	0,995	
Pénétration DOW à 25°C avant et après perte à la chaleur [1/10mm]	Avant	Après
	219	190
Perte à la chaleur à 160°C [%]	48,5	
Pourcentage de pénétration après perte à la chaleur [%]	86,76	
Point de ramollissement [°C]	30,5	
Indice de pénétration [IP]	-1,38	

Ce tableau 6 donne quelques indications sur les caractéristiques de l'huile lourde mélangée avec de l'élastomère. Par ajout de 20% de caoutchouc, la densité augmente et devient sensiblement égal à 1. Une amélioration sur les pénétrations après perte à la chaleur a été aussi constatée. Le pourcentage de pénétration après perte par chauffage est de 86,76%. Cette valeur montre le durcissement de l'huile par ajout d'élastomère. En outre, la perte à la chaleur a augmenté de 48,5% par rapport à celle de l'huile lourde pure sans ajout (34,63%) est très significative par la présence d'élastomère. On pourrait expliquer ce phénomène par le fait que l'élastomère ajouté agit surtout sur les composés polaires, et rendant ainsi plus disponibles les hydrocarbures de la phase malténique. Concernant le point de ramollissement de 30,5 °C, l'ajout d'élastomère rend l'huile plus visqueuse et montre que l'apport de ce polymère influence la rhéologie de l'huile lourde. La valeur négative, -1,38, de l'indice de pénétration signifie que le mélange est encore sensible à la chaleur.

III.2.1. – Adhésivité de l’huile lourde après ajout d’élastomère sur le granite en présence de dope

Le résultat d’adhésivité de l’huile lourde mélangée avec du caoutchouc, suivant des proportions 20% et 33,33%, sur le granite et en présence de dope DINORAM, est donné dans le tableau 7 suivant :

Tableau 7: Adhésivité sur le granite de mélange d’huile lourde avec deux proportions d’élastomère en présence de DINORAM

DOPE DINORAM	POURCENTAGE D’ELASTOMERE	POURCENTAGE D’ADHESIVITE SUR LE GRANITE
4‰	20 %	> 75%
4‰	33,33 %	> 75%

L’affinité de l’huile lourde avec ajout sur le granite s’améliore par l’utilisation d’un dope. Celui-ci favorise donc le phénomène d’adsorption par création des liaisons entre les molécules de l’huile lourde, l’ajout et les granulats.

III.3.- AMELIORATION DES CARACTERISTIQUES PAR CHAUFFAGE

Pour augmenter la viscosité de l’huile, on chauffe 3 kg de l’huile lourde sous la pression atmosphérique sur un four à charbon à des températures aux environs de 250 à 280 °C pendant 57 h jusqu’à l’obtention d’un poids constant. Après évaporation, la densité, la pénétrabilité à l’aiguille de l’huile sont mesurées selon des méthodes normalisées. Le tableau 8 ci-dessous montre l’évolution du poids de l’huile en fonction du temps, par chauffage.

Tableau 8: variation de la masse de l’huile lourde en fonction du temps

N° d’ordre d’évaporation	Durée d’évaporation	% en masse de composés évaporés	Poids restant en (g)
1	8 h	24,1	2277
2	23h	36,33	1910,1
3	40h	42,25	1732,5
4	42h	44,54	1663,8
5	48h	47,15	1585,5
6	51h	49,74	1507,8
7	54h	50,83	1475,1
8	57h	51,11	1466,7

On obtient ainsi une perte de masse de 51%.

L’huile lourde de Tsimiroro contient encore des composés volatils. Ceux qui restent après chauffage, sont constitués de composés de poids moléculaires élevés et l’huile prend ainsi la structure de colloïde GEL, c’est-à-dire qu’elle devient plus riche en asphaltènes.

III.4.- CARACTERISTIQUES DE L’HUILE LOURDE APRES CHAUFAGE AVEC 20% D’ELASTOMERE

L’huile lourde ayant subi une perte par chauffage est alors additionnée de 20 % d’élastomère. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 9 suivant.

Tableau 9: Caractéristiques de l’huile lourde après chauffage et addition de 20% de caoutchouc

CARACTERISTIQUES	RESULTATS	
Densité	1,02	
Pénétration DOW à 25°C avant et après perte à la chaleur [1/10mm]	Avant	Après
	88,33	80,83
Perte à la chaleur à 160°C [%]	0,05	
Pourcentage de pénétration après perte à la chaleur [%]	91,51	
Point de ramollissement [°C]	49	
Indice de pénétration [IP]	- 0,10	

Ce tableau 9 donne les caractéristiques de l’huile lourde après chauffage et additionnée d’élastomère. Après ajout de 20% de caoutchouc, la densité augmente et atteint 1,02. La pénétration, après chauffage et ajout de caoutchouc, diminue considérablement ce qui montre que le mélange obtenu devient plus dur. D’autre part, la perte à la chaleur du mélange dévient plus faible soit 0,05 %. Cette valeur signifie qu’il y a très peu des composés volatils dans le mélange. Le point de ramollissement a connu une bonne amélioration avec une augmentation à 49 °C. Cette élévation de la TBA a une influence sur son IP qui devient égal – 0,10. Ceci indique une baisse de la sensibilité thermique de l’huile lourde ayant subi un chauffage et addition de 20 % d’élastomère par rapport à l’huile lourde pure avec ajout de la même quantité de caoutchouc.

D’après ces résultats, on peut assimiler l’huile lourde après chauffage et ajout de 20 % d’élastomère à du bitume modifié de classe 80/100.

III.4.1. – Adhésivité avec dope 4 ‰ de DINORAM

Voici les résultats de l’adhésivité de l’huile lourde après chauffage et addition de 20% d’élastomère et d’un dope à 4 ‰ de DINORAM, sur les granulats de basalte et les granulats de granite qui sont disponibles au laboratoire.

Basalte>90%

Granite>75%

Ce résultat montre que l’interaction granulats/huile lourde évaporée mélangée avec 20% de caoutchouc est très bonne avec le basalte en présence de dope. Le basalte est enrobé beaucoup plus par l’huile évaporée grâce à l’action du dope qui joue un rôle d’agent tension-actif pour favoriser la phénomène d’adsorption.

III.4.2. – Ductilité ou test du retour élastique

L'huile lourde ayant subi une perte par chauffage et additionné de 20 % d'élastomère est soumise à une mesure de la ductilité. On obtient ainsi le résultat suivant.

$$RE = \frac{d}{200} \times 100$$

Avec d : étirement maximal après rupture exprimé en millimètre

$$RE \% = 57,67$$

Ce résultat d'essai de ductilité n'atteint pas celui qu'exige la norme NF EN 13398 (supérieur à 60% pour le bitume routier), mais le moins qu'on puisse dire est que l'élastomère mélangé avec l'huile lourde évaporée rend cette dernière d'être plus cohésive et améliore son élasticité.

III.5.- CARACTERISTIQUES DE BITUME DE CLASSE 50/70 AVEC 20% D'ELASTOMERE

A titre d'étude comparative sur l'effet d'ajout de caoutchouc, un bitume de classe 50/70 a été étudié. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau 10 suivant :

Tableau 10: Résultats d'identification de bitume mélangé avec de l'élastomère 20%

ESSAIS	RESULTATS			
	Bitume sans élastomère		Bitume avec élastomère	
Densité	1,00		1,02	
Pénétration DOW à 25°C avant et après perte à la chaleur [1/10mm]	Avant	Après	Avant	Après
	59	48,94	35,33	27,67
Perte à la chaleur à 160°C [%]	0,6		1	
Pourcentage de pénétration après perte à la chaleur [%]	66		78,32	
Point de ramollissement [°C]	46,5		49	
Indice de pénétration [IP]	- 2,14		- 2,15	

Le tableau 10 ci-dessus, compare les caractéristiques du bitume de classe définie (50/70) mélangé avec 20 % de caoutchouc et sans caoutchouc. Leurs densités sont presque égales ; mais leurs consistances diffèrent selon leurs pénétrabilités. L'ajout de caoutchouc entraîne un changement de classe qui passe de 50/70 à 20/30. Leurs pertes aux chaleurs sont différentes ; pour le bitume mélangé, on a une perte de 1 % tandis que le bitume pur est 0,6% ; l'augmentation de la perte pour le bitume mélangé est due à la présence d'élastomère.

Une étude de performance mécanique des matériaux composites avec ces liants a été réalisée

- L'étude comprend :
- l'identification des agrégats
 - étude de formulation de Béton Bitumineux Semi-Grenu 0/12,5

III.6.- IDENTIFICATION DES AGREGATS

Des granulats concassés de classe 0/3 ; 3/8 ; et 8/12,5 ont été utilisés pour l'étude de la formulation de l'enrobé dense à chaud 0/12,5, dont les caractéristiques physico-mécaniques sont récapitulés dans le tableau 11 ci-après :

Tableau 11 : Caractéristiques du granite concassé

CARACTERISTIQUES	Fine	Concassé	Concassé
Poids spécifique [T/m ³]	1,740	1,772	1,817
Densité apparente	1,520	1,488	1,591
Coefficient LOS ANGELES (LA)	X	X	33
Coefficient MICRODEVAL (MDE)	X	X	22

Tableau 12 : caractéristiques du basalte concassé

CARACTERISTIQUES	Fine	Concassé	Concassé
Poids spécifique [T/m ³]	2,740	2,772	2,717
Densité apparente	1,421	1,426	1,438
Coefficient LOS ANGELES (LA)	X	X	15
Coefficient MICRODEVAL (MDE)	X	X	18

D'après ces tableaux 11 et 12, les granulats de granite ont un poids spécifique inférieur à celui de granulats de basalte. Leurs coefficients Los Angeles et Microdeval sont différents. Le basalte a des coefficients LA et MDE respectivement inférieurs aux ceux de granite, cela montre et signifie que sa résistance mécanique au sec et celle en présence de l'eau sont plus élevées par rapport à celles de granite. Les granulats à forte résistance assurent une bonne qualité de dureté de la structure de l'enrobé pour supporter les différentes variations de sollicitations que provoquent les trafiques le long de la durée de vie de la chaussée onbvenue à partir de l'enrobé.

La figure 5 représente la courbe granulométrique de basalte concassé avec les classes 0/3 ; 3/8 et 8/12,5.

