

Liants hydrocarbonés

par Bernard LOMBARDI
Ingénieur ENSCL, Directeur général du GPB
Président de la Commission de normalisation des liants hydrocarbonés du BNPé

1.	Définition.....	C 904 - 2
2.	Goudron de houille	— 2
3.	Types de bitumes	— 2
3.1	Bitume naturel.....	— 2
3.2	Asphalte naturel.....	— 3
3.3	Bitume de pétrole	— 3
4.	Constitution du bitume	— 4
5.	Principales caractéristiques des bitumes routiers	— 5
5.1	Pénétrabilité à l'aiguille (EN 1426).....	— 5
5.2	Point de ramollissement bille et anneau (EN 1427)	— 6
5.3	Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air (EN 12607-1).....	— 6
5.4	Exigences essentielles de la Directive des produits de la Construction	— 6
5.5	Classification et spécifications des bitumes routiers.....	— 7
6.	Bitumes fluidifiés et fluxés	— 8
6.1	Bitumes fluidifiés	— 8
6.2	Bitumes fluxés.....	— 9
6.3	Principales caractéristiques des bitumes fluidifiés et fluxés.....	— 9
6.4	Classification des bitumes fluidifiés et fluxés (prEN 15322)	— 9
7.	Émulsions de bitume.....	— 9
7.1	Fabrication.....	— 10
7.2	Principales caractéristiques	— 11
7.3	Classification des émulsions.....	— 11
7.4	Utilisation	— 11
8.	Bitumes modifiés	— 12
8.1	Fabrication.....	— 12
8.2	Principales caractéristiques	— 12
8.3	Classification des bitumes modifiés (EN 14023)	— 13
9.	Bitumes spéciaux	— 13
9.1	Utilisation suivant la nature.....	— 13
10.	Bitumes modifiés particuliers	— 13
10.1	Bitume-caoutchouc.....	— 13
10.2	Bitume-soufre.....	— 13
10.3	Bitumes pour enrobés à température réduite	— 14
10.4	Enrobés bitumineux modifiés.....	— 14
	Pour en savoir plus	Doc. C 904

Un ouvrage, daté de juin 1866 de Léon Malo, apporte la preuve que l'asphalte et les bitumes naturels jouaient un rôle important dans les travaux publics, sans pour autant faire l'objet d'articles de référence, à l'exception de quelques communications dans les annales des Ponts et Chaussées ou dans celles des Mines.

L'auteur affirme que, depuis trente ans, l'asphalte a pris sa place immédiatement à côté des chaux et ciments. La voirie des villes ne saurait plus s'en passer !

*Cette plaidoirie en faveur de l'asphalte coulé est très séduisante mais renforce ce que toute bibliographie met en évidence, à savoir que ce matériau hydrocarboné, **connu depuis la plus haute antiquité**, était utilisé en quantité limitée et, essentiellement, pour réaliser l'étanchéité de bâtiments de qualité et de réservoir d'eau destinée à la consommation humaine.*

Les chapitres qui suivent doivent aider le lecteur à replacer les liants hydrocarbonés dans le temps et dans l'espace. Ces produits organiques accompagnent certainement le développement des hommes depuis la nuit des temps et, dans l'état actuel des connaissances, les réserves de « bitume » sont suffisantes pour les cent prochaines années.

*Afin de repousser cette limite, il faudra systématiquement recycler les matériaux bitumineux. **L'aptitude au recyclage est une des grandes qualités du bitume.***

1. Définition

Le mot liant signifie « colle » et l'adjectif « hydrocarboné » indique que le produit renferme principalement des atomes de carbone et d'hydrogène. Implicitement, un liant hydrocarboné est un **liant organique**.

Les deux grandes catégories de liants hydrocarbonés, utilisées dans la construction et l'entretien des routes, sont les **goudrons de houille** et les **bitumes**, ainsi que leurs produits dérivés qui peuvent être combinés.

L'histoire contemporaine retient que le goudron de houille fut le premier liant hydrocarboné à usage routier parce que, à la fin du XIX^e siècle, l'apparition de l'automobile a contraint les gestionnaires des routes et des rues à lutter contre la poussière engendrée par le trafic [1]. L'eau répandue sur les voies limitait l'envol de la poussière mais avec une efficacité de courte durée. En revanche, le goudron de houille, co-produit de la « distillation » du charbon, était le seul liant organique disponible et convenait fort bien pour cela.

