

DEPOSITION DES ASPHALTENES

CANQ
TR
GE
RC
157

901243

DEPOSITION DES ASPHALTENES

Préparé par: Richard F. Tessier
Etudiant stagiaire
Laboratoire Central
Ministère des Transports.

Ste-Foy, le 19 avril 1979.

QTRD

—
CANQ
TR
GE
RC
157

MINISTÈRE DES TRANSPORTS
CENTRE DE DOCUMENTATION
*30, CHEMIN SAINTE-FOY
6^e ÉTAGE
QUÉBEC (QUÉBEC)
G1S 4X9

REÇU
CENTRE DE DOCUMENTATION
2 8 AVR. 2006
TRANSPORTS QUÉBEC

METHODE POUR EVALUER LE TEMPS
DE DEPOSITION DES ASPHALTENES

(DEGRE DE PEPTISATION)

INTRODUCTION

Plusieurs tentatives ont été faites afin de mettre en corrélation les propriétés physico-chimiques des bitumes et des différents mélanges de béton bitumineux. Certes, la difficulté majeure de ces travaux prend naissance à travers les variétés de pétrole brut extrait des différentes raffineries. Certains entrepreneurs prétendent que vu la détérioration toujours remarquée de mélange bitumineux, même de bonne qualité, qu'ils sont en mesure d'exiger certaines données supplémentaires par rapport au bitume. En dépit du non succès total des études déjà entreprises en ce domaine, il est maintenant devenu urgent de consacrer cette étude à la compatibilité des différentes macromolécules des bitumes.

En 1960, Mertens (1) trouve une relation linéaire entre la dispersion des asphaltènes et la vitesse de désagrégation. Deux ans plus tard, Greenfeld (2) élabore une méthode en fonction de la rapidité de filtration des asphaltènes et en conclut que le temps de filtration est directement proportionnel à la durabilité du bitume dans le mélange. En 1977, Hoiberg et Suhaka (3) combinent ces deux concepts et développent une méthode "Temps de Déposition des Asphaltènes (TDA)". Cette méthode consiste

-
- (1) E.W. Mertens, "Predicting Weatherability of Coating-Grade Asphalt from Asphaltene Characteristics, "ASTM Bulletin No 250 (1960), pp. 40-41.
 - (2) S.H. Greenfeld et J.R. Wright, "Four Methods for Predicting the Durability of Roofing Asphalts", Nats. Res. and Stds., No 9 am. Soc. Testing Nats. (1962), pp. 738 - 745.
 - (3) A.J. Hoiberg and S.C. Suhaka, communication privée.

en un test rapide qui permet normalement de prédire le taux de désagrégation des mélanges de béton bitumineux sur route. Elle nous permet également de connaître la miscibilité de tel ou tel autre bitume ou adjuvant afin de mieux maximiser les propriétés du produit attendu.

Dans le but de bien fonder ces hypothèses de 1977 au niveau de la province de Québec, le Ministère des Transports, au Laboratoire Central, a bien voulu mettre à la disposition des intéressés cette étude faite pour les produits d'ici, pour améliorer les performances de cet élément si complexe des pétroles.

METHODE POUR EVALUER LE TEMPS
DE DEPOSITION DES ASPHALTENES

(TDA)

APPAREILS

La suite d'appareils que voici sont recommandés pour évaluer le TDA.

- 1- Un agitateur magnétique ainsi qu'une barre de teflon magnétique de 7.9 x 25.4 mm.
- 2- Un ballon à fond rond avec bouchon 24/40 de 100 ml.
- 3- Un cylindre gradué de 50 ml avec bouchon 24/40 de $\phi = 25.4$ mm, d'une hauteur de 254 mm, gradué au 1 ml.
- 4- Une pipette de 50 ml.
- 5- Un chronomètre à déclic.
- 6- Une lampe à forte intensité (lampe de poche).
- 7- Un anneau de liège rond de 76 mm.
- 8- Un entonnoir de 64 mm de ϕ , faisant un angle de 60° avec une tige de 64 mm.
- 9- Une seringue de 10 ml avec une aiguille hypodermique épointée.
- 10- Un bain à température constante de 20°C pouvant recevoir un ballon de 100 ml et un cylindre gradué.

REACTIFS ET MATERIELS

Solvant: Hexane normal, pur à 99 mole pour cent (Fisher Δ H 301 ou équivalent).

- 4 -

Bitumes: Bitume de pénétration et viscosité variée, récupéré par la méthode "Abson" ou par la méthode de Montréal, bitume et adjuvant mélangés.

Adjuvants: Adjuvant de type "L".

ANALYSES

Mesure de viscosité: Appareil pour déterminer la viscosité absolue à 60°C selon les normes de ASTM D-2171-66.

Appareil pour déterminer la viscosité cinématique à 135°C selon les normes de ASTM D-2170-76.

Pénétration: Un pénétromètre pour évaluer la pénétration des bitumes selon les normes de ASTM D-5-73.

MANIPULATION POUR LE TDA

Précipitation des asphaltènes: Deux grammes de bitume, une barre de teflon magnétique et 50 ml de n-hexane sont placés dans un ballon à fond rond de 100 ml. Le bitume doit se trouver dans la partie inférieure du ballon, en évitant toutefois qu'il gêne la rotation de la barre de teflon. Aussi, pour éviter toute évaporation du solvant durant la dissociation et la mise en solution d'une partie du bitume, mouiller le bouchon avec l'hexane normal et insérer dans l'ouverture du ballon en tournant. Le ballon, fermé hermétiquement, est suspendu à 13 mm au-dessus de la plaque magnétique. La vitesse de rotation de la barre de teflon est ajustée de telle sorte qu'un petit vortex soit formé au centre du ballon. A la suite d'une demi-heure de rotation, la paroi intérieure du ballon peut être dégagée du bitume y adhérant par un mouvement de va et vient de la barre au moyen d'un aimant permanent. Ensuite, placer le ballon dans un bain à température constante de 20°C, toujours suspendu au-dessus de la plaque magnétique. La rotation de la barre pour agiter la solution se poursuit 24 heures additionnelles. Par précaution, on peut, après 7 ou 10 heures, nettoyer les parois du ballon comme décrit précédemment.