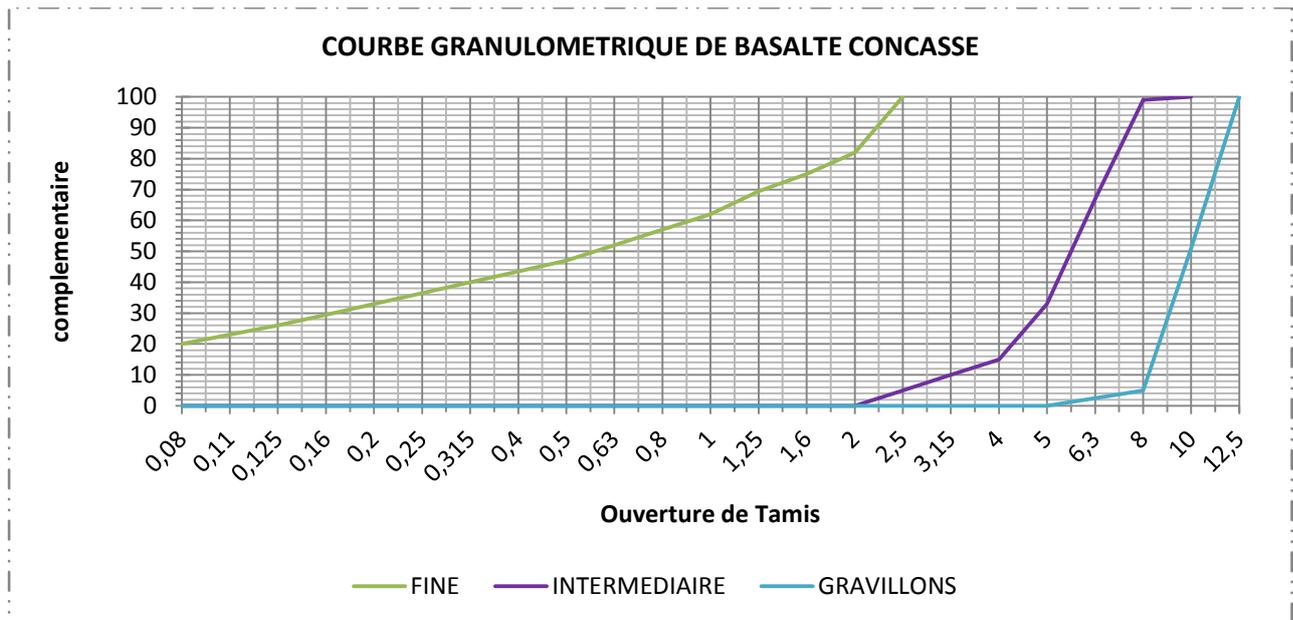


Figure 5: Courbe granulométrique de basalte concassé avec les classes 0/3 ; 3/8 et 8/12,5

Cette courbe granulométrique de basalte concassé des classes granulaires montre que le pourcentage de fine 0/3, compris de 20 à 100 en fonction de larges valeurs d'ouverture de tamis, est excédentaire par rapport aux deux dernières classes 3/8 et 8/12,5.

III.7.- ETUDES DE FORMULATION DES BBSG 0/12,5

L'étude des formulations est faite à partir de la détermination des caractéristiques MARSHALL et DURIEZ sur des teneurs en liant différents, des granulats de granite et de basalte avec des courbes granulométriques différentes. Le type d'enrobé utilisée le long de ce travail est le Béton Bitumineux Semi-Grenu (BBSG) de type 0/12,5.

III.7.1. – Etude de formulation BBSG 0/12,5 avec l'huile mélangée avec du caoutchouc et sans dope

III.7.1.1. – Composition Granulométrique du granite pour la formule A et B

La détermination de la composition du BBSG es basée sur la granulométrie, dont la courbe de mélange devrait s'inscrire à l'intérieur du faisceau de référence 0/12,5.

Pour ces deux formulations, le granite est utilisé comme granulat dont les compositions sont représentées dans le tableau 13 dans lequel figure la proportion d'élastomère utilisé :

Tableau 13: Composition granulométrique de deux formules A et B

COMPOSITION GRANULOMETRIQUE	FORMULE A	FORMULE B
Fine 0/3 (%)	20	20
Intermédiaire concassé 3/8 (%)	35	35
Gravillon concassé 8/12,5 (%)	45	45
Teneur en liant (%)	6,5	5
Proportion d'élastomère (%)	20	33,33

L'étude consiste en la détermination des caractéristiques physiques et mécaniques de ces deux formules A et B à l'aide des essais Marshall et Duriez en utilisant comme liant l'huile lourde chauffée, mélangée de 20 % de caoutchouc.

III.7.1.2. – Résultat d'essai MARSHALL

Les résultats obtenus par les essais mécaniques Marshall de ces deux formulations sont donnés dans le tableau 14.

Tableau 14: Résultats Marshall des formules A et B

CARACTERISTIQUES	FORMULE A	FORMULE B	SPECIFICATION DE L'ENROBE A CHAUD
Densité	2,25	2,35	---
Poids spécifique [T/m ³]	2,68	2,65	---
Compacité (%)	84	88,68	> 90%
Stabilité	290	190	> 900
Fluage en 1/10 mm	69,25	53,35	<40 × 1/10 mm

III.7.1.3. – Résultats d'essai DURIEZ

Les résultats obtenus par les essais mécaniques Duriez de ces deux formulations résumés au tableau 15.

Tableau 15 : Ecrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de la formule A

CARACTERISTIQUES	FORMULE A	SPECIFICATION DE L'ENROBE A CHAUD
Densité	2,28	---
Poids spécifique [T/m ³]	2,71	---
Compacité (%)	84,440	---
RC' à 7 j à l'eau à 18°C	80	>1200
RC à 7j à l'air à 18°C	90
Rapport de RC'/RC	0,89	≥ 0,75

A signaler que la densité et le poids spécifique de chaque formule pour les essais Marshall et Duriez permettent de calculer la compacité ou le pourcentage de vide des éprouvettes Marshall et Duriez.

Ces résultats obtenus à partir de ces deux essais mécaniques montrent que l'huile lourde brute mélangée avec une proportion de 20 % d'élastomère ne peut être mise en

œuvre pour la fabrication de l'enrobé chaud. Du fait que les stabilités Marshall obtenues sont très insuffisantes, il paraît même que la préparation de l'enrobé ne satisfait pas la condition opératoire de température 60°C pour l'écrasement d'une éprouvette Marshall pour la raison que sa température de ramollissement est de 30°C (voir tableau 6). De plus, aucun dope n'est utilisé et l'absence d'adhésion avec les granulats rend les propriétés mécaniques très médiocres comme par exemple l'augmentation du fluage.

La résistance à l'eau obtenue par l'essai Duriez pendant 7 jours d'immersion à 18°C est très faible. On voit que le rapport de tenue à l'eau : 0,89 est supérieur à celui exigé par la norme, cette valeur est dépendante du rapport. L'instabilité dans l'eau entraîne le désenrobage de l'huile sur les granulats de granite qui n'ont pas d'adhésivité sur l'huile lourde en absence de dope.

La proportion de caoutchouc 33,33% de la formule B apporte seulement d'effets sur le fluage pour l'essai mécanique Marshall mais cela est encore insuffisant.

On peut dire que l'huile lourde pure mélangée avec élastomère n'a pas les qualités mécaniques pour fabriquer de l'enrobé chaud.

III.7.2. – Etudes de formulations BBSG 0/12,5 avec l'huile lourde évaporée.

Les résultats des essais précédents, illustrent bien que le caoutchouc modifie les propriétés mécaniques de l'enrobé à chaud mais n'atteignent pas encore la norme exigée. Aussi, les essais Marshall et Duriez sont-ils réalisés avec de l'huile lourde évaporée pour trouver des résultats bien meilleurs que les précédents.

Pour cette étude, trois formules ont été adoptées pour essayer de trouver des propriétés mécaniques appréciables de l'enrobé à chaud préparé.

III.7.2.1. – Composition Granulométrique du granite pour les trois formules

L'étude de formulation se fait par la recherche de compositions granulométriques qui devrait s'inscrire à l'intérieur du faisceau de référence 0/12,5. Le tableau 16 résume la composition granulométrique des trois formules A, B et C.

Tableau 16 : Composition granulométrique des trois formules

COMPOSITION GRANULOMETRIQUE	FORMULE C	FORMULE D	FORMULE E
Fine 0/3 (%)	17	20	23
Intermédiaire concassé 3/8 (%)	35	38	38
Gravillon concassé 8/12,5 (%)	48	42	39
Teneur en liant (%)	5,5	5,5	5,5
Proportion d'élastomère (%)	20	20	20
Dope de Zycotherm (‰)	1‰		

Les différentes formules représentées dans le tableau ci-dessus ont des teneurs identiques en liant, en élastomère et en dope constitué de Zycotherm.

III.7.2.2. – Résultats de l'essai MARSHALL

Les résultats obtenus avec les trois formules utilisées pour la formation de BBSG 0/12,5 ayant comme liant l'huile lourde évaporée avec une proportion de 20% de caoutchouc présentent des évolutions positives tant sur le fluage, que sur la compacité et la stabilité comme le montre le tableau 17.

Tableau 17 : Résultats Marshall des trois formules C, D et E

CARACTERISTIQUES	FORMULE C	FORMULE D	FORMULE E	SPECIFICATION DE L'ENROBE A CHAUD
Densité	2,21	2,26	2,19	---
Poids spécifique [T/m ³]	2,48	2,55	2,40	---
Compacité (%)	89,11	88,63	91,25	> 90%
Stabilité [daN]	815	550	790	> 900 daN
Fluage en 1/10 mm	42,5	68,25	48,25	<40 × 1/10 mm

Pour l'essai Marshall, les trois formules adoptées montrent bien qu'il y a une grande amélioration sur la stabilité de l'enrobé formé à partir de l'huile lourde évaporée, additionnée de 20% de caoutchouc. Cette stabilité est comprise entre 500 et 900 daN. Cette amélioration provient de l'effet de chauffage de l'huile lourde. Ainsi la stabilité mécanique de trois formules augmente largement par rapport à celle de l'huile lourde brute avec élastomère et sans dope. Le fluage a connu aussi son amélioration, ceci est très remarquable pour les formules C et D avec des valeurs respectivement égales à 42,5 et 48,25 en 1/10mm. La compacité varie par rapport aux formules A et B précédentes ; mais particulièrement, elle atteint 91,25 % pour la formule E. Parmi ces trois formules seules, la formule D a les paramètres mécaniques assez bas comparés aux deux autres formules C et E. Les fluages élevés de chaque formules peuvent être dus au compactage à la dame lors de la préparation des éprouvettes et entraîne une augmentation des fines qui ont une influence sur ce paramètre.

Cette amélioration provient de l'évaporation des composés volatils de l'huile qui a rendu ses qualités rhéologiques assez performantes pour la fabrication d'enrobé chaud.

Les granulats utilisés pour les trois formules sont du granite concassé dont les coefficients Los Angeles et Microdeval sont respectivement égaux à 33 et 22. Les granulats de granite paraissent alors moins durs face au compactage à la dame lors de la confection des éprouvettes Marshall et leurs écrasements à la presse rendent le granite brisés au cours de ces opérations. Cela influence la stabilité, la compacité et surtout le fluage par l'augmentation des éléments fins qui arrive même à rompre la composition granulométrique des formules.