En technique routière, les huiles légères, les huiles anthracéniques et les goudrons reconstitués en mélangeant du brai, des huiles légères et anthracéniques, furent principalement utilisés. Tous ces produits sont qualifiés de « carbochimiques » car issus de la carbochimie.

La pyrolyse de matières organiques crée des hydrocarbures aromatiques en très grande quantité.

Depuis une vingtaine d'année, les applicateurs de liants routiers ont progressivement abandonné l'emploi des liants à base de goudron ou d'huiles carbochimiques. Cet abandon est lié, d'une part, à la disparition des usines à gaz et à la très forte réduction du nombre des cokeries métallurgiques et, d'autre part, à la volonté de ne plus utiliser des liants renfermant un très fort pourcentage d'hydrocarbures aromatiques dont certaines espèces sont classées comme cancérigène par le CIRC (Centre international de recherche sur le cancer installé en France, à Lyon).

Aujourd'hui, presque tous les liants hydrocarbonés routiers sont à base de bitume. Le lecteur peut consulter la norme « terminologie » (EN 12597) qui définit, en particulier, les produits hydrocarbonés, d'origine pétrolière, utilisés dans la profession [Doc. C 904].

2. Goudron de houille

Le goudron n'existe pas à l'état naturel. Il résulte de la pyrolyse de matières organiques, à l'abri de l'oxygène (voir encadré 1).

Encadré 1 – Principe de la pyrolyse du charbon

Le charbon d'origine végétale est placé dans un four, à l'abri de l'air, pendant près de 20 h. La température, au cœur du coke ainsi préparé, atteint alors 900 à 1 000 °C et conduit à synthétiser d'innombrables substances chimiques évacuées sous forme gazeuse.

Après refroidissement, les matières volatiles sont séparées en produits gazeux et produits liquides, ces derniers étant, à leur tour, séparés entre les substances solubles dans les eaux ammoniacales et le **goudron total**.

La distillation fractionnée du **goudron total** donne plusieurs coupes, depuis les hydrocarbures les plus légers (benzol, toluol...), en passant par les huiles anthracéniques, jusqu'au fond de colonne qui peut être un goudron ou un **brai**, suivant sa viscosité.

3. Types de bitumes

3.1 Bitume naturel

Les fouilles archéologiques montrent que, des millénaires avant l'époque actuelle, le bitume naturel, recueilli par les hommes à la surface du sol, était souvent mélangé à des fines minérales pour constituer un mastic bitumineux utilisé comme joint dans les bâtiments et les ouvrages hydrauliques.

En Mésopotamie, le bitume naturel et l'asphalte naturel, combinés à des matières fibreuses et des minéraux, servaient à parfaire l'étanchéité des toitures-terrasses et des réservoirs, consolidaient les murs et scellaient les dalles de pierre posées dans les rues [2].

Ainsi, le bitume existe à l'état naturel et, aujourd'hui, certains gisements sont toujours en exploitation.

■ Il s'agit d'**anciens gisements pétroliers** dont la roche magasin fut poussée vers la surface du sol par les mouvements tectoniques et dont les fractions légères et de l'eau ont été éliminées au cours du temps, entraînant la partie la moins visqueuse du pétrole.

Ces gisements se présentent alors, soit sous la forme de filons débouchant à la surface du sol, soit comme de véritables sources présentant un certain débit, soit, enfin, sous la forme de vrais lacs.

En France, on peut citer les affleurements et suintements de La Fontaine de Poix, sur la route de Pont-du-Château près de Clermont-Ferrand et ceux de Pechelbronn (Alsace).

À l'étranger, le plus connu de ces bitumes naturels est le bitume de Trinidad qui s'accumule, depuis des temps immémoriaux, dans un lac exploité mécaniquement. L'île de Trinidad se situe au large de la côte nord de l'Amérique du Sud, entre 10 et 11° de latitude nord.

Ce bitume naturel renferme de l'ordre de 55 % de **bitume pur**, le complément étant essentiellement constitué de fines minérales. Avant sa commercialisation, il subit un dégazage et une déshydratation, puis un conditionnement sous forme de pains ou de petits fûts.

■ Un **bitume naturel** assez remarquable est la **Gilsonite** qui est un liant hydrocarboné pur, très dur, présentant une pénétrabilité nulle et un point de ramollissement B&A de l'ordre de 170 °C. Le gisement principal se trouve dans l'Utah, près de Fort-Duchesne.