Procédure de transfert: Cette opération marque le moment critique de cette expérience et doit être faite exactement de la même façon pour chacune des déterminations à venir. Voici la procédure à suivre:

- 1- Retirer le ballon du bain, essuyer et sécher. Nettoyer la paroi intérieure du ballon à l'aide de l'aimant.
- 2- Placer le ballon sur un anneau de liège de 76 mm, placer sur la plaque magnétique et faire tourner la barre rapidement. Libérer le bouchon de l'ouverture sans toutefois l'en retirer.
- 3- Emplir une seringue de 10 ml avec 10 ml de n-hexane.
- 4- Placer le cylindre gradué de 50 ml dans le bain à température constante de 20°C avec un entonnoir dans l'ouverture.
- 5- Mettre en marche le chronomètre à déclic, puis immédiatement, en une seule opération, sans rien perdre, enlever le bouchon de l'ouverture du ballon et transvider le contenu dans l'entonnoir du cylindre gradué.
- 6- Rapidement, rincer le ballon, la barre de teflon et l'entonnoir à l'aide du contenu de la seringue préparée antérieurement. Ensuite, fermer le cylindre gradué avec son bouchon.

Déposition des asphaltènes: Pour faciliter les lectures du niveau de déposition des asphaltènes, sous les maltènes, une pièce dans l'obscurité est recommandée.

- 1- A l'aide d'une lampe de haute intensité, estimer et enregistrer le volume des asphaltènes déposées à $\pm 0,1$ ml à toutes les 5 minutes. La première lecture est prise lorsque les asphaltènes ont atteint un volume de 50 ml ou moins. Certains bitumes ont un taux de déposition très lent et nécessitent un minimum de temps allant jusqu'à 20 minutes avant d'atteindre le niveau de 50 ml.

- 2- Porter en graphique les lectures de volume en fonction du temps. Le TDA est défini comme étant le temps en minutes pour que la déposition des asphaltènes atteigne 25 ml dans le cylindre gradué. S'il est désiré, les lectures en deça de 25 ml peuvent être prises afin d'évaluer l'allure de la courbe sous le TDA. Un histogramme peut être établi à partir de plusieurs données pour mieux faire les comparaisons possibles.

ANALYSE DES RESULTATS

OBJECTIFS

Cette nouvelle méthode suggérée par Hoiberg et Suhaka n'est pas encore normalisée par une quelconque association. Cependant, selon l'avis des innovateurs, cette méthode a pour but d'évaluer la miscibilité et le taux de désagrégation des bitumes mis en présence dans un mélange, comme il en a été fait mention antérieurement.

Pour évaluer s'il y a ou non miscibilité entre les bitumes mis en cause ou encore voir si un adjuvant influence le comportement des bitumes dans le mélange, voici le mode d'évaluation.

Après avoir déterminé les TDA des deux bitumes qui nous intéressent, on trace, sous forme d'histogramme, les résultats obtenus. En séparant les deux colonnes de l'histogramme de dix intervalles égaux, on trace, du sommet des deux colonnes, une droite qui détermine les TDA optimums de tous les mélanges possibles tel que l'indiquent les pourcentages en abcisse.

RESULTATS OBTENUS

L'étude de cette nouvelle méthode a été faite sur des bitumes extraits de vieux pavage concassé provenant de la route 311 entre Val Barette et Lac des Ecorces. On a également étudié des bitumes 150-200, 200-300 et 300-400 originaux et vieilliss dans une étuve en couche mince durant cinq heures (tableau I, figure I).

Dans le cas des bitumes 150-200, 200-300 et 300-400, on note une valeur du temps de déposition des asphaltènes toujours supérieure sur les bitumes vieilliss en couche mince. Il semblerait que plus un bitume original est mou, plus son temps de déposition est faible, cependant cela ne semble pas toujours être affirmatif pour les bitumes récupérés de vieux pavage.

Comme le paragraphe précédent nous le laisse présumer, il serait presque normal que les temps de déposition des asphaltènes des bitumes récupérés de vieux pavage soient plus élevés étant donné des valeurs de pénétration très basses. Comme de fait, on obtient des temps de déposition très élevés si on se fit à la moyenne des résultats obtenus tel que l'indiquent le tableau II et les figures correspondantes.

On a aussi comparé les temps de déposition des asphaltènes de bitume récupéré de deux façons différentes, soit par la méthode utilisée par la ville de Montréal (4) ou par la méthode Abson ASTM D-1856-75 (5). La compilation des résultats démontre des pénétrations et teneurs en asphaltènes presque identiques, quelle qu'en soit la méthode utilisée pour la récupération, mais les viscosités cinématiques et absolues varient un peu. On constate également que l'augmentation des viscosités à propos des bitumes récupérés par la méthode Abson va de pair avec une augmentation du temps de déposition. Ainsi donc, cette nouvelle méthode suggérée peut nous être d'un grand secours pour expliquer le fait que des bitumes ayant des pénétrations et teneurs en asphaltènes identiques n'aient pas nécessairement des viscosités identiques.

En fait, une récupération, faite par la méthode Abson ou la méthode de la ville de Montréal, semble avoir une influence tant qu'à la forme des asphaltènes que l'on retrouve, puisque la quantité en poids (% asphaltène) ne diffère pas beaucoup, mais la déposition varie. On devrait donc s'attendre à avoir des molécules complexes plus grosses après la récupération par la méthode Abson, car la viscosité est beaucoup plus grande. Or, affirmer positivement cette dernière assertion est très difficile, car les recherches au niveau des asphaltènes ne sont pas très faciles, vu la complexité des molécules formant les asphaltènes.

(4) Montreal Method for Recovery of Asphalt from Bituminous Mixtures, Control and Research Laboratory Department of Publics Works, novembre 1962.

(5), 1978 Annual Book of ASTM Standards, part 15, U.S.A., page 581.

On croit que le temps de déposition des asphaltènes peut nous indiquer si nous avons miscibilité totale ou partielle de deux bitumes lorsque nous fabriquons des mélanges. Si ces dernières hypothèses s'avèrent véridiques, on peut juger de la qualité des mélanges que nous avons faits lors d'une étude de recyclage. Les graphiques de III à VIII nous indiquent que le mélange fait à partir d'un bitume 300-400 et adjuvant (1% de la teneur en bitume) serait idéal pour avoir une bonne qualité de liant dans le mélange bitumineux.

Le bitume 300-400 avec la teneur en adjuvant de 1% est la meilleure solution qui semble optimiser les qualités du produit recyclé, si on considère le maximum des temps de déposition des asphaltènes obtenu sur les bitumes récupérés par la méthode de la ville de Montréal. Il est bien entendu que les temps de déposition des mélanges ont été pris sur des bitumes récupérés par la méthode de la ville de Montréal également, car on a observé antérieurement une différence notable entre les deux méthodes, ce qui pourrait affecter nos résultats finaux.

Les mélanges faits à partir des bitumes 150-200 et 300-400 avec adjuvant pourraient aussi être bons, mais avec un bitume 200-300 avec ou sans adjuvant, il ne faudrait pas s'attendre à un excellent résultat concernant le mélange des bitumes. On note, pour ces derniers mélanges, des temps de déposition supérieurs aux vieux mélanges, ce qui laisse présumer une plus grande oxydation de ces bitumes mélangés, attendu qu'une plus grande teneur en asphaltènes augmente le temps de déposition (voir un bitume original comparativement à un vieux bitume récupéré).

