

# Liants anhydres de répannage ou d'enrobage : la route se met au vert

Jean-Pierre ANTOINE  
Jérôme MARCILLLOUX

Appia, direction R & D (Corbas),  
centre d'étude et de recherche,  
8, rue du Dauphiné,  
BP 357,  
69960 Corbas cedex, France  
<jmarcilloux@appia.eiffage.fr>

D'usage courant dans les techniques routières, les fluxants ou fluidifiants ont pour fonction d'optimiser la rhéologie des liants bitumineux dans un certain nombre d'applications. On peut noter le cas des liants de répannage, des liants d'enrobage, de recyclage, encore ces différents types de liants peuvent-ils utiliser ces produits bitumineux sous formes anhydres ou émulsionnées. Ces fluxants ou fluidifiants ont pour fonction de ramollir le bitume pendant son stockage et sa mise en œuvre, puis par évaporation d'assurer une remontée en consistance du produit final. À l'heure actuelle, la majorité des fluxants utilisés sont issus de la chimie de la houille (origine carbochimique) ou de la distillation du pétrole (origine pétrochimique). Ils comportent de grandes quantités de composés organiques volatils (COV) qui s'évaporent dans l'atmosphère.

## Recherche de solutions alternatives

Tous les producteurs de solutions bitumineuses fluidifiées ou fluxées sont directement concernés par les nombreux impacts environnementaux négatifs des ajouts de fluxants libérés. De plus, leur usage est dangereux et inconfortable (vapeurs désagréables et danger d'inflammabilité). L'utilisation actuelle de ces fluxants se justifie seulement sur le plan technique, car ceux-ci rendent tous les services « techniques » escomptés.

Ainsi, toute solution alternative doit impérativement atteindre le même niveau de performances.

Le service Recherche et Développement d'Appia s'est, depuis 1996, intéressé à la mise au point de telles solutions [1-5].

### Objectifs qualitatifs de base

Le nouveau fluxant doit être un bon solvant du bitume, qui puisse le « ramollir » (diminuer sa

**Abstract:** Since 1996, Appia has developed a new generation of fluxes for bitumen. Vegetable Oil Methyl Ester were chosen because of their ability to thin these binders. They were used instead of petroleum or carbochemical derivatives to avoid the emission of fumes and VOC and to work below the flash point of the resulting binder. Today, thousand tons of VOME are used each year in applications that go from surface dressing to asphalt mixes or to recycling technologies. A joint venture between Diester Industrie and Appia has been created to sell the technology to any interested customer

**Key words:** VOME, asphalt, road, flux

Tableau 1. Composition en acides gras des huiles de colza, soja, tournesol et lin.

		Colza	Soja	Tournesol	Lin
Acides gras saturés	%	7	20	15	7
Acides gras mono-insaturés	%	63	20	17	18
Acides gras polyinsaturés	%	30	60	68	75

viscosité) suffisamment pour faciliter sa mise en œuvre (répannage), assurer un bon mouillage (enrobage) des minéraux concernés, puis conduire à une remontée de consistance (augmentation de la viscosité) dans des délais courts.

### Impact environnemental, pouvoir solvant, siccation

L'usage d'huiles végétales mélangées aux bitumes [7] est reconnu depuis longtemps dans certaines réalisations. Cette piste méritait d'être examinée à la lumière des nouveaux objectifs à atteindre. Ces huiles végétales, matières premières renouvelables, facilement disponibles et à des prix intéressants, présentaient beaucoup d'intérêt. Elles ne génèrent aucun effet environnemental défavorable (pas d'évaporation, donc pas de COV), sont de bons solvants du bitume, produisent peu de fumées (leur température de combustion est élevée), contrairement aux fluxants classiques. Le seul point à maîtriser était de pouvoir compter sur une réaction chimique simple qui se manifeste par une augmentation rapide de la viscosité du mélange bitume/fluxant « bio », similaire à celle obtenue par « évaporation » avec le mélange bitume/fluxant. Cette réaction est la « siccation », propriété que possèdent les chaînes grasses insaturées contenues dans certaines huiles végétales, de réagir avec l'oxygène. La famille des huiles végétales « siccatives » a donc été retenue.

La composition en éléments insaturés varie selon le végétal. Les huiles les plus courantes

en Europe présentent les caractéristiques détaillées au tableau 1.

Le lin est théoriquement le plus intéressant, suivi de près par le tournesol. Le moins intéressant est le colza.