Enfin on peut mentionner le **bitume de Selenitza** dont le gisement se situe en Albanie. Il renferme de l'ordre de 75 % de bitume et 25 % de matières minérales. Aujourd'hui, quelques formules d'enrobés à module élevé font appel à ce bitume qui joue le rôle de durcisseur.

■ La **production mondiale** de bitumes naturels est marginale (de l'ordre de 200 kt). Ils sont recherchés pour des usages très spécifiques, comme durcisseurs de certains mélanges, ou comme pigments pour des encres ou des vernis spéciaux.

3.2 Asphalte naturel

L'asphalte naturel est constitué par une roche, le plus souvent calcaire, mais qui peut être également du grès ou du sable, imprégnée à cœur d'hydrocarbures lourds à une concentration variant de 5 à 20 %, suivant les gisements.

Un gisement est le plus souvent exploité comme une mine dans laquelle les hommes abattent la roche imprégnée en suivant le filon. Une fois remonté à la surface, l'asphalte est concassé, puis broyé finement donnant la poudre d'asphalte. Cette poudre fut, pendant longtemps, la base du matériau de voirie, appelé « asphalte coulé », obtenu par pétrissage prolongé de cette poudre et de granulats à une température de l'ordre de 240 °C. Le matériau résultant est pâteux, se pose à la taloche et, après refroidissement, constitue une couche de surface étanche, confortable à la marche et facile à nettoyer.

Accessoirement, la poudre d'asphalte peut être incorporée à des enrobés bitumineux auxquels elle apporte des fines imprégnées de bitume.

Le coût du transport de la poudre d'asphalte limite fortement l'intérêt économique de cet additif.

Aujourd'hui, les recherches se portent sur les gisements les plus importants et les plus riches en hydrocarbures. Le but est de mettre au point la solution la plus économique permettant de les extraire pour compenser la décroissance de la production pétrolière classique [3].

3.3 Bitume de pétrole

Le bitume utilisé aujourd'hui, à travers le monde, est la coupe la plus lourde de certains pétroles bruts. Il est de même nature et origine que le bitume naturel ou que celui contenu dans l'asphalte naturel.

■ Il s'est **formé au sein de la roche-mère**, comme tous les autres hydrocarbures, à partir des accumulations d'organismes microscopiques provenant du plancton marin. Au fil du temps, ces dépôts

ont été enfouis sous les sédiments, au fond de bassins sédimentaires côtiers, constituant un milieu clos et réducteur contenant des bactéries anaérobies. Dans ces conditions, la matière organique n'a pas été minéralisée mais **transformée en kérogène** constitué de macromolécules non-assimilées par les micro-organismes.

■ Les **constituants du kérogène** ont évolué au cours de la subsidence du bassin sédimentaire. L'augmentation de la pression et de la température aux grandes profondeurs favorise le craquage en donnant, d'une part, des hydrocarbures légers et, d'autre part, des hydrocarbures de plus en plus lourds résultant de la polycondensation des radicaux.

Toutes ces réactions furent lentes, dans des conditions où la température resta en-deçà de la limite de stabilité des hydrocarbures aliphatiques, et ont conduit à la synthèse du pétrole au sein de la roche-mère. Ce lent processus s'est accompagné de la formation de gaz responsables de l'augmentation de la pression qui, en provoquant la microfissuration de cette roche, a permis aux fluides de s'écouler.

En fonction de la configuration géologique du site, les fluides ont pu s'accumuler dans une roche poreuse, surmontée d'une couche imperméable, constituant ainsi un réservoir encore appelé « roche-magasin »...

C'est de cette « roche-magasin » que le pétrole est extrait, d'abord grâce à la pression du gisement, puis par pompage.

■ Aujourd'hui en France, la **fabrication du bitume** repose principalement sur la distillation directe (voir encadré 2) d'un mélange de bruts dont un, au moins, est un « brut à bitume » [4].

Pour les pétroliers européens, un **brut à bitume** est un pétrole brut capable de donner, en fond de tour sous-vide, un bitume conforme d'une pénétrabilité moyenne de 200 dixièmes de millimètre, voire moins.

Le choix du mélange de brut fait l'objet de procédures d'homologation très sévères, dans le souci de fournir des produits d'une qualité constante et conformes aux spécifications.

Encadré 2 – Principe de la distillation directe

Il repose sur le principe physique simple qui consiste à séparer les hydrocarbures en fonction de leur point d'ébullition.

Dans le cas le plus courant d'une raffinerie classique qui prépare toutes les familles de produits, à partir d'un mélange de bruts légers et lourds, l'unité de distillation comprend une colonne atmosphérique et une colonne dite « sous-vide ». C'est en fond de tour sous-vide que le bitume est recueilli.