CONCLUSIONS

La méthode suggérée dans ce rapport semble idéale pour prévoir la qualité des mélanges que nous voulons fabriquer, surtout dans le cadre des futurs projets de recyclage qui s'annoncent dans la province de Québec. Cependant, une modification pourrait aider à améliorer la méthode:

- L'utilisation d'une pièce tempérée à 25°C (ou 20°C) faciliterait de beaucoup les manipulations en évitant de travailler dans l'eau et laisser l'opportunité aux techniciens d'utiliser un agitateur électrique.

En effet, durant l'essai de cette méthode au laboratoire, nous avons remarqué que l'arrêt de l'agitateur durant les 24 heures influence grandement les résultats finaux. En fait, pour l'essai, nous avons des agitateurs fonctionnant à l'aide d'un compresseur ou d'un vide produit par une trompe à eau et de légères variations du compresseur ou de la pression d'eau amenant les problèmes rencontrés; c'est pourquoi l'utilisation d'un agitateur électrique est recommandée. C'est aussi pour cette raison que nous avons tracé une droite partant du sommet du maximum des temps de déposition des asphaltènes obtenus, l'arrêt de l'agitateur produisant une diminution du temps de déposition. C'est également pour cette raison que certaines variations du temps de déposition ont pu être notées comme le montrent les histogrammes.

La méthode semble donc bonne dans l'ensemble et il faudrait poursuivre les recherches dans ce domaine. Ne serait-ce que pour prévoir les qualités du mélange à fabriquer lors des projets de recyclage, cette méthode doit tendre à être normalisée, car, dans la réalité, nous ne mélangeons pas toujours des bitumes identiques.

Tableau I - TDA des bitumes et bitumes + adjuvant

Bitume 150/200 de Golden Eagle (TDA : 64 min.)

Pénétration (mm/10) : 174

Viscosité absolue (poises) : 713

Viscosité cinématique (mm²/sec) : 235

Teneur en asphaltène (%) : 10,0

Bitume 150/200 de Golden Eagle après T.F.O.T. (TDA : 87 min.)

Pénétration (mm/10) : 100

Viscosité absolue (poises) : 1588

Viscosité cinématique (mm²/sec) : 310

Bitume 200/300 de Pétero-Fina (TDA : 23 min.)

Pénétration (mm/10) : 203

Viscosité absolue (poises) : 501

Viscosité cinématique (mm²/sec) : 226

Teneur en asphaltène (%) : 8,8

Bitume 200/300 de Pétero-Fina après T.F.O.T. (TDA : 39 min.)

Pénétration (mm/10) : 145

Viscosité absolue (poises) : 809

Viscosité cinématique (mm²/sec) : 330

Bitume 300/400 de Pétero-Fina (TDA : 21 min.)

Pénétration (mm/10) : 295

Viscosité absolue (poises) : 308

Viscosité cinématique (mm²/sec) : 170

Teneur en asphaltène (%) : 6,3

Bitume 300/400 de Pétero-Fina après T.F.O.T. (TDA : 30 min.)

Pénétration (mm/10) : 187

Viscosité absolue (poises) : 490

Viscosité cinématique (mm²/sec) : 217

Tableau II - TDA des échantillonsMéthode de Montréal

échantillon	pénétration (mm/10)	viscosité absolue-cinématique		asphaltène (%)	TDA (min.)
		(poises)	(mm ² /sec)		
1	21	55930	1247	18,2	99
2	22	50055	1178	17,3	75
3	20	49620	1150	18,4	113
4	21	72808	1254	17,7	76
5	19	47439	1129	18,1	85
6	20	70804	1358	18,2	65
7	20	71831	1578	18,8	95
8	21	52186	1192	21,2	34

Méthode Abson

échantillon	pénétration (mm/10)	viscosité absolue-cinématique		asphaltène (%)	TDA (min.)
		(poises)	(mm ² /sec)		
1	24	111907 (50%)	1650 (76%)	18,0	80
2	22	89453 (56%)	1609 (73%)	18,6	163
3	22	91151 (54%)	1558 (74%)	18,0	150
4	21	157781 (46%)	1773 (71%)	---	120
5	23	208968 (23%)	2034 (56%)	----	148
6	23	152422 (46%)	1891 (72%)	19,8	192
7	23	66015 (109%)	1499 (105%)	17,9	99
8	22	77321 (67%)	1430 (83%)	19,5	119

