

XXII^{ème} Congrès Mondial de la Route

Titre : Développement des émulsions pour enrobés coulés à froid

S. SOLIMAN, M. MAZÉ & F. DELFOSSE

EUROVIA Management, 92565 Rueil Malmaison Cedex, France

e-mail : ssoliman@eurovia.com, mmaze;@eurovia.com, fdelfosse@eurovia.com

RÉSUMÉ :

L'enrobé coulé à froid (ECF), une technique de construction et d'entretien de couches de roulement très minces, est constitué d'un mélange de granulats et d'émulsion de bitume fabriqué et mis en œuvre in situ par une machine spécialement adaptée. Jusqu'en 1999, pour des raisons techniques (résistance à l'abrasion et adhésivité liant/granulats), l'émulsion de bitume utilisée pour la fabrication des enrobés coulés à froid était formulée à partir de bitume naphthénique. Compte tenu du développement important des ECF en France et à l'étranger, il devenait cependant indispensable pour EUROVIA de développer de nouvelles émulsions permettant d'utiliser des sources de bitume diversifiées.

Cet article se décompose en deux parties :

- 1) développement et mise au point de la formulation de l'émulsion au laboratoire (essais de faisabilité et performances mécaniques)
- 2) validation industrielle (fabrication en usine et mise en œuvre sur chantier).

MOTS CLÉS : ENROBES COULES A FROID / EMULSIONS / BITUME PARAFINIQUE / BITUME NAPHTENIQUE

1. INTRODUCTION

Les Enrobés Coulés à Froid (ECF) sont des matériaux bitumineux constitués d'un mélange de granulats, d'émulsion de bitume (modifié ou non), de fibres, d'additifs minéraux (ciment...) et organiques (dope). Ce mélange est fabriqué et mis en œuvre par une machine automotrice spécialement conçue et adaptée. Après sa mise en œuvre et rupture de l'émulsion, ce revêtement coulé à froid en très faible épaisseur (10/13 mm) atteint sa consistance définitive (montée en cohésion) très rapidement.

Les deux paramètres essentiels gouvernant la formulation, la fabrication et la mise en œuvre des ECF sont :

- La maniabilité du mélange granulats/émulsion.
En fonction de la réactivité du granulat (surface spécifique, potentiel de surface...), le formulateur devra optimiser la proportion des différents constituants (eau, additifs, formulation de l'émulsion) pour obtenir un délai de mise en œuvre suffisant.
- La cinétique de "montée en cohésion".
L'ECF doit acquérir en moins de trente minutes une cohésion suffisante pour permettre la remise sous trafic.

Depuis plus de quinze ans, l'entreprise EUROVIA a réussi à répondre à ces exigences en utilisant des émulsions à base de bitume naphthénique.

Afin de sécuriser ses approvisionnements et diminuer ses coûts de production d'ECF, l'entreprise se devait cependant de développer de nouvelles formules d'émulsion permettant de recourir à d'autres sources de bitumes routiers (bitumes paraffiniques).

Deux voies de recherche nous étaient offertes :

- Additivation du bitume paraffinique. Cette solution permet de ne pas modifier la formulation de la phase aqueuse de l'émulsion, ni la nature de l'additif minéral. Paramètres importants à prendre en compte car les usines de production d'émulsion sont limitées en moyens de stockage. Cette étude a commencé en 1998.
- Modification de la nature des émulsifiants en parallèle avec la nature de l'acide et/ou des additifs pour réguler la montée en pH du système et la variation du pouvoir ionique de l'émulsifiant en fonction de la réactivité du granulat.

Dans cet article nous développerons seulement les formulations par additivation des bitumes.

2. MECANISME DE RUPTURE

De façon générale, dans un ECF, le phénomène de rupture émulsion/ granulat peut se résumer de la manière suivante :

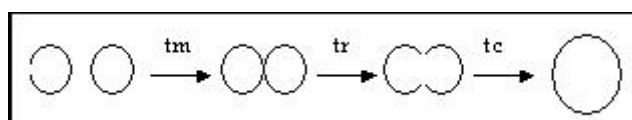
Dans un premier temps, le mélange des solides (granulats, additif, fibres) en présence d'eau va provoquer une remontée de pH du milieu (hydrolyse de surface). L'utilisation d'un additif minéral (au delà d'une certaine teneur) va imposer un pH élevé et rendre le système indépendant de la variation de pH due au granulat.