Lorsque les bruts ou les conditions de marche ne permettent pas d'obtenir du bitume, le fond de tour sous-vide est alors du fioul lourd, ou bien une base pour fioul lourd.

Le bitume n'est pas fabriqué continuellement. Suivant les besoins, une à deux fois par mois, le producteur règle son unité sur une marche bitume et soutire quelques milliers de tonnes de bitume de la classe 35/50 ou 20/30, stockées dans des bacs spécifiques. Puis, il peut faire de même pour le bitume de classe 160/220 ou 70/100.

En dehors des quelques jours de production de bitume, la raffinerie fabrique du fioul lourd à partir de bruts non qualifiés pour la fabrication de bitume.

Les classes dites « intermédiaires », qui ne sont pas obtenues directement en fond de tour, sont préparées, par exemple, en mélangeant un bitume 35/50, appelé « base dure », et un bitume 160/220, appelé « base molle ».

■ La loi de mélange des bitumes purs est de deux formes.

- Pour la **pénétrabilité**

$$\log P_F = X \cdot \log P_{BD} + (1 - X) \cdot \log P_{BM}$$

avec P_F pénétrabilité du mélange,
 X taux de la base dure et $(1 - X)$ taux de la base molle,
 P_{BD} pénétrabilité de la base dure,
 P_{BM} pénétrabilité de la base molle.

- Pour le **point de ramollissement**

$$TBA_F = X \cdot TBA_{BD} + (1 - X) \cdot TBA_{BM}$$

avec TBA_F point de ramollissement du mélange,
 X taux de la base dure et $(1 - X)$ taux de la base molle,
 TBA_{BD} point de ramollissement de la base dure,
 TBA_{BM} point de ramollissement de la base molle.

■ Il existe des **pétroles bruts**, comme certains de ceux exploités en mer du Nord, qui ne permettent pas de fabriquer directement des bitumes par distillation alors qu'ils renferment pourtant suffisamment de molécules lourdes.

En fait, pour soutirer du bitume, il faudrait augmenter fortement la température de l'alimentation de la tour sous-vide et créer une dépression encore plus forte. Dans ces conditions, les hydrocarbures risquent de commencer à craquer et le maintien d'un vide très poussé sur une unité industrielle n'est pas une opération simple à conduire.

Pour ces bruts là, le raffineur a recours à un autre procédé physique, appelé « précipitation au solvant », et traite le produit le plus visqueux obtenu en fond de tour sous-vide. Dans des conditions définies, les coupes pétrolières les plus lourdes ne sont pas solubles dans les hydrocarbures aliphatiques de bas poids moléculaire, comme le propane ou le butane.

Le solvant le plus couramment utilisé est le propane liquide ($P_t Eb = -44,5^\circ C$) qui permet la précipitation d'une coupe lourde appelée « bitume de désasphaltage ou PPA (*Propan-Precipitated-Asphalt*) ». Ce bitume est considéré comme un bitume de distillation et, le plus souvent, il présente une pénétrabilité moyenne de 10 / 10 mm et un point de ramollissement moyen de $65^\circ C$.

■ Enfin, pour des situations particulières qui ne permettent pas de fabriquer directement un bitume routier de classe dure, le raffineur peut appliquer le **procédé de soufflage à l'air**, encore appelé « oxydation à l'air », à une classe plus ou moins molle (voir encadré 3).

Encadré 3 – Principe de l'oxydation à l'air (ou soufflage à l'air)

Le principe consiste à faire barboter de l'air dans une base bitumineuse définie et maintenue à température élevée pendant le temps nécessaire à la modification chimique d'un grand nombre de molécules.

L'oxygène de l'air réagit avec les hydrocarbures les plus réactifs en les déshydrogénant partiellement, créant ainsi des radicaux libres qui se combinent pour donner des molécules plus grosses et de l'eau évacuée de la tour à oxyder sous forme de vapeur. Au fil du temps, la pénétrabilité de la base bitumineuse diminue alors que son point de ramollissement augmente. Le bitume obtenu présente une susceptibilité thermique moindre.

4. Constitution du bitume

La recherche de la formule chimique du bitume passionne les chercheurs depuis fort longtemps et, aujourd'hui encore, on s'interroge sur sa composition. Les nombreux travaux figurant dans la littérature [5] permettent de décrire une situation qui peut se résumer de la façon suivante.