Figure 1

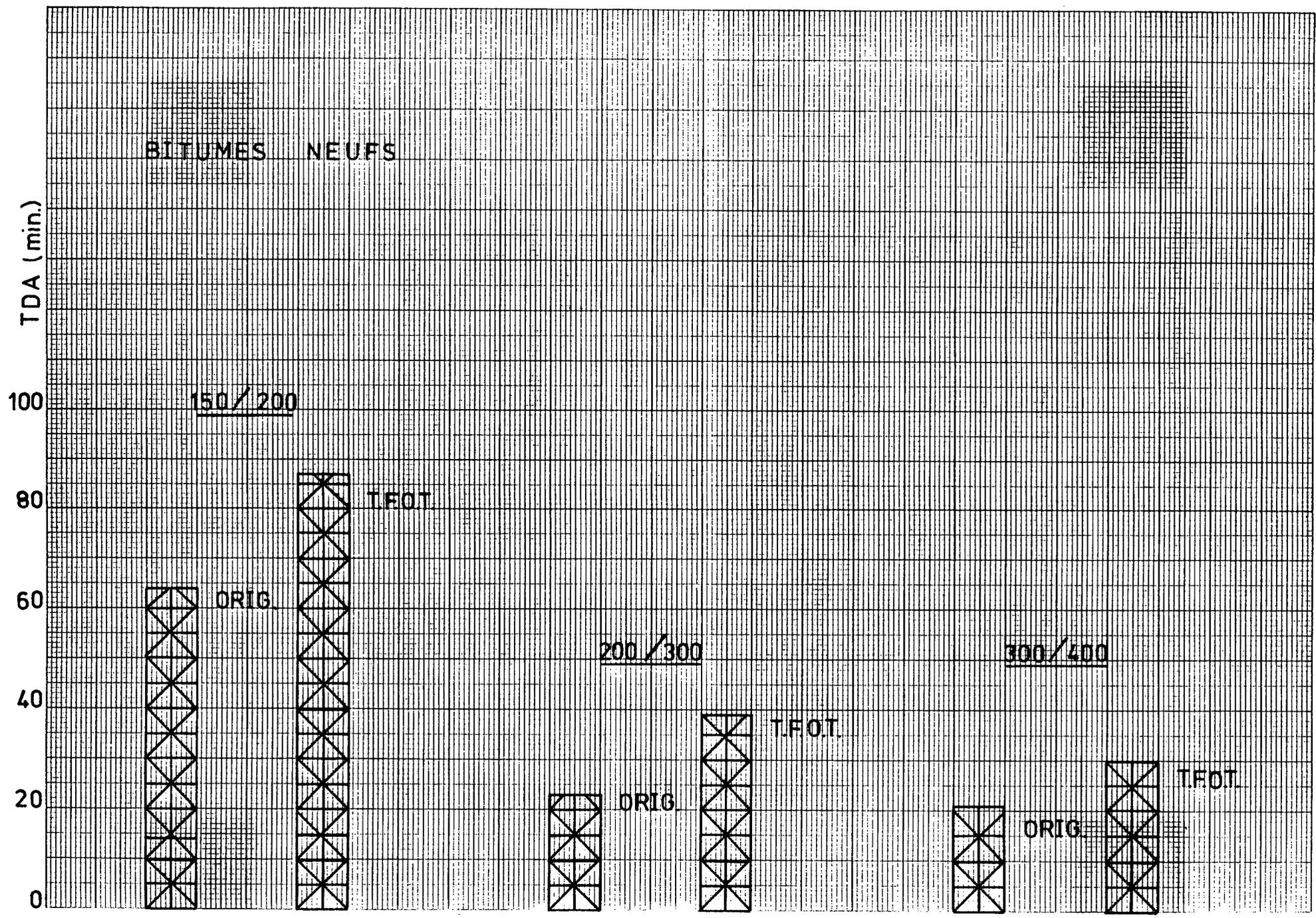


Figure 2

T D A
DES BITUMES RÉCUPÉRÉS PAR
LA MÉTHODE DE MONTRÉAL

120
100
80
60
40
20
0

① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧

10 X 10 TO THE CENTIMETER 10 X 25 CM.
K&E KEUFFEL & ESSER CO. MADE IN U.S.A.
TDA (min) 46 1512

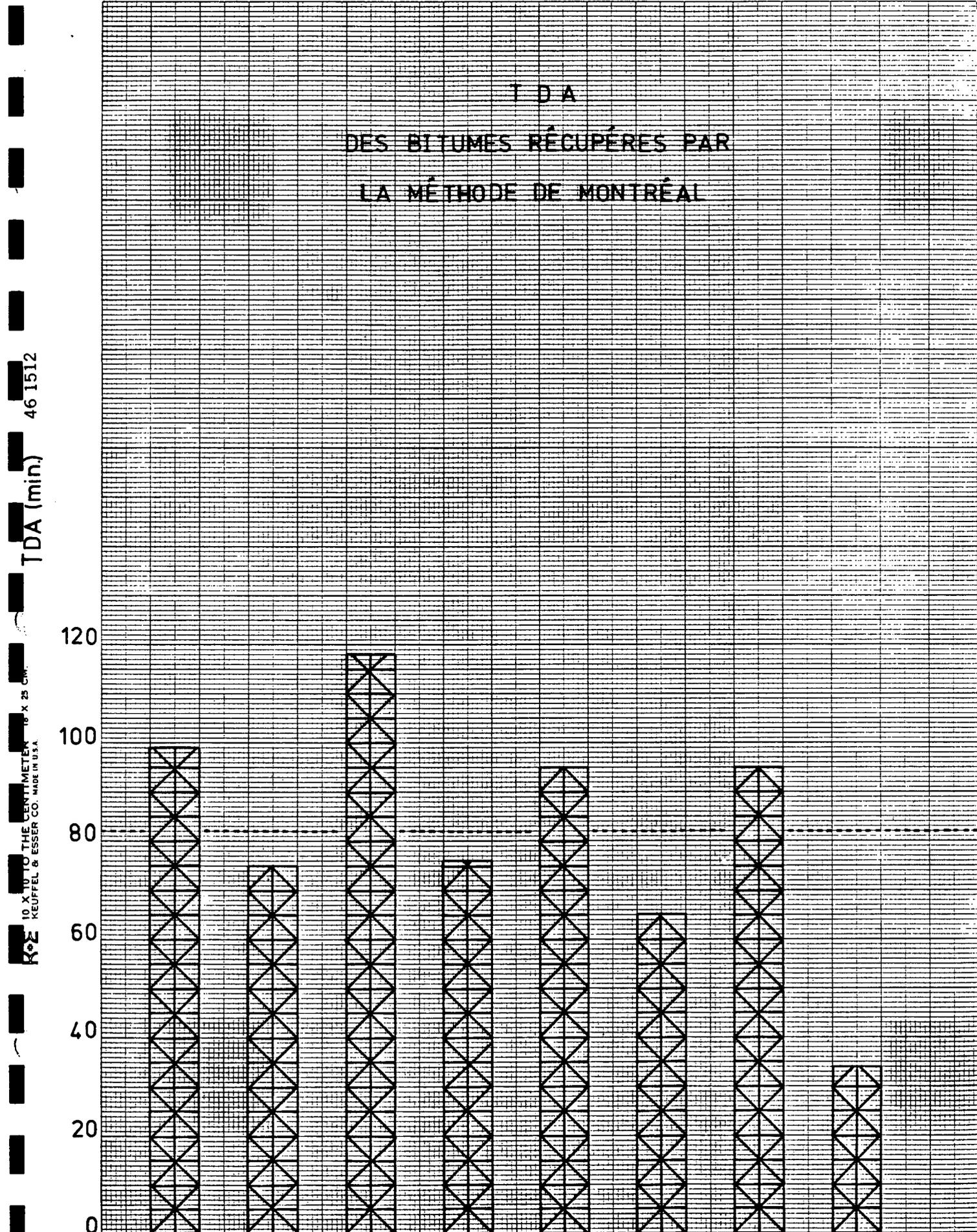


Figure 3

10 X 10 TO THE CENTIMETER
KEUFFEL & ESSER CO. MADE IN U.S.A.
K&E

TDA (min) 46 1512

T D A
DES BITUMES RÉCUPÉRÉS PAR
LA MÉTHODE "ABSON"