III.7.2.3. – Résultat de l'essai DURIEZ

Les résultats d'essai Duriez issus de trois formules adoptés sont donnés dans le tableau 18 ci-après :

Tableau 18: Ecrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours des trois formules

CARACTERISTIQUES	FORMULE C	FORMULE D	FORMULE E	SPECIFICATION DE L'ENROBE A CHAUD
Densité	2,14	2,18	2,16	---
Poids spécifique [T/m ³]	2,48	2,55	2,40	---
Compacité (%)	86,29	85,49	90	---
RC' à 7 j à l'eau à 18°C [daN]	1885	1500	1000	---
RC à 7j à l'air à 18°C [daN]	2250	1700	1280	>1200 daN
Rapport de RC'/RC	0,84	0,88	0,78	≥ 0,75

Les deux formules C et E ont les résistances à la compression dans l'air et dans l'eau supérieures à la spécification. Mais par contre, la formule E a une résistance de compression après immersion dans l'eau 1000 daN mais inférieure à l'exigence de la norme. Les rapports des résistances à la compression dans l'eau et dans l'air varient peu par rapport aux derniers résultats. On peut dire que les éprouvettes Duriez font preuve d'une bonne amélioration sur le comportement mécanique dans l'eau, d'enrobé formé à partir de l'huile lourde évaporée avec 20% d'élastomère additionné de dope d'adhésivité.

III.7.3. – Etudes de formulations de BBSG 0/12, à partir de l'huile lourde évaporée et avec optimisation des résultats antérieurs.

En tenant compte des résultats précédents, une étude du comportement mécanique d'un BBSG obtenu avec l'huile lourde évaporée mélangé de 20 % de caoutchouc, a été réalisée en utilisant des gravillons basaltiques dont LA = 15 et MDE =18.

III.7.3.1. – Composition Granulométrique du basalte pour quatre formules

Sa composition granulaire est déterminée à partir de la courbe granulométrique des agrégats.

Nous donnons dans le tableau 19 ci-après la composition de quatre formules utilisées pour l'optimisation des résultats précédents.

Tableau 19: Composition granulométrique de quatre formules

COMPOSITION GRANULOMETRIQUE	FORMULE F	FORMULE G	FORMULE H	FORMULE I
Fine 0/3 (%)	40	43	40	40
Intermédiaire concassé 3/8 (%)	37	36	23	37
Gravillon concassé 8/12,5 (%)	23	21	37	23
Teneur en liant (%)	4,45	4,45	4,5	4,5
Proportion d'élastomère (%)	20	20	20	25
Dope de Zycotherm (‰)	1‰			

Les formules F et G ont la même teneur en liant égale 4,45 alors que les formules H et I ont la même teneur égale à 4,5. La proportion en élastomère demeure 20% pour les trois formules F, G et H tandis qu'elle est de 25% pour la formule I.

III.7.3.2. – Résultats de l'essai MARSHALL

Le tableau 20 ci-dessous donne les résultats obtenus par l'essai Marshall effectué sur les quatre formules. Il présente les caractéristiques mécaniques d'enrobé formé de l'huile lourde évaporée mélangé avec de caoutchouc et avec différentes teneurs en liant.

Tableau 20: Résultats Marshall des quatre formules

CARACTERISTIQUES	FORMULE F	FORMULE G	FORMULE H	FORMULE I	SPECIFICATION DE L'ENROBE A CHAUD
Densité	2,39	2,35	2,54	2,51	---
Poids spécifique [T/m ³]	2,73	2,73	2,68	2,7	---
Compacité (%)	87,55	86,08	94,78	92,96	> 90%
Stabilité [daN]	1060	900	910	950	> 900 daN
Fluage en 1/10 mm	38	52	33	40	<40 × 1/10 mm

Les quatre formules donnent toutes des stabilités correspondant à l'exigence de la norme qui sont supérieures ou égales à 900 daN. La formule F possède la stabilité la plus élevée 1060 daN et un fluage 3,8 mm inférieur à 4 mm, mais sa compacité 87,55% est en dessous de 90%. La courbe de la figure 6 représente le mélange granulométrique des différentes classes granulaires 0/3,3/8 et 8/12,5 dans le fuseau d'enrobé 0/12,5.

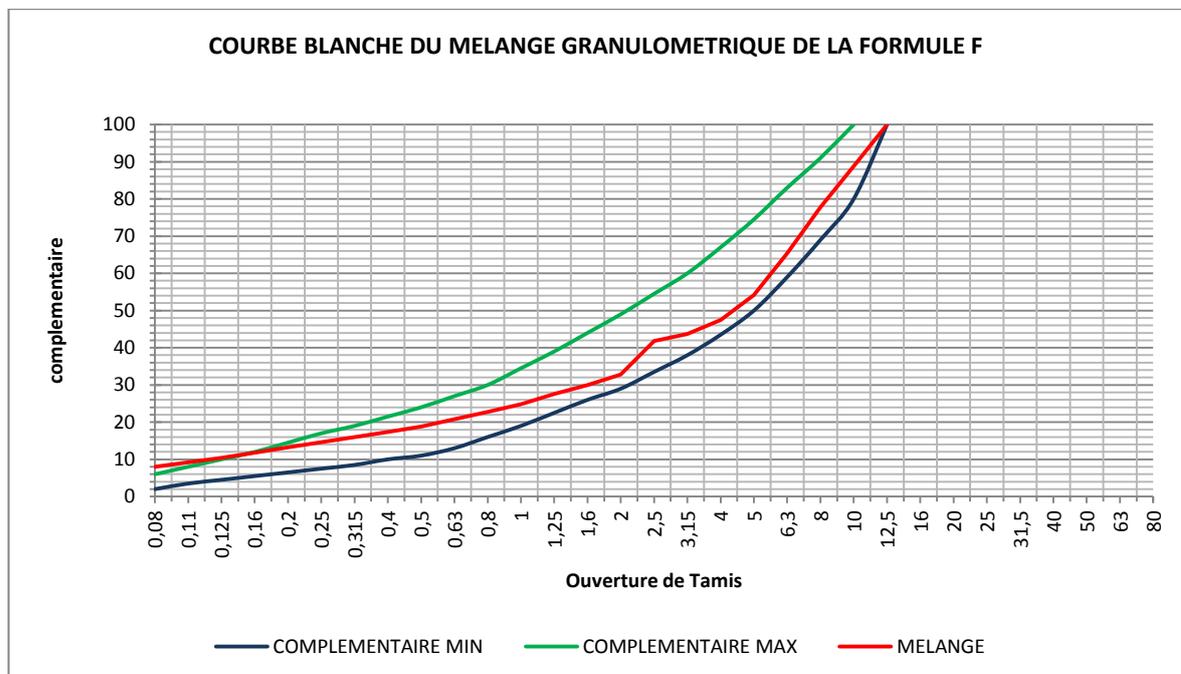


Figure 6: Courbe du mélange granulométrique de basalte dans le fuseau d'enrobé 0/12,5 de la formule F

La formule G présente une stabilité 900 daN égale à l'exigence de la norme, un fluage de 5,25 mm supérieur à 4 mm. Ce fluage est dû à la teneur en éléments fins peu élevé (43 %).

La formule H satisfait les caractéristiques exigées par la norme d'enrobé dense à chaud. La formule I remplit les caractéristiques mécaniques nécessaires mais son fluage est égal à 4 mm (figure 7).

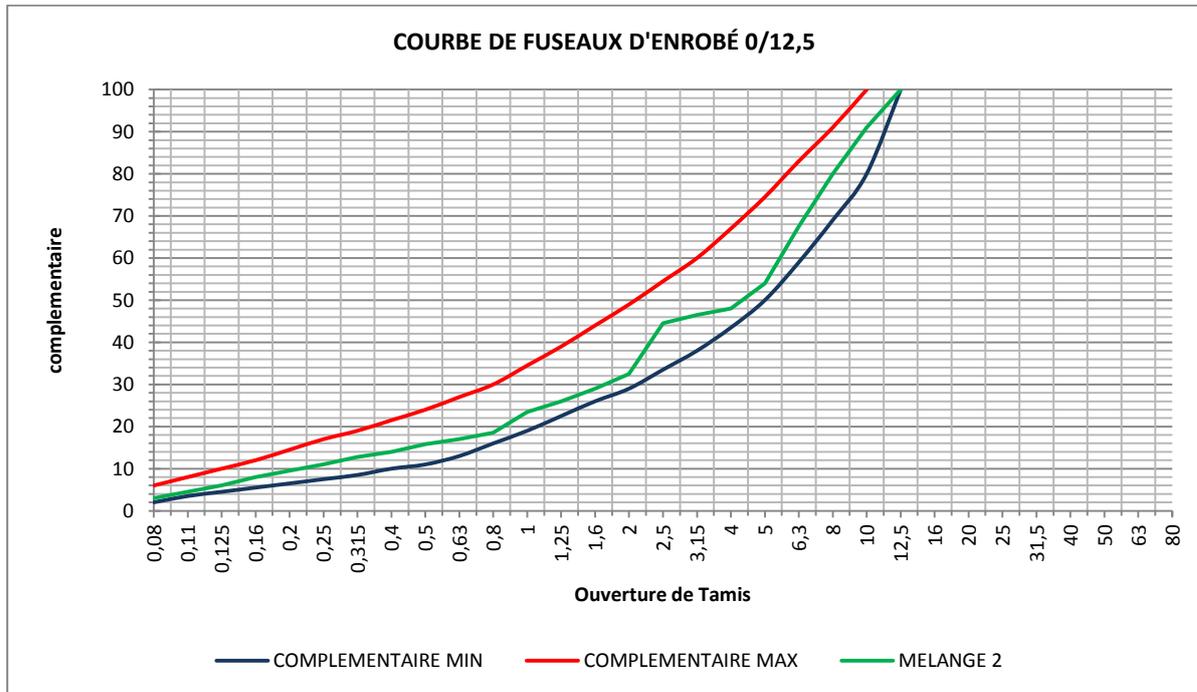


Figure 7: Courbe du mélange granulométrique de la formule G dans le fuseau d'enrobé 0/12,5

III.7.3.3. – Résultats de l'essai DURIEZ

Le tableau 21 ci-dessous montre les caractéristiques des quatre formules obtenues à partir d'essai Duriez :

Tableau 21: Ecrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours des quatre formules

CARACTERISTIQUES	FORMULE F	FORMULE G	FORMULE H	FORMULE I	SPECIFICATION DE L'ENROBE A CHAUD
Densité	2,33	2,21	2,41	2,42	---
Poids spécifique [T/m ³]	2,73	2,73	2,68	2,7	---
Compacité (%)	85,35	80,95	89,93	89,63	---
RC' à 7 j à l'eau à 18°C [daN]	940	1000	1240	1020	---
RC à 7j à l'air à 18°C [daN]	1520	1200	1400	1500	>1200 daN
Rapport de RC'/RC	0,62	0,83	0,89	0,68	≥ 0,75

Les rapports des résistances à la compression dans l'eau et dans l'air sont différents. Les formules F et I ont des rapports inférieurs à 0,75 : de valeurs respectives 0,62 et 0,68. Ces diminutions sont dues aux faibles résistances à la compression dans l'eau par rapport à la compression dans l'air. Ici la formule H satisfait les conditions de spécifications de la norme

III.7.4. – Vérification par extraction de la teneur en liant et granulométrie

La méthode d'extraction est utilisée pour vérifier la teneur réelle en liant et la répartition granulaire de l'enrobé. L'extraction est faite en utilisant le toluène comme solvant d'extraction dans l'extracteur de KUMAGAWA.