La très grande complexité et variété des centaines de milliers de molécules qui constituent un bitume conduit à séparer le bitume en grandes fractions génériques dont les caractéristiques et la répartition expliqueront les propriétés du bitume.

■ La **première opération** consiste à séparer les molécules les plus grosses par précipitation à l'aide d'un solvant aliphatique, le plus souvent l'heptane normal (nC_7). La fraction précipitée porte le nom d'asphaltènes.

À la température ambiante, les asphaltènes se présentent sous l'aspect d'un produit solide, noir, friable, à point de ramollissement élevé, supérieur à $150^\circ C$. La masse moléculaire moyenne est très forte. Le pourcentage d'asphaltènes croît avec la dureté du bitume.

■ La **fraction soluble dans l'heptane normal** correspond aux maltènes, d'aspect huileux, que l'on peut séparer, par exemple, en trois fractions en faisant passer les maltènes en solution dans l'heptane sur une colonne chromatographique du type gel de silice/alumine.

Une première élution à l'heptane normal permet de recueillir les huiles saturées.

Une deuxième élution à l'aide du toluène conduit à récupérer les huiles aromatiques et naphthéno-aromatiques. Enfin, une troisième élution, à l'aide d'un mélange toluène/méthanol, permet d'extraire les résines.

Il est important de noter ici que les coupes dites huiles aromatiques et naphthéno-aromatiques ne renferment pas de substances aromatiques simples, les noyaux aromatiques sont, en effet, toujours substitués par des chaînes aliphatiques longues ou des cycles saturés.

■ Ainsi, les chercheurs considèrent que le bitume se présente et se comporte comme un **système colloïdal** dans lequel les molécules d'asphaltènes, peptisées par les résines et les huiles aromatiques, sont dispersées dans les huiles saturées et naphthéno-aromatiques (figure 1). Ces huiles constituent la phase inter-micellaire.

De nombreuses variables conditionnent les propriétés de ce système colloïdal. Parmi les plus importantes, il faut noter la teneur en asphaltènes et leur masse moléculaire moyenne, ainsi que la teneur en molécules favorisant leur dispersion.

■ Dans les années 1970 des chercheurs [6] ont défini l'**indice d'instabilité colloïdale** comme suit :

$$Ic = \frac{[As] + [Hs]}{[Ha] + [Rs]}$$

avec $[As]$ teneur en asphaltènes,
 $[Hs]$ teneur en huiles saturées,
 $[Ha]$ teneur en huiles aromatiques et naphthéno-aromatiques,
 $[Rs]$ teneur en résines.

Cette formule montre que, lorsque la teneur en asphaltènes croît alors que la teneur en molécules peptisantes décroît, l'indice d'instabilité colloïdale augmente.

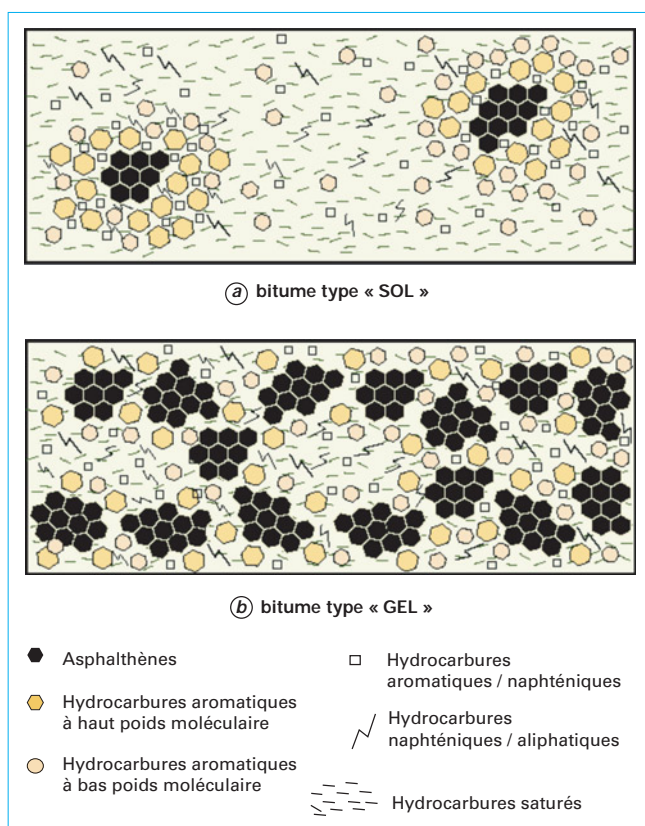


Figure 1 – Représentation schématique de deux types de bitume

Dans le cas des bitumes de distillation directe à usage routier, l'indice d'instabilité colloïdale est faible, ce qui correspond à un produit peu structuré qui se comporte comme un sol, c'est-à-dire qu'il présente les caractéristiques d'un liquide newtonien dès qu'il est suffisamment chaud (figure 1a). Pour mémoire, cela intervient dès que la température du bitume atteint celle de son point de ramollissement majorée de 80 à 100 °C.