Lors de l'ajout de l'émulsion, différentes réactions entrent en compétition :

- 1- La modification du pouvoir ionique des émulsifiants et des composés polaires du bitume à l'interface des gouttelettes, liée à la remontée de pH et à la modification du pouvoir ionique du milieu (présence d'ions Ca^{2+} , Na^+ , etc...).
- 2- L'adsorption des tensioactifs libres sur les granulats qui vont modifier la différence de potentiel entre les gouttelettes de bitume et le granulat. Cette différence de potentiel conditionnera l'adsorption des globules de bitume sur le granulat et donc la qualité de l'enrobage et de l'adhésion.
- 3- La coalescence entre gouttelettes de bitume. La cinétique de cette réaction conditionnera la rapidité de la montée en cohésion de l'ECF qui pourra se traduire par une sensibilité de l'ECF aux conditions de mûrissement au jeune âge.

La cinétique de ces réactions dépendra de la teneur en émulsifiant dans l'émulsion, de la teneur en additifs, de la température et de l'hygrométrie.

Toutes ces interactions vont entraîner une modification plus ou moins progressive, en fonction du granulat et de la teneur en eau, de la fluidité de l'enrobé. Les gouttelettes de bitume initialement séparées confèrent au système un caractère fluide et une mise en place aisée à l'aide des machines spécifiques ECF. Le système est alors visqueux. Le temps caractéristique pendant lequel cet état perdure est appelé temps de maniabilité (t_m).



Dans un second temps, les gouttelettes de bitume coalescent et forment un gel. Lorsque toutes les gouttelettes de bitume sont regroupées, on considère que l'émulsion a rompu (temps de rupture : t_r). Le système est alors viscoélastique. Le système tend par la suite à se contracter de façon à réduire la surface de contact entre l'eau et le bitume (temps de cohésion : t_c).

Ce processus suit une cinétique qui dépendra des répulsions électrostatiques entre gouttelettes et donc de la nature du bitume et de l'émulsifiant.

L'influence de la nature du bitume a notamment été mise en évidence par des mesures de tension interfaciale (voir références B. Eckmann, JJ. Potti B. Simaillaud). En milieu basique notamment nous pouvons observer une forte différence liée à l'ionisation de composés polaires (acides carboxyliques).

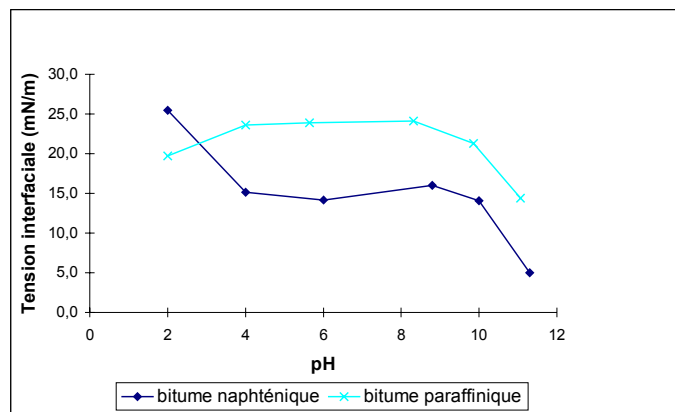


Figure 1 - Mesure de la tension interfaciale de bitumes à différents pH par la méthode de l'anneau de Du Nouy

3. ESSAIS DE CARACTERISATION EN LABORATOIRE

Les tests de laboratoire utilisés pour la mise au point des formulations ECF sont :

- L'essai de malaxage à la main qui permet d'apprécier la compatibilité entre les granulats, l'émulsion et les additifs de rupture. Cet essai permet de déterminer les proportions optimales des différents constituants pour obtenir un temps de malaxage minimal.
- Le test de rupture qui consiste à évaluer le temps (t_r) au bout duquel l'émulsion a complètement rompu sur le granulat. On applique un papier buvard, soumis à une pression de 0,2 MPa, sur une galette d'ECF dans le temps.
- Le test de cohésion (ASTM D-3910) pratiqué avec un cohésivimètre Bénédicte. Cet essai permet de juger de la vitesse de mûrissement d'un ECF en suivant l'évolution de la prise de cohésion dans le temps, par des mesures effectuées à 5, 10, 15, 20, 30 et 60 minutes. On définit ainsi le temps (temps de consolidation) au bout duquel le couple mesuré est supérieur à 20 kg.cm. Ce temps permet de fixer un délai minimum de remise de la chaussée sous trafic sans risque pour le revêtement.
- Le test d'abrasion WTAT (Wet Track Abrasion Test) modifié. Les modifications apportées à l'essai WTAT standard (ASTM D-3910) concernent essentiellement les conditions de mûrissement des éprouvettes dans l'enceinte climatique. Cet essai a pour but d'évaluer l'influence des conditions de mûrissement (température,