Deux essais ont été réalisés (tableau 22).

Tableau 22: Résultats d'extraction de la formule F

	Essai n°1	Essai n°2
Tare cartouche (P1) [g]	66,51	70,19
Tare enrobé (P2) [g]	640,64	653,97
Enrobé (P3) = P2-P1 [g]	574,13	583,78
Tare matériau sec (P4) [g]	635,61	640,95
Matériau au sec P5= P4-P1 [g]	569,10	570,76

Après extraction on passe au lavage et séchage des granulats puis on passe à une vérification de la granulométrie. Les résultats granulométriques sont représentés dans le tableau 23.

La formule suivante permet de calculer la teneur en liant :

$$\%L = K \times \sqrt[5]{\Sigma}$$

Avec Σ représente la surface spécifique des granulats. $\Sigma = \frac{1 \times G + 0,25 \times g + 2,3S + 12 \times s + 135 \times f}{100}$

G,g,S,s et f : éléments granulaires. Avec $G + g + S + s + f = 100\%$

K : module de richesse pour la formule F **K = 3,2**

Tableau 23: Granulométrie des essais d'extraction de la formule F

Module AFNOR	Tamis en mm	N°1	N°2
		Poids en grammes	
42	12,500	0	0
41	10,000	45	48,5
40	8,000	63	72
38	5,000	104,5	95,5
37	4,000	49	50,5
34	2,000	105,5	102
31	1,000	42,5	44,5
28	0,500	32,5	36
26	0,315	16,5	18
24	0,200	16	16
22	0,125	15,5	14,5
20	0,080	14	12
Filler	0,080	7	6
TOTAL		511	515,5

G > 10mm = 0

5mm < g < 10mm = 21, 13

0,315 < S < 5mm = 65,36

0,080mm < s < 0,315mm = 9, 39

f < 0,080mm = 4, 11

1G+0, 25g+2,3S+12s+135f = 818,39

$\Sigma = 8, 18$

%L = 4, 87

Où

G : éléments granulaires de taille >10 mm

g : éléments granulaires de taille entre 5 mm et 10mm.

S : éléments granulaires de taille entre 0,315 mm et 5 mm.

s : éléments granulaires de taille entre

f : éléments granulaires de taille entre

Σ : surface spécifique des granulats en [m²/Kg]

G > 10mm = 0

5mm < g < 10mm = 23,38

0,315 < S < 5mm = 63,72

0,080mm < s < 0,315mm = 9,41

f < 0,080mm = 3,49

1G+0,25g+2,3S+12s+135f = 818,39

$\Sigma = 7,36$

%L = 4,77

En moyenne %L = 4, 82

Ce résultat a une différence de 0,37 % par rapport à la teneur réelle en liant. Elle peut être due à la granulométrie ou au lavage de granulats.

CONCLUSION

L'objectif de ce présent travail était de mener une étude pour l'amélioration du comportement rhéologique de l'huile lourde brute provenant de Tsimiroro afin de permettre de l'utiliser pour la fabrication d'enrobé dense à chaud pour couche de roulement dans le projet routier, et de valoriser cette ressource naturelle à Madagascar. Les différentes analyses effectuées sur l'huile lourde pour déterminer ses caractères physico-mécaniques et chimiques ont permis de donner son identification .

En effet l'huile lourde de Tsimiroro, de densité comprise entre 13 à 25° API et de viscosité dynamique entre 10 et 100 centipoises appartient à la catégorie A des huiles lourdes. L'analyse chromatographique a montré que l'huile lourde de Tsimiroro est constituée de produits aliphatiques qui sont majoritaires avec des nombres de carbones allant de C₁₁-C₆₂, de teneur supérieure à 80% et des produits aromatiques minoritaires dont le nombre de carbone varie de C₄₆ à C₆₈ et qui représentent moins de 20% de l'ensemble. Les maltènes dominant sa composition pour lui donner une structure colloïdale de type sol. L'impossibilité de déterminer le point de ramollissement, la pénétrabilité' et l'adhésivité ainsi que l'étude de la perte à la chaleur de l'huile lourde brute de Tsimiroro montrent bien que cette dernière est très fluide et perd beaucoup des composés volatils par chauffage, et sa mise en œuvre pour la fabrication d'enrobé à chaud paraît impossible.

L'apport en élastomère, selon des proportions variées, dans l'huile lourde brute de Tsimiroro, permet de modifier ses différents paramètres rhéologiques comme sa densité, sa viscosité, sa pénétrabilité, sa cohésion et ainsi que sa sensibilité thermique. Mais cela reste encore insuffisant pour l'utiliser dans la fabrication de l'enrobé bitumineux à chaud, après avoir caractérisé son adhésivité sur les granulats et ses comportements mécaniques selon les essais MARSHALL et DURIEZ en utilisant différentes formulations.

Etant donné que l'ajout de caoutchouc influence et modifie bien les paramètres rhéologiques identifiés, une amélioration par chauffage a été réalisée pour éliminer les composés volatils majoritaires de l'huile lourde et pour rendre ses propriétés rhéologiques proches de celles des bitumes routiers de classe 80/100 par ajout de proportions différentes d'élastomère.

Ces qualités ont été appliquées dans la fabrication d'enrobé dense à chaud pour couche de roulement de type Béton Bitumineux Semi-Grenu 0/12,5 ; en utilisant des granulats de basalte, de caractéristiques mécaniques meilleures que celles du granite et qui ont une forte affinité pour l'huile lourde chauffée additionné d'élastomère. L'enrobé obtenu est testé à l'aide des essais MARSHALL et DURIEZ pour déterminer ses performances mécaniques comme sa stabilité, son fluage, sa compacité et ainsi que sa résistance à la compression dans l'eau pour étudier ses comportements vis-à-vis de l'humidité. Parmi les formules adoptées, la

formule H prouve bien que, l'huile lourde chauffée par ajout de caoutchouc de proportions bien définies, remplit les conditions exigées par les normes MARSHALL et DURIEZ. L'extraction de l'enrobé formé permet vérifier la teneur en liant et la structure granulométrique utilisées.

Les études réalisées sur l'huile lourde de Tsimiroro ont donné de résultats positifs et performants pour la réalisation d'enrobé dense à chaud pour couche de roulement routier. De plus, elles montrent que la mise en œuvre de ce projet est rentable pour le développement, étant donné que la méthode par chauffage permet de récupérer d'autres produits. Il préserve aussi l'environnement par le recyclage de caoutchouc qui est un polymère non dégradé et nuisible pour l'atmosphère par sa carbonisation.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ET WEBOGRAPHIQUES

[1] http://www.stopaugazdeschiste07.org/IMG/pdf/Petroles_Lourds_Extra_Lourds.pdf
Consulté le 15 Décembre 2015

[2] TOTAL in Exploration & Production, Brutes extra-lourds et bitumes des réserves pour demain,
http://www.geoscopie.fr/images/upload/geoscopie/espace_pedagogique/bruts-extra-lourds-vf-2007.pdf
Consulté le 15 Décembre 2015

[3] T. YALAMAS. Géomécanique de la production froide des huiles lourdes. Thèse. École Nationale des Ponts et Chaussées
Disponible sur : <https://tel.archives-ouvertes.fr/pastel-00001150/document>

[4] TOTAL in « EXPLORATION ET PRODUCTION »
Consulté le 15 Décembre 2015

[5] TOTAL S.A. (2008) Huiles Lourdes, Technoscoop : magazine d'exploration et production.
<http://www.annales.org/re/2011/re-octobre-2011/GIRES.pdf>
Consulté le 15 Décembre 2015

[6] G. ALVAREZ, (2008) Propriétés interfaciales des composés amphiphiles d'un brut lourd. Influence sur le comportement des émulsions. Thèse Université de Paris-Sud XI. Faculté des Sciences D'ORSAY.

[7] O. G. CIOCHINA, (1997) Incorporation dans les bitumes pétroliers des résidus de la distillation des huiles provenant de la pyrolyse sous vide de pneus usés, de bois et des rebuts de broyage d'automobiles. Mémoire M. Sc. Université Laval.

[8] R.DRON, M. BESTOUGEFF, I.A. VOINOVITCH (1978) Contribution à l'étude des états structuraux des bitumes, Rapport de recherche LPC n°75 Paris.

[9] Moussa SARR Etude du comportement des bitumes utilisés en enrobés denses au Sénégal. Diplôme d'Ingénieur de Conception. Université Cheik Hanta Diop. Sénégal.
Soutenance en 2003

[10] Ahmed El ADLANI, (1993). Contribution à l'étude des transformations physico-chimiques de bitumes routiers français et américains. Thèse Science de Matériaux Université des Sciences et des Technologies de LILLE.