Pour des raisons de disponibilité et de prix, Appia a retenu le tournesol.

### Pouvoir solvant et siccation renforcés

Après une première série de tests avec le fluxant « huile de tournesol » naturel, il est apparu que la réaction de siccation se passait trop lentement ; de plus la viscosité de l'huile naturelle est un peu élevée. L'utilisation des esters méthyliques d'huile végétale fut la dernière phase de définition qualitative d'une famille de fluxant « bio ». Les esters méthyliques de tournesol (EMT) présentent un pouvoir solvant correct, une viscosité initiale adaptée et une remontée en viscosité suffisante qui peut être renforcée de cas en cas au moyen d'un siccatif. Les EMT sont une alternative aux fluxants classiques utilisés, sans désagrément pour l'homme et son environnement, et d'un confort d'utilisation nettement moins dangereux. Un brevet a été déposé en 1997 [8].

### Synthèse qualitative

#### Viscosité initiale et remontée en consistance

La figure 1 illustre, d'une part, le pouvoir solvant plus élevé de l'ester méthylique que celui de l'huile naturelle de tournesol (pour obtenir la même consistance initiale, 6 % d'ester (EMT) ont été nécessaires contre 10 % d'huile de

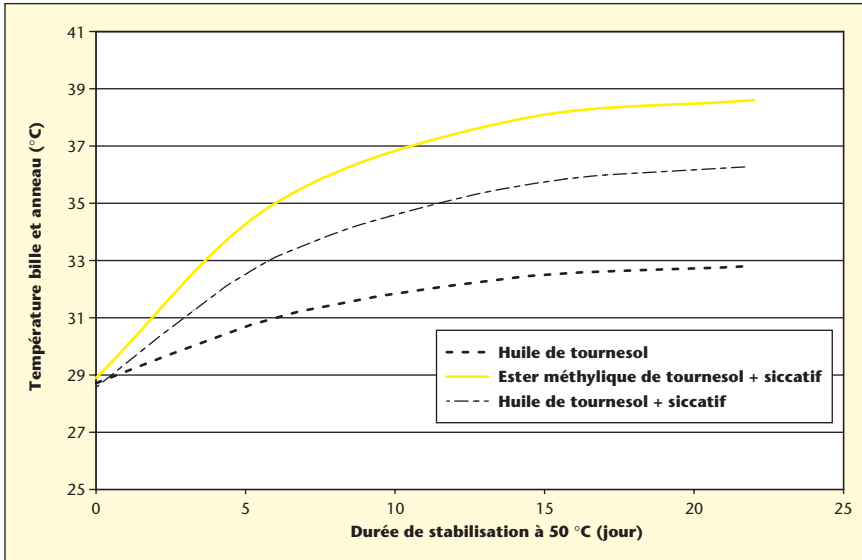


Figure 1. Évolution comparée d'un mélange bitume + EMT + siccatif, bitume + huile de tournesol, bitume + huile de tournesol + siccatif.

tournesol) et, d'autre part, la vitesse de la remontée en consistance du liant qui est plus élevée dans le cas de l'ester méthylique.

#### Éco- et anthroponocivité

Le danger d'utilisation pour l'environnement et l'homme est le critère d'appréciation fondamental de ces biofluxants EMT comparés aux fluxants. Le tableau 2 rassemble les données les plus significatives.

De grandes quantités de vapeurs sont visibles, alors que le chantier en question a été réalisé à 30 °C à l'ombre, par temps sec. Ces vapeurs sont liées à la présence du fluxant et illustrent de façon spectaculaire les limites environnementales des procédés actuels. La figure 2 permet également d'appréhender les risques que

de telles vapeurs et le manque de visibilité font courir aux usagers croisant ou dépassant le chantier. Par ailleurs, il est clair que les fluxants classiques nuisent aux conditions de travail, mais également à la perception qu'ont les riverains du chantier.

La figure 3 illustre très nettement la différence fondamentale entre le procédé classique et le procédé biologique.

En effet, la quasi-absence de vapeur prouve la diminution des dégagements de COV. La visibilité sur le chantier est meilleure, ce qui permet d'en améliorer la réalisation et de diminuer le caractère accidentogène des techniques de gravillonnage. Enfin, il est évident que les personnels de chantier préfèrent travailler hors vapeur.

Tableau 2. Caractéristiques écotoxicité des fluxants classiques et du biofluxant EMT.