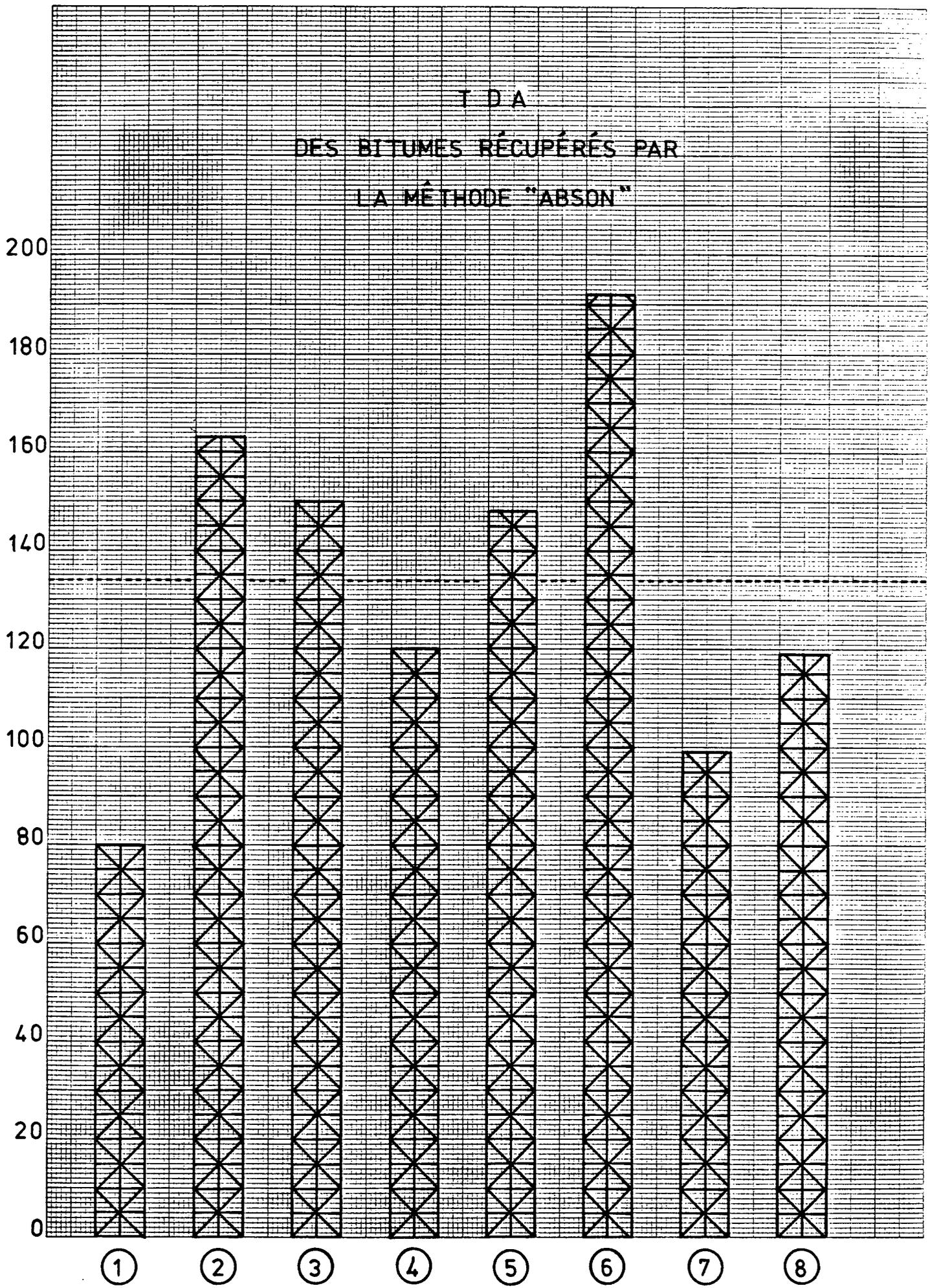


Figure 4

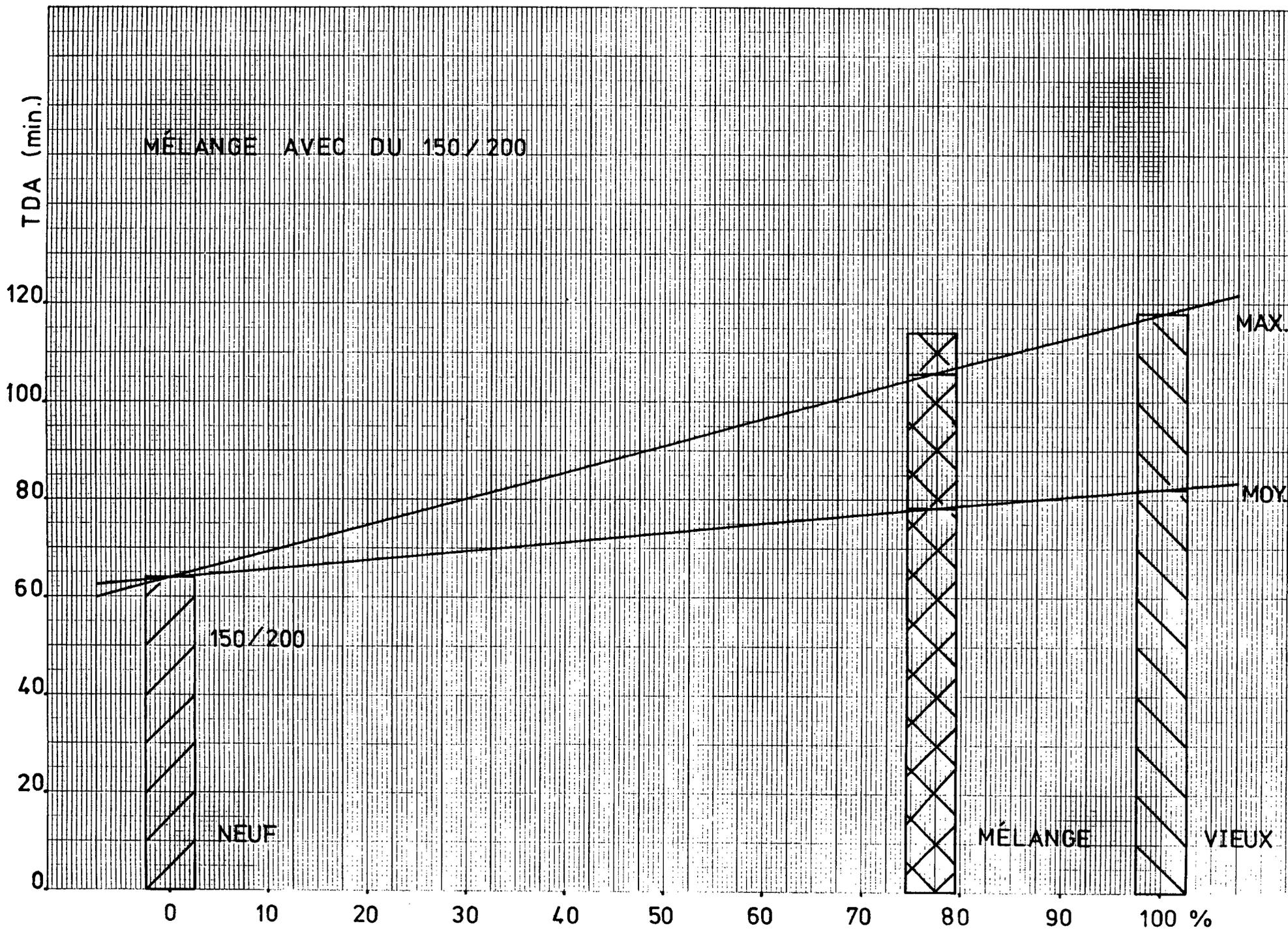