hygrométrie) sur les propriétés mécaniques au jeune âge d'un ECF. Cet essai peut être réalisé à trois températures (10, 18 ou 30°C) et à deux hygrométries (55 et 100%) différentes. Des spécifications internes corrélées avec le chantier nous permettent de différencier et de valider des formulations (4).

4. FORMULATION DES ECF A BASE DE BITUME PARAFFINIQUE

4.1. Constituants

Pour le développement de la formule de l'émulsion, nous avons dans un premier temps travaillé avec des granulats de référence : Microdiorite de la carrière Kleber Moreau.

La formule de base des ECF est la suivante :

Granulats 0/6	100 %
Eau d'apport	9 ppc
Emulsion (60 %)	12,4 ppc
Additif minéral	0,5 ppc

4.2. Influence de la nature du bitume

Afin de mettre en évidence l'influence du bitume sur les propriétés de l'ECF, nous avons formulé une émulsion à base de bitume paraffinique constituée avec la même phase aqueuse que l'émulsion de référence (bitume naphtéinique).

Emulsion	référence "naphtéinique" Teneur en émulsifiant : 9kg/t	"paraffinique"	Spécifications internes
Temps de maniabilité (s)	105	> 120	> 90 s
Temps de rupture (min)	5	>120	< 20 min
Temps de consolidation (min)	15	>120	< 30 min
WTAT			
% perte (18°C, 55 %)	2,4	13	< 5 %
% perte (18°C, 100 %)	14,8	100	< 25 %

4.3. Ajout d'additif dans le bitume/ adaptation de la teneur en émulsifiant

Lors de l'émulsification, les gouttelettes de bitume captent des émulsifiants qui créent des répulsions électrostatiques et stabilisent l'émulsion. La surface des gouttelettes est ainsi constituée d'émulsifiants et de molécules tensio-actives propres au bitume. Cette distribution sera fonction de la nature du bitume et le pouvoir ionique de la gouttelette du pH du milieu.

Pour simuler le pouvoir anionique des composés du bitume naphtéinique au pH de l'ECF (imposé par l'additif minéral) nous avons étudié la possibilité d'ajouter différentes molécules dans le bitume paraffinique. En prenant en compte les contraintes économiques et de sécurité, nous avons finalement retenu un additif particulier.

Pour évaluer l'influence de ce produit sur les propriétés de l'ECF, une série d'émulsions a été fabriquée en variant simultanément la teneur en émulsifiant et la teneur en additif dans le bitume. La mesure des temps de faisabilité (temps de maniabilité et de rupture) nous a permis d'évaluer l'influence de l'additif sur la cinétique de rupture de l'émulsion (figures 2 et 3).

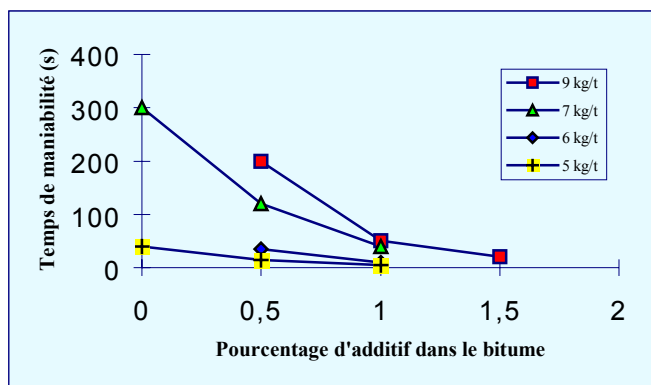


Figure 2 - Influence de la teneur en additif et de la concentration en émulsifiant sur le temps de maniabilité