Produit	Fluxant classique		Biofluxant
	Carbochimique	Pétrochimique	
Origine	Huile de houille	Pétrole lampant	Végétal
Exemple			EMT
<b>Combustibilité - Inflammabilité</b>			
Point éclair [°C]	< 100	< 100	> 170
Point éclair : bitume + 10 % fluxant [°C]	< 140	< 140	> 200
Température de travail du mélange Bitume + fluxant [°C]	140-180		
Danger d'inflammabilité	Grand	Grand	Faible
<b>Impact sur l'homme et l'environnement</b>			
Pour l'homme	Très forte gêne (fumée)	Forte gêne (fumée)	Pas de gêne
Pour l'eau	Oui	Oui	Non
Pour l'air	Oui (COV)	Oui (COV)	Non

## Objectifs quantitatifs et performances

Cette deuxième phase de l'étude a été une recherche appliquée dans le but de définir les quantités de biofluxant EMT à prévoir pour les liants bitumineux utilisés selon les familles et catégories de techniques routières concernées par la substitution EMT/COV.

Il s'agit d'abord des enduits superficiels (ES) à chaud (liant anhydre) et à froid (émulsion), puis des enrobés stockables fabriqués à chaud (liant anhydre) et à froid (émulsion) et, enfin, de la régénération d'agrégats d'enrobés bitumineux (émulsion). La société Appia a développé toute une gamme de liants bitumineux écologiques adaptés aux besoins des trois catégories précitées.

### Liants pour enduits superficiels

#### • Liants anhydres

Cette catégorie est particulièrement concernée, et les premiers essais ont été effectués sur les liants anhydres.

Les études effectuées en collaboration avec Diester Industrie, l'Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ministère français de l'Environnement), l'Institut français du Pétrole (IFP) ont montré que lors du répandage (à chaud) des liants, 16 à 20 % du fluxant pétro- ou carbochimique s'évaporait avant même de toucher le sol. Un liant pétrofluxé contenant 20 % de fluxant en moins est nettement plus visqueux. Nous pouvons ainsi partir d'une viscosité initiale du liant biologique plus haute. Ceci limite les différences de température bille et anneau, ainsi que de pénétrabilité. Concrètement, un rapport 5/8 a été appliqué à la substitution des fluxants pétrochimiques par l'ester, un rapport 1/2 dans le cas des fluxants carbochimiques. La figure 4 est un exemple du concept de substitution établi.

Signalons d'abord que la température normale de l'essai de stabilisation est 50 °C. Pour les valeurs représentées graphiquement, l'essai est conduit à 20 °C.

Globalement, le bitume biofluxé évolue moins vite que le liant pétrofluxé. Il est donc nécessaire de partir d'un liant plus visqueux afin d'obtenir, après stabilisation sur chaussée, une consistance équivalente à celle des produits usuels. Dans le cas contraire, il y aurait risque, au niveau notamment de l'adhésion des granulats. À l'inverse, une viscosité initiale trop élevée engendrerait un risque au niveau de l'adhésion des granulats.

Industrialisé dès 1999, l'usage d'ester méthylique de tournesol dans les bitumes purs et modifiés de répandage, a donné naissance respectivement à la gamme des liants Bioflux<sup>®</sup> et Bioflex<sup>®</sup>. À ce jour, plusieurs dizaines de milliers de tonnes ont été fabriquées. Le nombre de désordres constatés est tout à fait similaire à celui des liants classiques. Nous avons remar-



Figure 2. Réalisation d'un enduit utilisant un liant pétrofluxé.



Figure 3. Réalisation d'un enduit utilisant un liant biofluxé.

qué que, dans ce cas, la plus faible viscosité après stabilisation ne conduit pas à plus de ressuyage, contrairement à ce que l'on constate avec les liants pétrofluxés classiques.

En ce qui concerne la fabrication avec des liants modifiés, nous avons vérifié que la fabrication directe ne posait pas de problème particulier.

Les températures de ramollissement et les pénétrabilités respectivement plus basses et plus élevées dans le cas des liants biofluxés, nous ont cependant amenés à optimiser nos formulations, notamment pour les liants modifiés.

Moyennant ces modifications, les liants obtenus satisfont aux spécifications françaises.