[11] Y. BRION, (1984). Structure colloïdale des bitumes. Relations entre composition-Structure-comportement. Rapports des laboratoires LCPC

- [12] G. RAMOND, C. SUCH, (1990). Bitumes et bitumes modifiés, Bulletin de liaison du Laboratoire Central des Ponts et de Chaussées, **168**, 65-89.
- [13] R. DRON, M. BESTOUGEFF, I.A. VOÏNOVITCH, (1978). Composition et structure chimique des bitumes, Rapport de recherche LCPC, **75**, 6-47.
- [14] F. FARCAS, C. SUCH (1991). Influence de la structure chimique des bitumes sur leur comportement rhéologique; description des méthodes analytiques utilisées. Journées d'études AFREM.
- [15] S.S. POLLACK, T.F. YEN. (1970)
Anal. Chem. **42(6)**, 623.
- [16] M. M'hammed MERBOUH (2010). Contribution à la modélisation du comportement rhéologique des enrobés bitumineux. Influence des conditions extrêmes de température et de trafic en fatigue. Thèse en Mécanique et Ingénierie. Université de Bordeaux-I.
- [17] M.M. BODUSZYNSKI, J.F. MC KAY, D.R. LATHAM (1980).Asphaltènes, Where are you? Proc., Association of Asphalt Paving Technologists, **49**, 123.
- [18] A.S. KOLBANOSKAJA, V.V. MIHAJLOV (1973). Les bitumes routiers. Transport, Moscou, (Traduction LCPC réf. 74T23, 77T14)
- [19] R. DRON, M. BESTOUGEFF, I.A. VOÏNOVITCH (1978). Contribution à l'étude des états structuraux des bitumes, Rapport de recherche LPC n°75, Paris.
- [20] J. F. CORTE, H. DI BENEDETTO (2004). Matériaux routiers bitumineux Tome 1, Description et propriétés des constituants. HERMES-LAVOISIER, Paris.
- [21] C. GAESTEL, R. SMADJA, K.A. LAMMAN (1971). Contribution à la connaissance des propriétés des bitumes routiers- rgra- 466 pp. 85- 94-.
- [22] C. BRAZILLET, J. DOMAS (2001). Caractérisation des déchets : le goudron dans les déchets du réseau routier
- [23] M. DURIEZ, J. ARRAMBIDE (1962). Nouveau Traité de Matériaux de Construction. Tome III - Liants et béton hydrocarbonés, 2e édition DUNOD, Paris.
- [24] N. TACHON. (2008). Nouveaux types de liants routiers ç hautes performances, à teneur en bitume réduite par addition de produits organiques issus des agro-ressources. THESE en Chimie Macromoléculaire et Supramoléculaire. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [25] WUITHIER P. (1972). LE P2TROLE6Raffinage et Génie chimique Tome I. TECNIP , Paris.
- [26] F. ROUESSAC, A. ROUESSAC (2004). ANALYSE CHIMIQUE : Méthode et techniques instrumentales modernes, Dunod, Paris, 6^e édition

[27] J. P. PFEIFFER, R.N.J. SAAL (1940). Asphaltic Bitumen as a colloïd system
J. Phys. Chem. **44(2)**, 139.

[28] SHELL (1991). Bitume : Techniques et Utilisation. Société des pétroles Shell, Direction
Bitumes.

[29] J.P. PFEIFFER (1950). The proprieties of asphaltic bitumen, ELSEVIER, New York.

[30] BITUME.INFO. (2005)- AMENAGER, CONSTRUIRE, INNOVER- NUMERO SPECIAL-1, Juin
2005

[31] F. MICHEL (2005). Roches et paysages, reflets de l'histoire de la Terre, Paris, Belin,
Orléans, BRGM éditions, (ISBN 2701140811), p. 60

[32] cours Routes Matériaux, Durabilité des chaussées MASTER 2 GENIE-CIVIL; chapitre VII les
granulats ; U.P.S. M2 UE1 2011/2012 Tome I.

Disponible sur :

<http://www-lmdc.insa>

[toulouse.fr/pres/mastergc/telechargement/pedagogie/COURS%20ROUTE%20UPS%20MASTER%202011%201%20Impression.pdf](http://www-lmdc.insa-toulouse.fr/pres/mastergc/telechargement/pedagogie/COURS%20ROUTE%20UPS%20MASTER%202011%201%20Impression.pdf)

[33] S.Ollier/C.Mauduit « Formulation des mélanges hydrocarbonés à chaud » ; Cotita Centre
Est – 3 juin 2010

[34] N. TAREK, « Caractérisation des propriétés mécaniques des enrobés bitumineux
recyclés ».

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTALE

IV.1.- IDENTIFICATION DE L'HUILE LOURDE

IV.1.1. – Densité

La mesure de la densité à 25 °C est faite en plaçant l'huile pendant 1h30 dans un bain thermostatique. On effectue les opérations suivantes :

- **(P1)** Godet + Verre = 105,41 g
- **(P2)** Godet + Verre + Eau =191,04 g
- **(V1)** Volume Godet : $P2-P1= 85,63 \text{ cm}^3$
- **(P3)** Godet + Verre + huile lourde = 153,41 g
- **(P4)** Poids de l'huile lourde : $P3 - P1 = 48 \text{ g}$
- **(P5)** Godet + Verre + Huile lourde + Eau = 182 g
- **(P6)** Poids d'eau restante : $P5 - P3 = 28,59 \text{ g}$
- **(V2)** Volume liant : $V1 - P6 = 57,04 \text{ cm}^3$
- **Densité du liant** : $\frac{P4}{V2} = 0,84$

On a pris la densité de l'eau égale 1 pour tous calculs de densité.

IV.1.2. – Chromatographie en phase gazeuse

• Appareillage

L'appareil de CPG VARIAN 3300 réunit dans un bâti unique, outre les trois modules classiques, injecteur, colonne et détecteur, un four thermostaté qui permet de porter, si nécessaire, la colonne à une température élevée. La phase mobile qui entraîne l'échantillon dans la colonne capillaire de type VB5 (Valco Bond) est un gaz de diazote N_2 , appelé gaz vecteur. Les débits, contrôlés avec précision, permettent une grande répétabilité des temps de rétention. L'analyse débute à l'instant où on introduit une très petite quantité de l'échantillon, sous forme liquide ou gazeuse, dans l'injecteur, qui a la double fonction de le porter à l'état de vapeur et de l'amener dans le flux gazeux en tête de la colonne. Celle-ci se présente comme un tube de faible section enroulé sur lui-même, de 30 m de longueur et contenant la phase stationnaire qui est le Méthylpolysiloxane. Cette colonne est placée dans une enceinte à température régulée. La phase gazeuse qui a traversé la colonne passe dans un détecteur à ionisation de flamme FID avant de sortir à l'air libre.

• Préparation de l'échantillon

Avant l'injection de l'échantillon à analyser dans l'appareil chromatographique, une purification est effectuée pour éliminer les composés soufrés, azotés ou oxygénés.

- Dans 10 mL d'hexane on dissout une prise d'échantillon de 0,5 g
- On verse un extrait de 5ml ce mélange dans une colonne de 30 cm et de 1 cm de diamètre remplie de 15 mL d'hexane, de 5g de gel de silice 60 230-400 mesh, d'alumine 70-230 mesh 10 g et de 1g Na_2SO_4 anhydre.

- On l'élue avec 20 mL d'hexane pour obtenir la première fraction aliphatique F1. La deuxième fraction aromatique F2 s'obtient avec 30 mL d'un gradient d'éluant de Hexane/Dichlorométhane (90/10).
- Les fractions éluées sont concentrées par soufflage à l'aide d'azote pour éliminer le solvant.
- On injecte une à une, 1mL de chaque fraction dans le chromatographe.

La température d'injection est de 100 °C, celle de la colonne de 60 °C au début d'injection et on l'augmente avec une vitesse de 3 °C/min jusqu'à 290 °C. La colonne est maintenue à 290 °C pendant 24 min tel que le détecteur à 300 °C.

Le signal traité par informatique donne le chromatogramme sur l'écran.

- **Etalonnage de l'appareil**

Plusieurs hydrocarbures purs ont été utilisés pour étalonner le chromatographe. Ils sont répertoriés dans les tableaux 24 et 25 ci-après.

Tableau 24: Tableau des étalons aromatiques

	NOMENCLATURE (dans l'ordre d'élution)	TEMPS DE RETENTION RELATIF
AROMATIQUES		
1	Naphtalène	18,9
2	1-Méthylnaphtalène	24,78
3	1-Ethylnaphtalène	28,62
4	Acenaphtylène	30,88
5	Acenaphtène	32,4
6	Fluorène	36,52
7	Phenanthrène	44,2
8	Anthracène	44,57
9	1-Méthylphenanthrène	49,4
10	3,6-Diméthylphenanthrène	52,22
11	Fluoranthène	54,03
12	Pyrène	55,78
13	1-méthylpyrène	60,58
14	Chrysène	66,25
15	Perylène	77,27
HAP (spécifiques)		
1	Benz(a)anthracène	65,85
2	Benzo(b)fluorathène	74,38
3	Benzo(k)fluorathène	74,55
4	Benzo(e)pyrène	76,28
5	Benzo(a)pyrène	76,63
6	Indeno(123cd)pyrène	86,18
7	Dibenz(ah)anthracène	86,52
8	Benzo(ghi)perylène	88,73

Tableau 25: Tableau des étalons aliphatiques

	NOMENCLATURE (dans l'ordre d'éluion)	TEMPS DE RETENTION RELATIF
ALIPHATIQUES		
1	n-C10	10,6
2	n-C12	19,53
3	n-C14	28,62
4	n-C16	37
5	n-C17	40,73
6	Pristane	41,2
7	n-Octadécène	44,42
8	n-C18	44,67
9	Phytane	45,03
10	n-C20	51,63
11	n-C21	54,93
12	n-C22	58,07
13	n-C24	63,98
14	n-C26	69,48
15	Squalane	71
16	n-C28	72,08
17	n-C30	79,67
18	n-C32	86,42
19	n-C34	96,22

IV.1.3. – Pénétrabilité à 25 °C**- Le pénétromètre Dow**

C'est un appareil avec table support en alliage léger muni d'écrous dénivellement, tige verticale avec système de réglage. La glissière est en laiton avec une chute libre. Le cadran Ø 150 mm est gradué en 360°, division 0.1 mm. Avec bouton poussoir d'arrêt et de commande, système de remise à zéro, système de réglage en micromillimètre, jeu de poids de 50 et 100 g, aiguille de pénétration et un miroir.

La pénétration est mesurée en dixième de millimètre par le déplacement d'une aiguille standard, positionnée verticalement.

Les conditions opératoires sont définies de la façon suivante :

- pénétrabilité inférieure ou égale à 350 x 0,1 mm : température de 25 °C, charge appliquée 100 g, durée d'application de la charge 5 s ;
- pénétrabilité supérieure à 350 x 0,1 mm : température d'essai de 15 °C, charge appliquée et durée d'application identiques.

- Avant perte **P** > 360 x 0,1 mm

- Après perte **P** > 360 x 0,1 mm

- Pourcentage de pénétration restant $\frac{\text{pénétration après}}{\text{pénétration avant}} \times 100 =$

- Valeur de l'indice de pénétrabilité (IP) : $IP = \frac{20-500A}{1+50A}$

Avec $A = \frac{\log_{10} 800 - \log_{10} P_{25}}{TBA - 25}$

IV.1.4. –Perte à la chaleur à 160°C pendant 5h

On effectue les mesures suivantes :

- (P1) Poids Godet = 55,43 g
- (P2) Poids Godet + Huile lourde avant étuvage = 127,91 g
- (P3) Poids Godet + Huile lourde après étuvage = 102,81 g
- (P4) Perte à la chaleur : P2 - P3 = 25,1 g

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = \frac{P4}{P2 - P1} \times 100$$

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = 34,63$$

IV.2.- CARACTERISTIQUES DE L'HUILE LOURDE APRES AJOUT DE 20% D'ELASTOMERE

IV.2.1. – Densité

Les conditions opératoires pour la détermination de la densité de l'huile lourde additionnée de 20 % d'élastomère sont données par le tableau 26

Tableau 26: Résultat de la densité de l'huile lourde mélangée avec le caoutchouc

Huile lourde + 20% de caoutchouc tamisé	1 ^{er} Essai	2 ^{ème} Essai
(P1) Godet + Verre	105,41 g	105,40
(P2) Godet + Verre + Eau	191,04 g	191,07
(V1) Volume Godet : P2 - P1	85,63 cm ³	85,66 cm ³
(P3) Godet + Verre + mélange	163,11	174,11
(P4) Poids de l'huile lourde : P3 - P1 =	57,7 g	67,87
(P5) Godet + Verre + Huile lourde + Eau	189,73 g	192,39
(P6) Poids d'eau restant : P5 - P3 =	26,62 g	18,28 g
(V2) Volume liant : V1 - P6 =	59,01 cm ³	67,38 cm ³
Densité = P4/V2	0,97	1,02
Moyenne	0,995	

IV.2.2. – Pénétrabilité à 25 °C (en 1/10 mm)

Les conditions opératoires sont les mêmes que pour l'huile lourde pure.