Figure 5

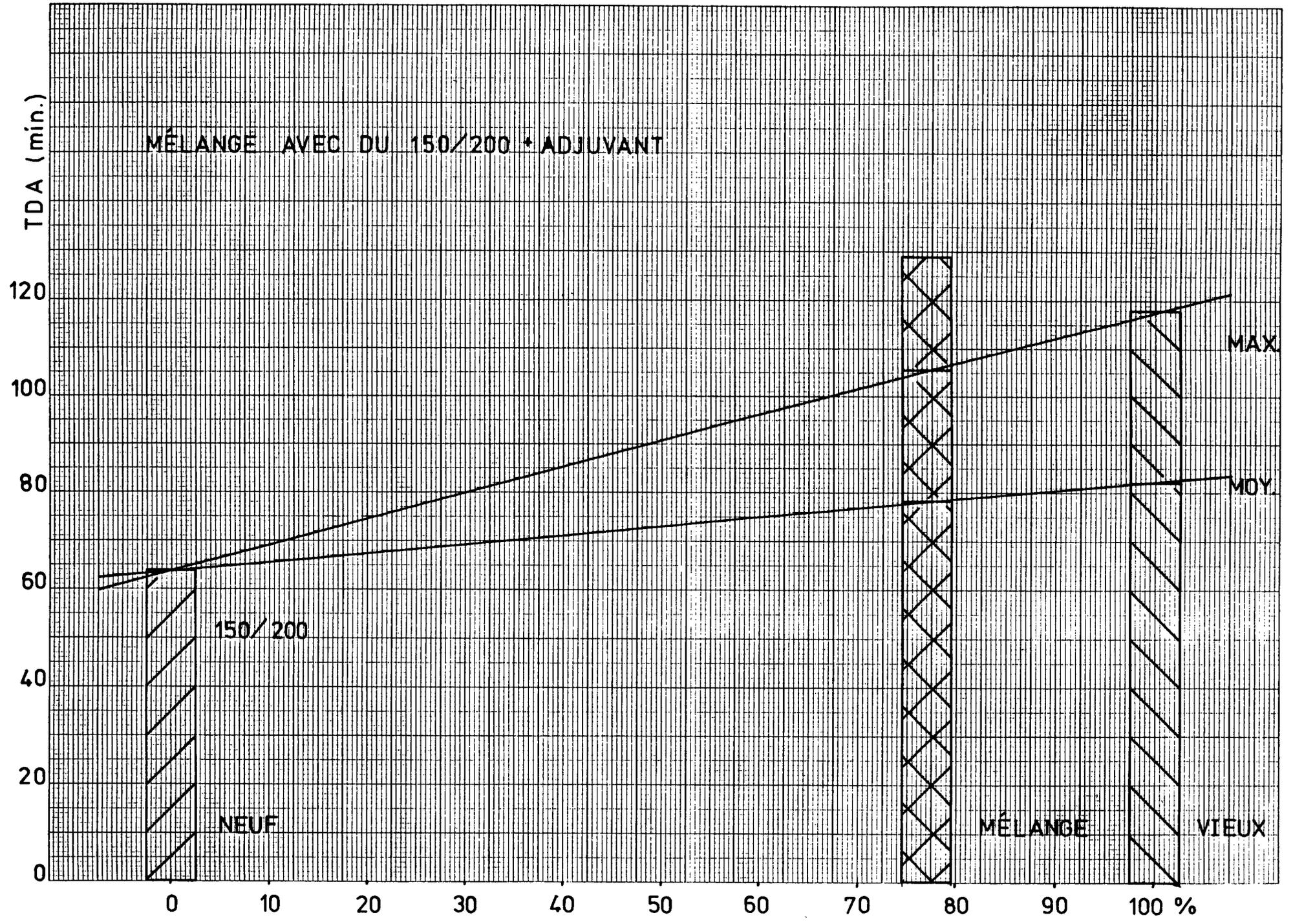


Figure 6

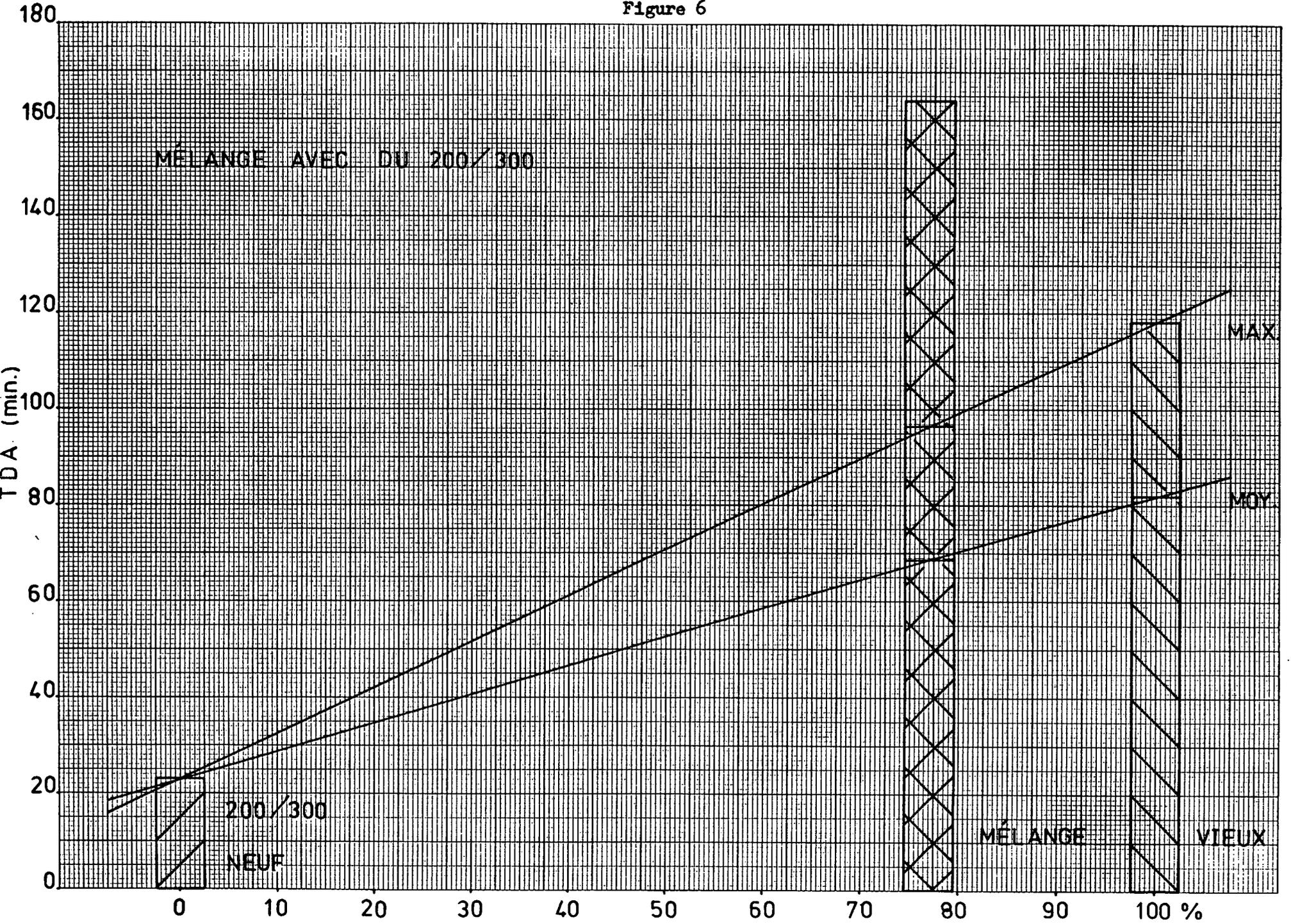