#### • Émulsions

Le rôle du fluxant dans les émulsions est d'ajuster la viscosité du bitume afin de faciliter la filmification ainsi que le mouillage des granulats. Il n'intervient pas dans la mise en œuvre des émulsions [5]. Pour cette raison, sa teneur dans ces dernières est beaucoup plus faible que dans les liants anhydres. La substitution paraissait donc plus aisée. Pour des raisons essentiellement économiques, le taux d'ester nécessaire à l'obtention des caractéristiques souhaitées a été optimisé, notamment en termes de filmification et de mouillabilité. Le ratio de 5/8 entre la teneur en fluxant pétrolier et l'ester a également été retenu. L'utilisation d'ester à un taux encore inférieur ne rend plus les services escomptés (détérioration du mouillage du granulat par le film de bitume en formation). Dans le cas des émulsions de bitume polymère, le fluxant joue un rôle très important lors de la fabrication. En effet, du fait de leur viscosité et de leur élasticité plus élevée, les bitumes polymères sont délicats à émulsionner. Même utilisé en plus faible quantité que le pétrofluxant, le biofluxant permet d'obtenir des émulsions de bitume polymère fines et stables. Le tableau 3 compare les résultats obtenus entre une émulsion à 69 % d'un même bitume modifié pétrofluxé et biofluxé.

Les caractéristiques de l'émulsion pétrofluxée et biofluxée sont tout à fait comparables.

#### Liants d'enrobage

##### • Enrobés stockables

Le rôle des fluxants dans les enrobés stockables obtenus aussi bien à partir d'une émulsion que d'un liant anhydre, est principalement de garantir la maniabilité de ces produits pendant plusieurs mois. Ces enrobés sont utilisés pour des petites réparations ou des interventions le plus souvent ponctuelles, qui n'exigent pas des niveaux de performances très élevés. Dans cette optique, la substitution des fluxants pétroliers ou carbochimiques par des EMT semblait particulièrement adaptée.

Une étude de laboratoire a montré que dans ce cas, le rapport 5/8 entre EMT et fluxant classique n'était pas possible. En effet, le problème n'est plus la vitesse de remontée en cohésion du liant, mais le maintien d'une bonne maniabilité de l'enrobé. Celle-ci est bien entendu fonction de la température et peut être quantifiée en réalisant l'essai de maniabilimètre Nynas modifié par Appia. Selon ce test, 4 kg d'enrobés foisonnés sont poussés par une plaque métallique sur 10 cm. La force nécessaire à ce déplacement est proportionnelle à la maniabilité de l'enrobé.

Toutefois, le grand pouvoir fluxant de l'EMT permet d'abaisser d'au moins 2 à 3 points son pourcentage dans le bitume par rapport au fluxant traditionnel.

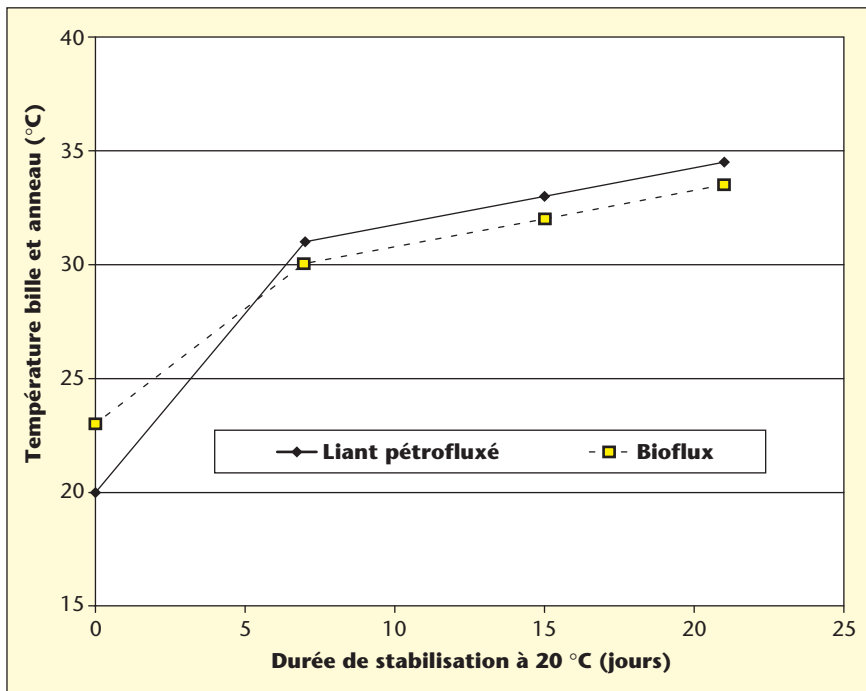


Figure 4. Évolution comparée de la consistance d'un même bitume de base biofluxé et pétrofluxé dans un rapport 5/8.