Avant perte : 222 ; 216 ; 219

moyenne = 219

Après perte : 197 ; 189 ; 186

moyenne = 190

- Pourcentage de pénétration restant : $\frac{\text{pénétration après}}{\text{pénétration avant}} \times 100 = 86,75$

- Valeur de l'indice de pénétrabilité (IP) : $IP = \frac{20-500A}{1+50A}$

$$\text{Avec } A = \frac{\log_{10} 800 - \log_{10} P_{25}}{TBA - 25} = 2,48$$

- IP = - 1,38

IV.2.3. – Température de ramollissement

Bille gauche : TBA = 30°C

Bille droite TBA = 31 °C

Moyenne = 30,5 °C

IV.2.4. –Perte à la chaleur à 160°C pendant 5h

(P1) Poids Godet = 55,43 g

(P2) Poids Godet + Mélange avant étuvage = 147,2 g

(P3) Poids Godet + Mélange après étuvage = 102,6 g

(P4) Perte à la chaleur : P2-P3 = 44,6 g

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = \frac{P4}{P2 - P1} \times 100$$

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = 48,6$$

IV.3. – CARACTERISTIQUES DE L’HUILE LOURDE APRES CHAUFFAGE AVEC 20% D’ELASTOMERE

IV.3.1. – Densité à 25 °C

La mesure de la densité est effectuée selon les conditions données au tableau 27.

Tableau 27: Densité de l’huile lourde après chauffage et addition de 20 % d’élastomère

Huile lourde + 20% de caoutchouc tamisé	1 ^{er} Essai	2 ^{ème} Essai
(P1) Godet + Verre	105,36 g	105,40
(P2) Godet + Verre + Eau	191,05 g	191,07
(V1) Volume Godet : P2 - P1	85,69 cm ³	85,67 cm ³
(P3) Godet + Verre + mélange	171,60	173,25
(P4) Poids de l’huile lourde : P3 - P1 =	66,24 g	67,85
(P5) Godet + Verre + Huile lourde + Eau	191,68 g	193,12
(P6) Poids d’eau restant : P5 - P3 =	20,08 g	19,87 g
(V2) Volume liant : V1 - P6 =	65,61 cm ³	65,80 cm ³
Densité = P4/V2	1,00	1,03
Moyenne	1,02	

IV.3.2. – Ductilité

- **Le ductilimètre** : Il permet de déterminer la ductilité des bitumes pur et des bitumes modifiés, autrement dit déterminer l'extension d'une brique en bitume molle sous des conditions contrôlées, et ce, avant sa fissure. Il consiste en un chariot se déplaçant sur des rails à l'aide d'un moteur électrique en état d'immersion dans un réservoir équipé de thermostat, de résistance de chauffage électrique en état d'immersion et d'un serpentin de refroidissement accouplé à une pompe. Il opère entièrement automatiquement à une vitesse de 50 mm/min et la course max est de 1500 mm. Le bâti est en acier inoxydable avec isolation en fibre de verre. L'appareil accepte jusqu'à 3 éprouvettes simultanément. il est muni de 3

moules à briquettes pour préparer les éprouvettes et 3 Plaques de base pour moules de briquettes.

IV.3.3. – Pénétrabilité à 25 °C avec 20% d'élastomère en 1/10 mm

- Avant perte : 87 ; 89 ; 89 moyenne = 88,33
- Après perte : 81 ; 81 ; 80,5 moyenne = 80,83

Pourcentage de pénétration restant : $\frac{\text{pénétration après}}{\text{pénétration avant}} \times 100 = 91,51$

- Valeur de l'indice de pénétrabilité (IP) : $IP = \frac{20-500A}{1+50A}$

$$\text{Avec } A = \frac{\log_{10} 800 - \log_{10} P_{25}}{TBA - 25}$$

- IP = - 0,10

IV.3.4. – Température de ramollissement

L'appareil Bille et Anneau comprend :

- deux anneaux en laiton,
- deux billes en acier de diamètre 9,53 mm,
- deux guides de centrage en laiton, Bécher en verre
- un Thermomètre allant de -2 à + 80°C,
- un spatule.

Les valeurs trouvées sont :

Bille gauche : TBA = 49 °C

Bille droite = 49 °C

Moyenne 49 °C.

IV.3.5. – perte à la chaleur à 160°C pendant 5h

(P1) Poids Godet = 55,43 g

(P2) Poids Godet + Huile lourde avant étuvage = 111,15 g

(P3) Poids Godet + Huile lourde après étuvage = 111,12 g

(P4) Perte à la chaleur : P2 - P3 = 0,03 g

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = \frac{P4}{P2 - P1} \times 100$$

$$\% \text{ Perte à la chaleur} = 0,05$$

IV.4. – ETUDE DE FORMULATION D'ENROBE A CHAUD 0/12,5 AVEC L'HUILE MELANGEE AVEC DU CAOUTCHOUC ET SANS DOPE

IV.3.5. – Composition granulométrique du granite

La composition granulométrique du granite est donnée au tableau 28.

Tableau 28: Composition granulométrique de granite

Composition granulométrique	FORMULE A	FORMULE B
Fine 0/3 (%) :	20	20
intermédiaire 3/8 (%)	35	35
Gravillons 8/12,5 (%)	45	45
Proportion en élastomère (%)	20	33,33
Teneur en liant (%)	6,5	5

IV.3.6. – Essai MARSHALL

Mode opératoire

Préparation du mélange et confection des éprouvettes

Dans un récipient métallique pouvant contenir environ 2000 cm³, on verse 1200 g d'enrobé de granulats reconstituée à partir de 2, 3 ou 4 classes granulaires dont les pourcentages varient en fonction de l'enrobé désiré. Le mélange est porté à 15 °C avant d'être versé dans le moule Marshall. On place un disque de papier filtre sur le mélange et on procède au compactage à raison de 50 coups sur chacune des deux faces de l'éprouvette pour les routes (70 coups pour l'aérodrome). Le compactage doit se faire en maintenant verticale la tige de la dame et on laisse tomber le marteau 50 fois. On démonte et on remonte ensuite le moule en intervertissant la base et la hausse. Enfin, on démoule et on passe à la confection de l'éprouvette suivante. Le nombre d'éprouvettes à confectionner pour chaque dosage en liant est de cinq (5) dont les deux (2) seront à utiliser pour la détermination de la densité apparente de l'enrobé par pesée hydrostatique. Les trois autres sont conservées à l'air libre pendant 5 heures avant d'être immergées dans un bain hydrostatique réglé à 60°C pendant 30 min.

Ecrasement des éprouvettes

L'éprouvette sortie du bain hydrostatique est placée dans l'appareil Marshall constitué par deux mâchoires s'appuyant sur deux génératrices opposées d'une presse pouvant développer 2 tonnes pendant l'écrasement qui est diamétral; la vitesse de presse devant être constante et égale à 0,845 mm/seconde.

Tableau 29 : Composition massique de deux formules A et B pour une éprouvette Marshall

COMPOSITION MASSIQUE	FORMULE A	FORMULE B
Fine 0/3 [g]	240	240
Intermédiaire concassé 3/8 [g]	420	420
Gravillon concassé 8/12,5 [g]	540	540
Proportion d'élastomère [g]	15,6	20
Teneur en liant [g]	78	60

Tableau 30 : Résultats de l'écrasement MARSHALL de 60 kN après 24 h la formule A

		1 ^{er} Essai		2 ^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1193,0		1173,5	
Poids dans l'eau (g)		665		653	
Volume (cm ³)		528		520,5	
Densité		2,25		2,25	
Epaisseur		6,55/6,5/6,57		6,53/6,58/6,52	
		Moyenne = 6,54		Moyenne = 6,54	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	28	30	29	36
	Après	100	100	100	100
Stabilité (daN)		300		280	

Tableau 31: Résultats de l'écrasement MARSHALL de 60 kN après 24 h de la formule B

		1 ^{er} Essai		2 ^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1118,6		1220,5	
Poids dans l'eau (g)		659,5		680	
Volume (cm ³)		459,1		540,6	
Densité		2,44		2,26	
Epaisseur		6,76/6,65/6,5		6,77/6,82/6,94	
		Moyenne = 6,64		Moyenne = 6,84	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	35	30	34	11
	Après	95	83	80	62
Stabilité (daN)		120		260	

IV.3.6. – Essai DURIEZ

Mode opératoire

Préparation du mélange et confection des éprouvettes

Dans le cas de l'essai L.C.P.C. Duriez, le poids de granulats considéré est de 1000 g, le pourcentage de bitume est le pourcentage optimal de bitume trouvé à partir de l'essai Marshall. Les granulats et le bitumes ont mis dans un récipient métallique puis le mélange est porté par chauffage à 140 °C. Le moulage des éprouvette Duriez se fait à l'aide de moules cylindriques de 80 mm de diamètre inférieur et de 150 mm de hauteur. Le compactage se fait à la presse CBR avec une pression de 120 kg / cm², cette pression est appliquée en une minuté et maintenue pendant cinq minutes. On réalise généralement sept(7) éprouvettes pour une même teneur en liant dont: une (1) est réservée à la détermination de la densité apparente par pesée hydrostatique; trois (3) éprouvettes à écraser après sept (7) jours de conservation à 18 °C à l'air libre; trois (3) éprouvettes à écraser après sept (7) jours de conservation à 18°C dans l'eau.

Ecrasement des éprouvettes

L'écrasement se fait à l'aide d'une presse à la vitesse de 1 mm/seconde avec un avancement contrôlé. On note l'effort maximum, converti en résistance exprimée en kg/cm^2 , On note également l'écrasement au moment de la rupture et on détermine l'indice d'affaissement qui est le rapport de l'écrasement sur la hauteur initiale de l'éprouvette. Pour les éprouvettes immergées, on détermine le pourcentage d'absorption ou d'imbibition qui est le rapport de l'augmentation de poids sur le poids initial. Le gonflement volumétrique est le rapport entre l'augmentation de volume et le volume initial.