Figure 7

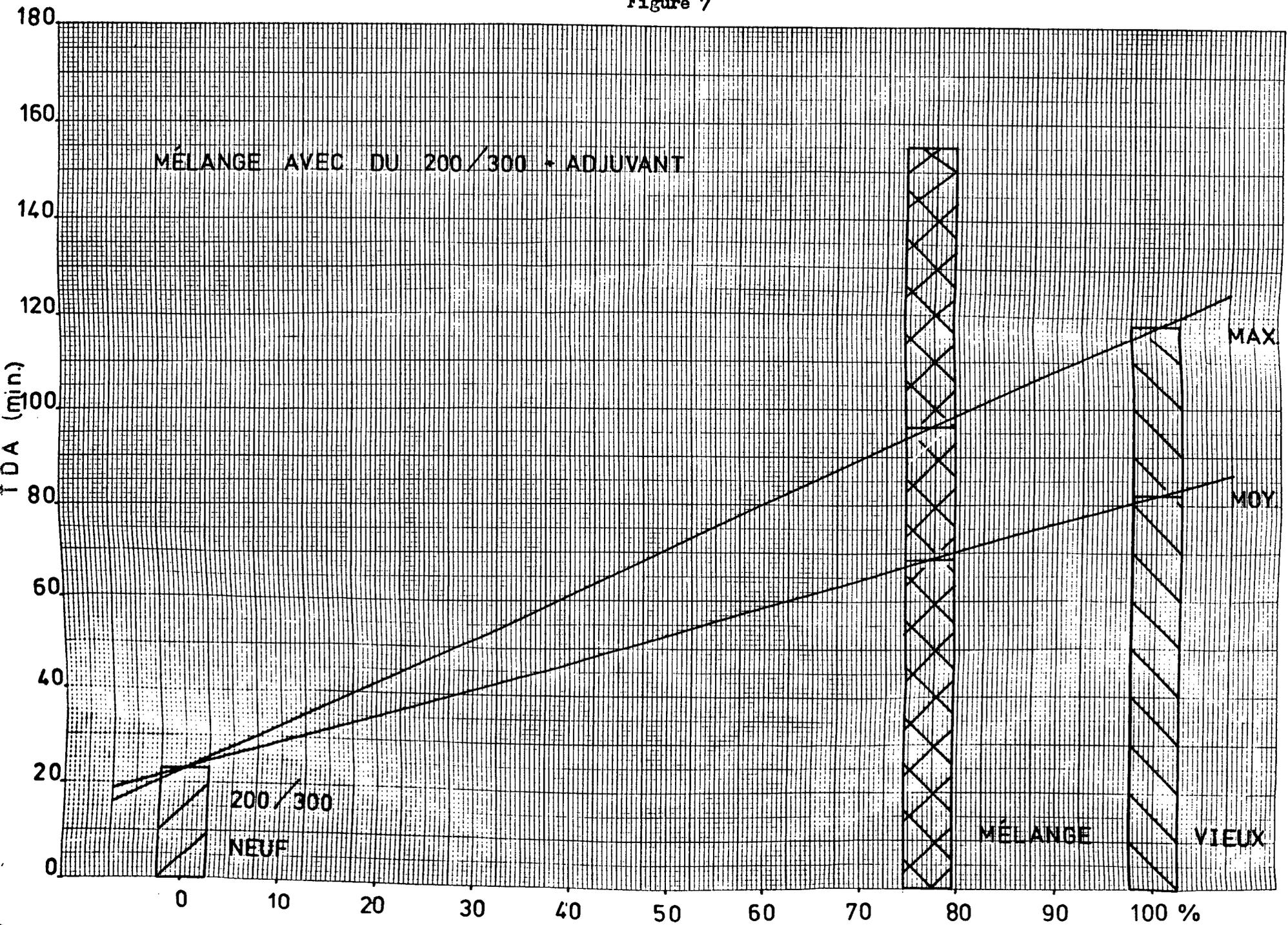


Figure 8

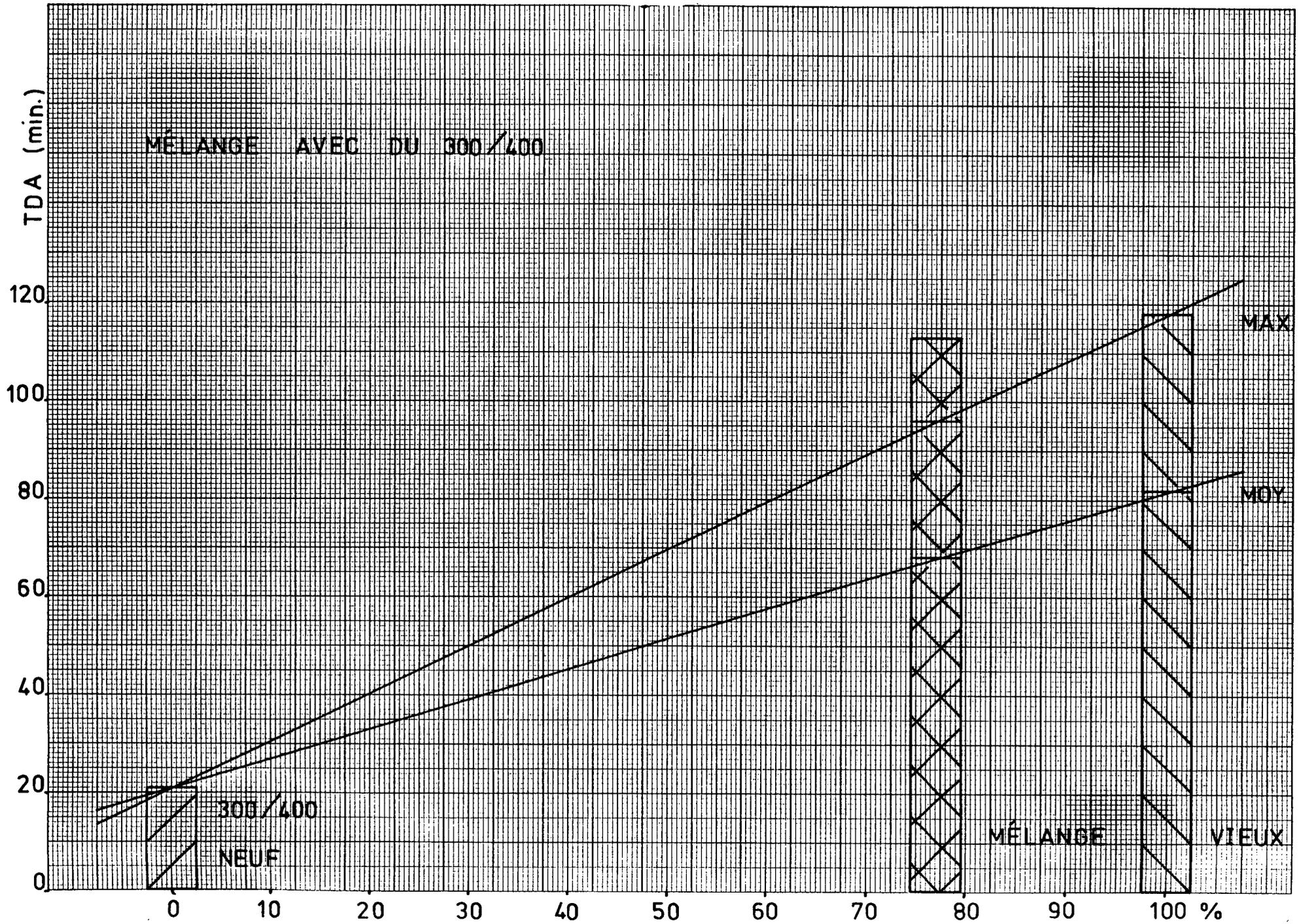