Tableau 3. Caractéristiques d'émulsions de bitume modifié pétro- et biofluxé et exigences correspondantes selon SN 670'200.

Caractéristique	Norme	Emulsion 69 % de bitume polymère	
		Pétrofluxé	Biofluxé
		À la livraison	
Refus sur tamis 0,5 mm [% masse]	NF EN 1429	0,02	0,01
Teneur en bitume [% masse]	NF EN 1428	69	
Comportement à la rupture avec Filler [g]	NF EN 1307561	54	60
Température bille et anneau [°C]	NF EN 1427	Après stabilisation 14 jours à 50 °C	
		43	41

Des raisonnements identiques s'appliquent dans le cas des liants anhydres et des résultats semblables sont mesurés. Une différence notable existe cependant, puisque le point éclair des liants pétrofluxés habituellement utilisés est voisin de 100 °C, ce qui nécessite d'immenses précautions dans un poste d'enrobage. Le passage à l'ester méthylique de tournesol et par conséquent à un point éclair supérieur à 200 °C supprime les risques d'explosion.

- Régénération d'agrégats d'enrobés bitumineux

Développé au sein du groupe, le recyclage d'agrégats d'enrobés bitumineux utilisant une émulsion spéciale de bitume fortement fluxé

est une technique particulièrement intéressante. Elle permet d'obtenir des enrobés à froid contenant jusqu'à 100 % d'agrégats fraisés et/ou criblés. Elle est généralement utilisée pour la réalisation de couche de roulement, ou de reprofilage sous trafic faible à moyen. Au niveau environnemental, cette technique permet une très forte valorisation des fraisats en particulier. Outre l'économie de matériaux induite, l'utilisation d'émulsion permet de limiter la consommation d'énergie lors de l'enrobage.

Les chantiers réalisés dans plusieurs départements ont permis d'optimiser la formule de l'émulsion de recyclage et font l'objet de suivis

techniques précis. Nous avons vérifié que le rapport EMT/fluxant pétrolier égal à 5/8 convenait là aussi pour une remise en circulation rapide et une montée en cohésion de l'enrobé satisfaisante. La comparaison des chantiers réalisés depuis 2000, selon les procédés biologiques et classiques, a permis de vérifier ces résultats, et aucune différence n'a été observée entre les deux techniques, y compris lors de campagnes de carottages réalisées après 2 à 11 semaines. Une fois de plus, la substitution des fluxants dérivés du pétrole ou de la houille par l'ester méthylique de tournesol n'a pas posé de problème majeur.[6]

## Conclusion

Pour des raisons d'environnement, de sécurité et de conditions de travail, l'usage des fluxants pétroliers ou houillers n'est pas satisfaisant. Appia a progressivement développé une gamme de produits bitumineux respectueux de l'environnement, allant du liant anhydre de répandage ou d'enrobage aux émulsions équivalentes, voire régénérantes.

Au total, depuis 1999, plusieurs dizaines de milliers de tonnes de liants bitumineux, représentant plusieurs milliers d'hectares d'oléagineux, ont été fabriqués et appliqués avec succès.

Afin de favoriser le développement de ces techniques très intéressantes, la Société Oléoroute a été créée en commun avec Diester Industrie, pour commercialiser sous le nom d'Oléoflux® une gamme d'esters méthyliques d'huiles végétales à usage routier.

Des licences du brevet ont déjà été cédées tant en France qu'en Europe et au Canada.

## RÉFÉRENCES

1. MARCILLOUX J, ANTOINE JP. RGRA n° 779 12/99 : 30-2.
2. MARCILLOUX J, ANTOINE JP. Congrès Eurobitume Barcelone 09/2000. *Proceeding papers tome 2 session ; 3 : 728-33.*
3. MARCILLOUX J. ANTOINE JP. IRF, 14<sup>e</sup> Congrès Mondial de la Route. 06/2001.
4. MARCILLOUX J, ANTOINE JP. RGRA n° 806 05/02 : 27-9.
5. MARCILLOUX J. ANTOINE JP. Congrès Mondial de l'Emulsion. 09/ 2002.
6. Brevet US n° 2 877 129.
7. Brevet Appia n° 97 11 079 du 06/09/97.