Tableau 32: Composition massique de la formule A pour une éprouvette Duriez

COMPOSITION MASSIQUE	FORMULE A
Fine 0/3 [g]	210
Intermédiaire concassé 3/8 [g]	367,5
Gravillon concassé 8/12,5 [g]	472,5
Proportion d'élastomère [g]	13,65
Teneur en liant [g]	68,25

Tableau 33: Résultats de l'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1044	1038,5
Poids humide (g)	X	1084,5
Hauteur avant (cm)	9,61/9,67/6,65	9,63/9,64/9,65
Hauteur après (cm)	9,18/9,15/9,20	9,23/9,19/9,15
Stabilité (daN)	90	80
Rapport de RC'/RC	0,89	

IV.5. – ETUDES DE FORMULATIONS D'ENROBE CHAUD 0/12,5 AVEC L'HUILE LOURDE EVAPOREE

IV.5.1. – Composition granulométrique de granulat de granite des trois formules

Tableau 34: Composition granulométrique de granite pour les trois formules

Composition granulométrique	FORMULE C	FORMULE D	FORMULE E
Fine 0/3 (%) :	17	20	23
intermédiaire 3/8 (%)	35	38	38
Gravillons 8/12,5 (%)	48	42	39
Proportion en élastomère (%)	20	20	20
Teneur en liant (%)	5,5	5,5	5,5

Tableau 35: Composition massique des formules C,D et E pour une éprouvette Marshall

COMPOSITION MASSIQUE	FORMULE C	FORMULE D	FORMULE E
Fine 0/3 [g]	204	204	276
Intermédiaire concassé 3/8 [g]	420	456	456
Gravillon concassé 8/12,5 [g]	576	504	468
Proportion d'élastomère [g]	13,2	13,2	13,2
Teneur en liant [g]	66	66	66

➤ **Essai MARSHALL**

- Prise pour la confection d'une éprouvette 1200 g.

Tableau 36: Résultats Marshall de la formule C

		1 ^{er} Essai		2 ^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1067,5		1196,0	
Poids dans l'eau (g)		580,5		657,5	
Volume (cm ³)		487		538,5	
Densité		2,19		2,22	
Epaisseur		6,32/6,27/6,21		6,96/7,7/7,2	
		Moyenne = 6,26		Moyenne = 7,29	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	27	29	31	29
	Après	74	70	80	62
Stabilité (daN)		790		840	

Tableau 37: Résultats d'écrasement MARSHALL de D

		1 ^{er} Essai		2 ^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1214,5		1199,0	
Poids dans l'eau (g)		674,0		670,0	
Volume (cm ³)		540,5		529	
Densité		2,25		2,27	
Epaisseur (cm)		6,91/6,97/6,92		6,67/6,73/6,73	
		Moyenne = 6,93		Moyenne = 6,71	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	29	30	25	28
	Après	96	93	100	96
Stabilité (daN)		600		500	

Tableau 38: Résultats d'écrasement MARSHALL de la formule E

		1 ^{er} Essai		2 ^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1198		1145	
Poids dans l'eau (g)		657,5		616	
Volume (cm ³)		540,5		529	
Densité		2,22		2,16	
Epaisseur (cm)		6,8/6,87/6,9		6,72/6,75/6,8	
		Moyenne = 6,85		Moyenne = 6,75	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	0	20	26	27
	Après	70	64	69	63
Stabilité (daN)		600		980	

➤ **Essai DURIEZ**

Prise pour la confection d'une éprouvette :1050 g

Tableau 39: Composition massique des formules C, D et E pour une éprouvette Duriez

COMPOSITION MASSIQUE	FORMULE C	FORMULE D	FORMULE E
Fine 0/3 [g]	178,5	210	241,5
Intermédiaire concassé 3/8 [g]	367,5	399	399
Gravillon concassé 8/12,5 [g]	504	441	409,5
Proportion d'élastomère [g]	11,55	11,55	11,55
Teneur en liant [g]	57,75	57,75	57,75

Tableau 40: Résultats de l'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de C

	Eprouvette à l'air(RC)	Eprouvette dans l'eau(RC')
Poids sec (g)	936	932,5
Poids humide (g)	X	968,5
Hauteur avant (cm)	8,85/8,84/8,89	8,52/8,53/8,53
Hauteur après (cm)	8,51/8,69/8,64	8,37/8,4/8,28
Stabilité (daN)	2250	1885

• DENSITE APPARENTE D'UNE EPROUVETTE DURIEZ(γ_d)

Poids sec (P1) :1109,5 g

Poids paraffiné à l'air (P2) : 1134 g

Poids paraffine (P3) : 24,5 g

Poids paraffiné dans l'eau (P4) : 589 g

Volume paraffine (V1) : $P3/d = 27,22 \text{ cm}^3$ avec $d = 0,9$

Volume paraffiné (V2) : $P2-P4 = 545 \text{ cm}^3$

Volume d'éprouvette (V3) : $V2-V1 = 451,67 \text{ cm}^3$

Densité apparente $\gamma_d = P1/V3 = 2,14$

Tableau 41: Résultats de l'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de D

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1039,0	1055,0
Poids humide (g)	X	1062
Hauteur avant (cm)	9,6/9,12/9,6	9,0/9,6/9,3
Hauteur après (cm)	9,12	9,12
Stabilité (daN)	1700	1500
Rapport de RC'/RC	0,88	

Tableau 42: Résultats de l'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de E

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1044,14	1052,78
Poids humide (g)	X	1107,5
Hauteur avant (cm)	9,59/9,6/9,6	9,98/9,93/9,95
Hauteur après (cm)	9,3	9,7
Stabilité (daN)	1280	1000
Rapport de RC'/RC	0,78	

IV.6. – ETUDES DE FORMULATIONS D'ENROBE CHAUD 0/12,5 AVEC L'HUILE LOURDE EVAPOREE AVEC OPTIMISATION DES RESULTATS ANTERIEURS.

Granulats utilisés pour les formules qui vont suivre : basalte de LA = 14,54 et MDE = 18

- Densité apparente de granulats :

Fine 0/3 : 1,520

intermédiaire 3/8 : 1,488

Gravillons 8/12,5 : 1,591

- Poids spécifique γ_s :

Fine 0/3 : 2,943 T/m³

Intermédiaire 3/8 : 2,951 T/m³

Gravillons 8/12,5 : 2,935 T/m³

$$\gamma_s \text{ agregats} = \frac{100}{\frac{\%G}{\gamma_{SG}} + \frac{\%g}{\gamma_{Sg}} + \frac{\%f}{\gamma_{Sf}}} \gamma_s \text{ agregats} = 2,944 \text{ T/m}^3$$

γ_{SG} : poids spécifique de gravillon

γ_{Sg} : poids spécifique d'intermédiaire

γ_{Sf} : poids spécifique de fine

- Composition granulométrique de granulat de basalte pour chaque formule

Tableau 43: Composition granulométrique de granite pour les trois formules

Composition granulométrique	FORMULE F	FORMULE G	FORMULE H	FORMULE I
Fine 0/3 (%) :	40	43	40	40
intermédiaire 3/8 (%)	37	36	23	37
Gravillons 8/12,5 (%)	23	21	37	23
Proportion en élastomère (%)	20	20	20	25
Teneur en liant (%)	4,45	4,45	4,5	4,5
Dope de Zycotherm	1‰			

Tableau 44 : Composition massique de quatre formules pour une éprouvette Marshall

COMPOSITION MASSIQUE	FORMULE F	FORMULE G	FORMULE H	FORMULE I
Fine 0/3 [g]	480	5016	480	480
Intermédiaire concassé 3/8 [g]	444	432	276	444
Gravillon concassé 8/12,5 [g]	276	252	444	276
Proportion d'élastomère [g]	10,68	10,68	10,8	13,5
Teneur en liant [g]	53,4	53,4	54	54

- **Essai MARSHALL**

Prise pour la confection d'une éprouvette 1200 g :

Tableau 45: Résultats d'écrasement des éprouvettes MARSHALL pour la formule F

		1 ^{er} Essai		2 ^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1223,0		1218,5	
Poids dans l'eau (g)		706		710	
Volume (cm ³)		517		508,5	
Densité		2,37		2,4	
Epaisseur (cm)		6,39/6,36/6,35		6,52/6,39/6,36	
		Moyenne = 6,37		Moyenne = 6,42	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	35	22	26	34
	Après	75	80	56	59
Stabilité (daN)		1200		920	

Tableau 46: Résultats d'écrasement à MARSHALL de la formule G

		1^{er} Essai		2^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1211		1219,5	
Poids dans l'eau (g)		703,5		695,5	
Volume (cm ³)		507,5		524	
Densité		2,37		2,33	
Epaisseur (cm)		6,41/6,4/6,39		6,51/6,51/6,46	
		Moyenne = 6,4		Moyenne = 6,49	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	30	27	30	33
	Après	88	86	80	84
Stabilité (daN)		880		920	

Tableau 47: Résultats Marshall de la formule H

		1^{er} Essai		2^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1233,5		1238	
Poids dans l'eau (g)		752,5		747,5	
Volume (cm ³)		481		490,5	
Densité		2,56		2,52	
Epaisseur (cm)		6,26/6,44/6,32		6,50/6,49/6,55	
		Moyenne = 6,34		Moyenne = 6,51	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	19	34	28	35
	Après	60	71	59	60
Stabilité (daN)		900		920	

Tableau 48: Résultats Marshall de la formule I

		1^{er} Essai		2^{ème} Essai	
Poids à l'air (g)		1196		1199,5	
Poids dans l'eau (g)		713,5		726,5	
Volume (cm ³)		482,5		473	
Densité		2,48		2,54	
Epaisseur (cm)		6,09/6,09/6,07		6,12/6,12/6,09	
		Moyenne = 6,04		Moyenne = 6,11	
Fluage en 1/10mm		Gauche	Droite	Gauche	Droite
	Avant	28	28	35	12
	Après	71	59	74	59
Stabilité (daN)		960		940	

➤ **Essai DURIEZ**

Prise pour la confection d'une éprouvette 1050 g.