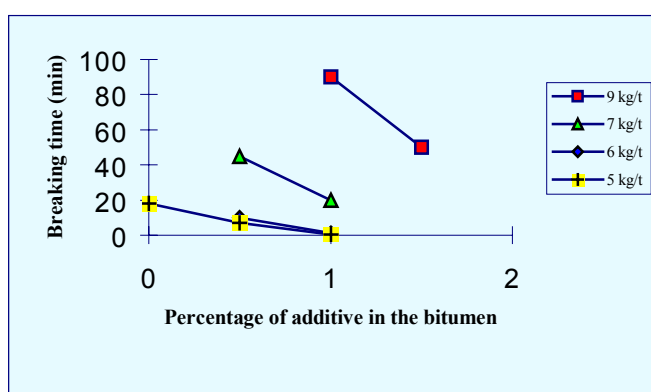


Figure 3 - Influence de la teneur en additif et de la concentration en émulsifiant sur le temps de rupture

Les formulations contenant entre 6 et 7 kg/t d'émulsifiant avec 0,5 à 0,8 % d'additif dans le bitume donnent des résultats conformes aux spécifications.

Pour évaluer les propriétés mécaniques et optimiser la formule de l'émulsion, des essais au test WTAT (18°C, 100 % d'hygrométrie relative) ont été réalisés pour évaluer la cinétique de montée en cohésion et la sensibilité de l'ECF au jeune âge (figure 4).

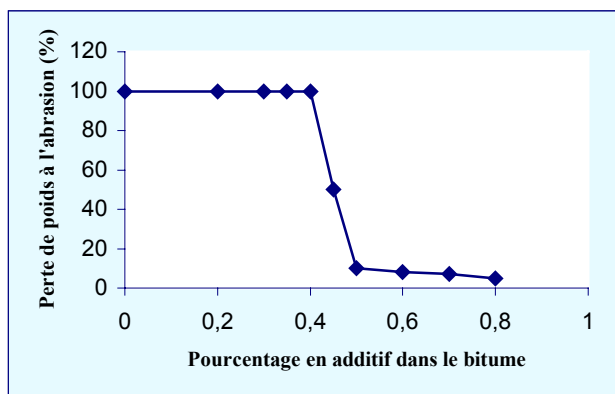


Figure 4 - Influence de la teneur en additif sur les propriétés mécaniques

Plusieurs émulsions contenant 6,5 kg/t d'émulsifiants avec différente teneur en additif (0,1 à 0,8%.) dans le bitume ont été fabriquées.

Au-delà, de 0,5 % d'additif (figure 4), le pourcentage de perte est conforme aux spécifications. Un bon compromis technique / économique semble être possible avec une formule contenant 0,6 % d'additif dans le bitume et 6,5 kg/t d'émulsifiant.

Cette formulation a été validée sur quatre bitumes paraffiniques d'origines différentes et avec des granulats de différentes natures pétrographiques.

5. VALIDATION INDUSTRIELLE

A la suite des résultats obtenus au Centre de Recherches de Dourdan, la validation industrielle s'est faite au niveau des étapes suivantes :

- la fabrication du liant additivé
- la fabrication de l'émulsion
- la fabrication et la mise en œuvre de l'enrobé coulé à froid

5.1. Fabrication du liant additivé

Le bitume de référence couramment utilisé dans les émulsions pour enrobés coulés à froid est un bitume naphténiqum modifié aux EVA fabriqué suivant le processus industriel illustré par la figure 5.