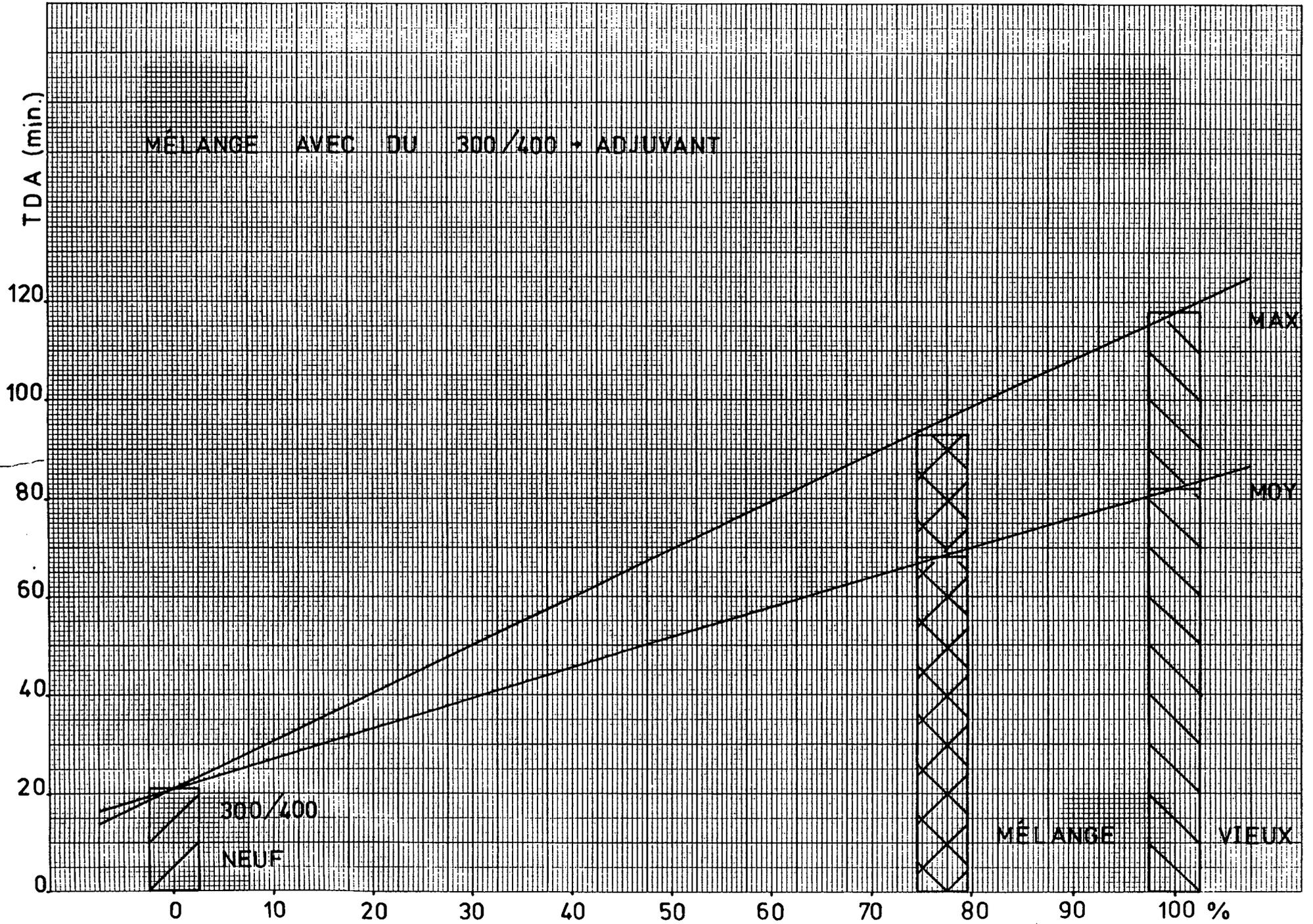


Figure 9



MINISTÈRE DES TRANSPORTS



QTR A 226 693