Tableau 49: Composition massique de quatre formules pour une éprouvette Duriez

COMPOSITION MASSIQUE	FORMULE F	FORMULE G	FORMULE H	FORMULE I
Fine 0/3 [g]	420	451,5	420	420
Intermédiaire concassé 3/8 [g]	388,5	378	241,5	388,5
Gravillon concassé 8/12,5 [g]	241,5	220,5	388,5	241,5
Proportion d'élastomère [g]	9,35	9,35	11,55	11,81
Teneur en liant [g]	46,73	46,73	47,25	47,25

Tableau 50: Résultats d'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de F

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1050	1046,5
Poids humide (g)	X	1199,5
Hauteur avant (cm)	8,99/9,3/9,05	9,87/9,82/9,81
Hauteur après (cm)	9,04/9,01/9,04	9,84/9,83/9,79
Stabilité (daN)	1520	940
Rapport de RC'/RC	0,62	

- DENSITE APPARENTE D'UNE EPROUVETTE DURIEZ DE F(γ_d)
 - Poids sec (P1) : 1051,5 g
 - Poids paraffiné à l'air (P2) : 1072,5 g
 - Poids paraffine (P3) : P2-P1 = 21 g
 - Poids paraffiné dans l'eau (P4) : 597,5 g
 - Volume paraffine (V1) : P3/d = 23,33 cm³ avec d = 0,9
 - Volume paraffiné (V2) : P2-P4 = 475 cm³
 - Volume d'éprouvette (V3) : V2-V1 = 451,67 cm³
 - Densité apparente $\gamma_d = P1/V3 = 2,33$
- POIDS SPECIFIQUE γ_s
- Densité du solvant(toluène) : 0,86

Tableau 51: Résultat du poids spécifique

REFERENCE PYCNOMETRE	7	4
Poids du pycnomètre (P1)	102	92,5
Volume du pycnomètre	105	106,5
Poids échantillon + pycnomètre (P2)	263,95	255,71
Poids échantillon + pycnomètre + solvant (P3)	303,78	296,5
Pois échantillon (P4)= P2-P1	161,95	159,21
Poids du solvant (P5) =P3-P2	39,83	40,79
Volume du solvant (V2) = P5/0,86	46,31	47,43
Volume échantillon (V3) =V1-V2	58,69	59,07
Poids spécifique $\gamma_s = P4/V3$	2,76	2,7
Moyenne	2,73	

Tableau 52: Résultats d'écrasement après 7 jours de la formule G

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1090	1049,5
Poids humide (g)	X	1104,5
Hauteur avant (cm)	9,61/9,57/9,53	9,14/9,12/9,17
Hauteur après (cm)	9,57	9,13
Stabilité (daN)	1200	1000
Rapport de RC'/RC	0,83	

- DENSITE APPARENTE D'UNE EPROUVETTE DURIEZ DE G (γ_d)

Poids sec (**P1**) : 1054,5 g

Poids paraffiné à l'air (**P2**) : 1082,5 g

Poids paraffine (**P3**) : **P2 - P1** = 28 g

Poids paraffiné dans l'eau (**P4**) : 572,5 g

Volume paraffine (**V1**) : **P3/d** = 23,33 cm³ avec d = 0,9

Volume paraffiné (**V2**) : **P2 - P4** = 510 cm³

Volume d'éprouvette (**V3**) : **V2 - V1** = 476,89 cm³

Densité apparente γ_d = **P1/V3** = 2,21

Tableau 53: Résultats de l'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de H

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1049	1047,5
Poids humide (g)	X	1081,5
Hauteur avant (cm)	8,95/88,8/8,90	8,89/8,90/8,89
Hauteur après (cm)	8,68/8,69/8,75	8,57/8,66/8,76
Stabilité (daN)	1400	1240
Rapport de RC'/RC	0,89	

- DENSITE APPARENTE D'UNE EPROUVETTE DURIEZ DE H (γ_d)

Poids sec (**P1**) : 1061,5 g

Poids paraffiné à l'air (**P2**) : 1074 g

Poids paraffine (**P3**) : **P2-P1** = 12,5 g

Poids paraffiné dans l'eau (**P4**) : 620 g

Volume paraffine (**V1**) : **P3/d** = 13,89 cm³ avec d = 0,9

Volume paraffiné (**V2**) : **P2-P4** = 454 cm³

Volume d'éprouvette (**V3**) : **V2-V1** = 440,11 cm³

Densité apparente γ_d = **P1/V3** = 2,41

- POIDS SPECIFIQUE γ_s

- Densité du solvant (toluène) : 0,86

Tableau 54: Résultat du poids spécifique de la formule E

REFERENCE PYCNOMETRE	7	4
Poids du pycnomètre (P1)	102	92,5
Volume du pycnomètre	105	106,5
Poids échantillon + pycnomètre (P2)	262,38	254,96
Poids échantillon + pycnomètre + solvant (P3)	302,44	295,66
Pois échantillon (P4)= P2-P1	160,38	158,4
Poids du solvant (P5) =P3-P2	40,06	40,7
Volume du solvant (V2) = P5/0,86	46,58	47,33
Volume échantillon (V3) =V1-V2	58,42	59,17
Poids spécifique $\gamma_s = P4/V3$	2,75	2,68
Moyenne	2,72	

Tableau 55: Résultats de l'écrasement à la presse MARSHALL de 60 kN après 7 jours de l

	Eprouvette à l'air (RC)	Eprouvette dans l'eau (RC')
Poids sec (g)	1048,5	1072
Poids humide (g)	X	1117
Hauteur avant (cm)	8,95/88,91/8,94	9,14/9,16/9,23
Hauteur après (cm)	8,78/8,63/8,74	8,94/9,1/9,08
Stabilité (daN)	1400	1240
Rapport de RC'/RC	0,89	

- DENSITE APPARENTE D'UNE EPROUVETTE DURIEZ DE H (γ_d)

Poids sec (**P1**) :1049 g

Poids paraffiné à l'air (**P2**) : 1057 g

Poids paraffine (**P3**) : **P2-P1** = 8 g

Poids paraffiné dans l'eau (**P4**) : 620 g

Volume paraffine (**V1**) : **P3/d** = 5,89 cm³ avec d = 0,9

Volume paraffiné (**V2**) : **P2-P4** = 443 cm³

Volume d'éprouvette (**V3**) : **V2-V1** =434,17 cm³

Densité apparente $\gamma_d = P1/V3 = 2,42$

Tableau 56: Composition massique de refus au tamis de fraction granulométrique de F

Prise 0/3 : 1187,5 g

Prise 3/8: 2095 g

Prise 8/12,5 : 3606,5 g

Module AFNOR	Tamis en mm	Poids en grammes			Refus cumulés			POURCENTAGE					
		8/12,5	3/8	0/3	8/12,5	3/8	0/3	Cumulé			Complémentaire		
								8/12,5	3/8	0/3	8/12,5	3/8	0/3
42	12,5	16			16			0,44			100		
41	10	1738			1754			48,63			51		
40	8	1656	185		3410	185		94,55	0,88		5	99	
38	5	194	1213		3604	1398		99,93	66,73		0	33	
37	4		386			1784			85,15			15	
35	2,5												
34	2		306,5	186,5		2090,5	186,5		99,78	18,08		0	82
31	1			209,5			396			38,40			62
28	0,5			155			551			53,44			47
26	0,315			65,5			616,5			59,79			40
24	0,2			76			687,5			66,68			33
22	0,125			75			762,5			73,95			26
20	0,08			67,5			830			80,50			20
Filler	0,08			196			1026			99,51			0

Tableau 57: Composition massique de refus au tamis de fraction granulométrique de G

Prise : 1187,5 g

Prise : 2095 g

Prise : 3606,5

Module AFNOR	Tamis en mm	Poids en grammes			Refus cumulés			POURCENTAGE					
		8/12,5	3/8	0/3	8/12,5	3/8	0/3	Cumulé			Complémentaire		
								8/12,5	3/8	0/3	8/12,5	3/8	0/3
42	12,5	16			16			0,44			100		
41	10	1738			1754			48,63			51		
40	8	1656	185		3410	185		94,55	0,88		5	99	
38	5	194	1213		3604	1398		99,93	66,73		0	33	
37	4		386			1784			85,15			15	
35	2,5												
34	2		306,5	295		2090,5	295		99,78	18,08		0	82
31	1			255			550			38,40			62
28	0,5			205			755			53,44			47
26	0,315			92			847			59,79			40
24	0,2			85			932,5			66,68			33
22	0,125			94			1026,5			73,95			26
20	0,08			93			1119,5			80,50			20
Filler	0,08			60,5			1180			99,51			0

Nom et Prénom : MENAGIANA Jean Grigaut
Adresse : Cité Universitaire Ankatso II B Bloc 55 porte 03 A
Tél : +261348062005/+261349083238
Email : mjgiana@gmail.com

Titre : « CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'AMELIORATION DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DE L'HUILE LOURDE DE TSMIRORO PAR AJOUT D'ELASTOMERE DANS LA FABRICATION DU BETON BITUMINEUX SEMI GRENU »

Résumé

L'objectif de ce présent travail est d'améliorer le comportement rhéologique de l'huile lourde de Tsimiroro afin de l'utiliser pour la fabrication d'enrobé dense à chaud pour couche de roulement des routes.

Les mesures de la densité et de la viscosité permettent de classer cette huile dans la catégorie A des huiles lourdes. L'étude chromatographique en phase gazeuse montre qu'elle est constituée de 80 % d'hydrocarbures saturés et de 20% d'aromatiques. La perte au chauffage pendant 57h à 250-280 °C s'élève à 51%.

L'addition d'élastomère de 20 %, à l'huile lourde après chauffage, permet de l'assimiler à du bitume de classe 80/100. Ce mélange sert pour la formulation d'enrobé BBSG 0/12,5 en l'utilisant comme liant. Il forme 4,5 % de la masse de granulat à base de basalte et, additionné de 1⁰/₀₀ de dope d'adhésivité, donne les meilleurs résultats des essais Duriez et Marshall.

Mots clés : huile lourde, chromatographie, perte à la chaleur, rhéologie, basalte, élastomère, dope d'adhésivité, formulation.

Title: « CONTRIBUTION TO THE STUDY OF IMPROVING RHEOLOGICAL BEHAVIOUR OF TSMIRORO HEAVY OIL BY ADDING ELASTOMER IN THE MANUFACTURE ASPHALT CONCRETE SEMI GRENU »

Abstract

The objective of the present work is to improve the rheological behavior of heavy oil of Tsimiroro for use for the manufacture of dense hot mix for wearing course of roads.

Measurements of the density and viscosity can classify this oil in the A category of heavy oils. Chromatographic study gas phase shows that it consists of 80 % of saturated hydrocarbons and 20% aromatics. The loss on heating for 57h at 250-280 °C is 51 %.

The addition of elastomer 20 %, heavy oil after heating, let's compare it to class 80/100 bitumen. This mixture is used for the coated formulation BBSG 0 / 12.5 by using it as a binder. It forms 4.5% of the mass of basalt basic granulate and, supplemented with 1⁰/₀₀ of adhesion agent, gives the best results Duriez and Marshall test.

Keywords: heavy oil, chromatography, heat loss, rheology, basalt, elastomer, adhesion agent, formula.

Rapporteurs Monsieur RAFENOMANANTSOA Alphonse, Professeur Titulaire

Adresse : PEI R 312, BP 906 Université d'Antananarivo

Email : rafenoalph@yahoo.fr

Monsieur RANDRIAMALALA Tiana Richard, Ingénieur Docteur

Adresse : LNTPB, Alarobia, 101 Antananarivo

Email : randriamalalatiana@gmail.com