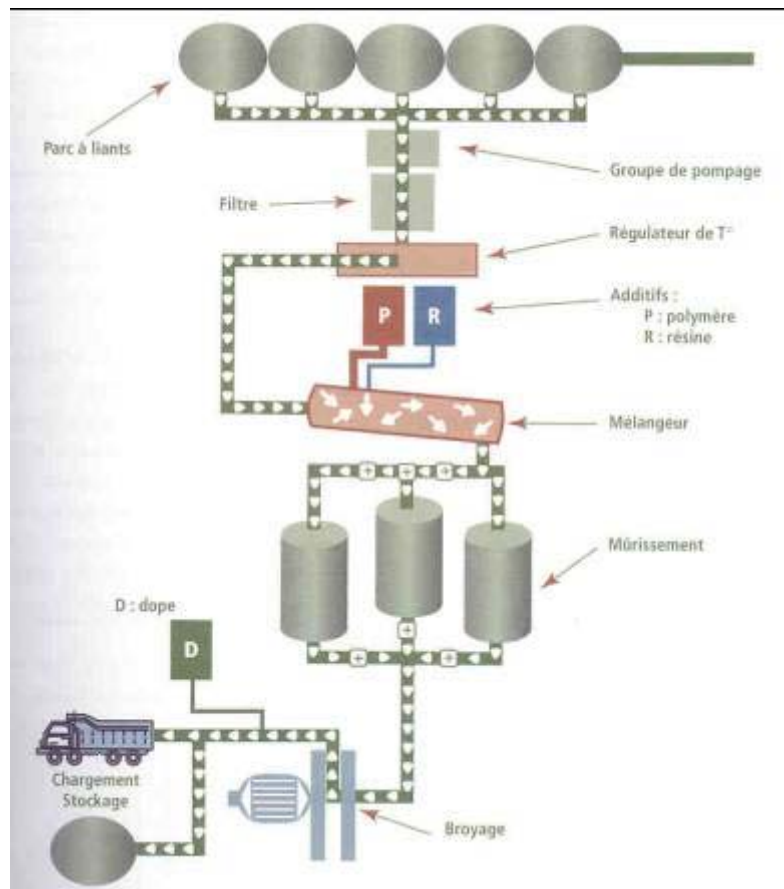


Figure 5 - Schéma du processus industriel

Le bitume testé est donc un bitume paraffinique, couramment employé par l'industrie routière (grade 70/100, modifié aux EVA). Au cours du processus de fabrication du liant modifié, l'additif est ajouté au niveau du maturateur.

La quantité d'additif est dosée d'une manière très précise par rapport au liant modifié. La température du bitume additivé est de 165°C. Après 20 minutes de maturation, le bitume additivé est passé dans le broyeur avant d'être stocké. Des prélèvements ont été réalisés et analysés par le Centre de Recherches prouvant la conformité du produit par rapport à l'étude.

5.2. Fabrication de l'émulsion

La fabrication de l'émulsion est faite suivant le processus habituel et ne pose aucun problème particulier. Des analyses de conformité ont été réalisées sur l'émulsion fabriquée avant de passer aux chantiers.

5.3. Fabrication et mise en œuvre des enrobés coulés à froid

Plus de 500.000 m² d'enrobés coulés à froid ont été réalisés à partir d'une émulsion ayant un bitume de base paraffinique modifié aux EVA et additivé. Plusieurs natures minéralogiques de granulats ont été utilisées.

Les constatations de chantier, en comparant avec les ECF ayant une émulsion à base de bitume naphthénique, sont les suivantes :

- les enrobés à base de bitume paraffinique nécessitent généralement moins d'émulsifiant pour des temps de maniabilité identiques,
- l'aspect au jeune âge de ces ECF est différent et plus clair,
- le temps de rupture des ECF à base de bitume paraffinique est plus long et le mélange plus sensible à l'eau,
- le temps de consolidation et la montée en cohésion sont fonction des granulats et de la température. Pour une température supérieure ou égale à 20°C, le temps de remise en circulation est inférieur à 1 heure. Une fois l'émulsion rompue, l'ECF est bien consolidé et aucun rejet de gravillon n'est observé,
- pour un ECF à base de bitume paraffinique, l'utilisation d'un compacteur est recommandée pour favoriser la montée en cohésion.

6. CONCLUSION

Dans des conditions de mise en œuvre favorables (température, hygrométrie ...), l'additivation d'un bitume paraffinique permet de réaliser des enrobés coulés à froid avec un grand nombre de granulats. Ces formulations nous permettront de diversifier les sources d'approvisionnement de bitume. Cependant des essais complémentaires en arrière saison (température < 15°C...) semblent nécessaires pour ajuster la formule afin d'obtenir des montées en cohésion plus rapides.

REFERENCES

B. Eckmann, B. Simaillaud, P. Verlhac, K. Van Nieuwenhuyze, F. Verzaro (Juillet/Août 2001). Mesure et interprétation de la tension interfaciale des bitumes. Revue Générale des Routes et Aéroports N°797.

F. Le Bourlot, (1997). Amélioration de la formulation d'un ECF, Congrès mondial des émulsions (4 - 1B- 144)

J.J. Potti, (1993). Développement d'une méthode pour la détermination de l'émulsionnabilité des bitumes. Congrès Mondial des Emulsions. Paris, Vol.1, 1-11-92.

B. Simaillaud, M. Mazé, B. Brûlé, JJ. Potti, (Sept/Oct. 2001). Caractérisation de l'interface bitume/eau par la mesure de la tension interfaciale. Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées N°234, pp. 3-15.