La situation des bitumes « soufflés » ou « oxydés », est très différente. Les phénomènes de déshydrogénation et de condensation des asphaltènes et des résines, intervenant lors du processus d'oxydation par l'air à température élevée, conduisent à un accroissement significatif de l'indice d'instabilité colloïdale. Le bitume, très structuré, réagit comme un gel et peut même présenter un comportement thixotropique (figure 1b).

■ **Pour résumer**, les bitumes ayant un caractère sol résistent très bien aux sollicitations rapides. En revanche, ils sont plus sensibles aux sollicitations très lentes ainsi qu'aux variations de température.

Les bitumes oxydés présentent un caractère gel ce qui leur confère une bonne résistance au long temps de charge par fortes températures.

Les propriétés des bitumes dépendent fortement de leur constitution, c'est-à-dire de la proportion des différentes fractions, ainsi que de la masse moléculaire moyenne de chacune d'entre elles.

■ Les bitumes sont des **produits thermo-susceptibles** dont les propriétés rhéologiques évoluent de façon continue avec la tempé-

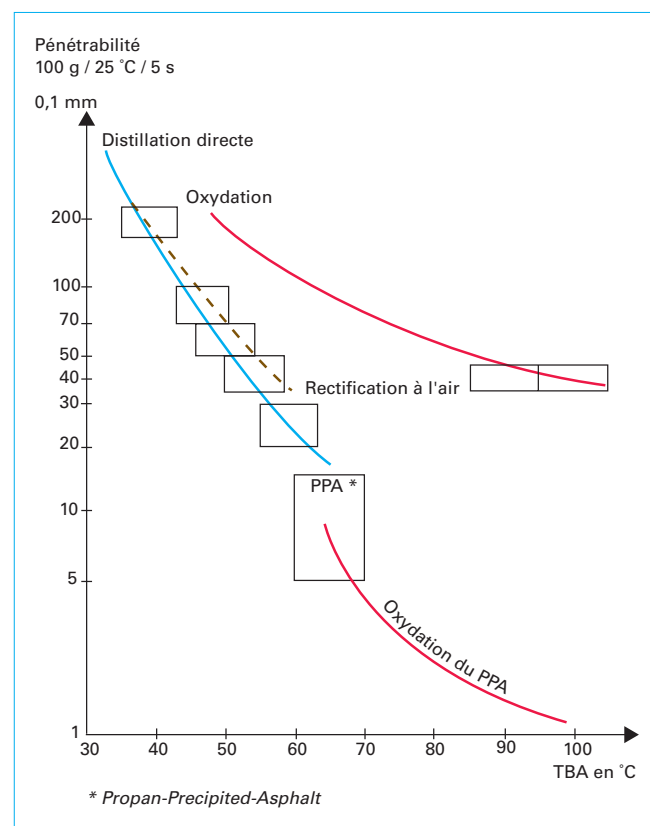


Figure 2 – Relation entre la pénétrabilité et le point de ramollissement

rature. Par exemple, il n'est pas possible de déterminer un point de fusion. Ainsi, les caractéristiques principales sont évaluées dans des conditions de température et de sollicitation bien définies, comme dans les essais fondamentaux décrits ci-après. Ces essais sont normalisés et permettent de classer les bitumes.

Il est d'usage de représenter l'ensemble des bitumes dans un diagramme donnant l'évolution de la pénétrabilité en fonction du point de ramollissement (figure 2).

5. Principales caractéristiques des bitumes routiers

5.1 Pénétrabilité à l'aiguille (EN 1426)

La pénétrabilité à l'aiguille est la profondeur d'enfoncement, exprimée en dixièmes de millimètre, d'une aiguille normalisée de 1 mm de diamètre, sous une charge de 100 g, appliquée pendant 5 s sur un échantillon de bitume maintenu à 25 °C (figure 3).

La pénétrabilité est une des deux caractéristiques fondamentales qui permettent de définir un bitume.

Plus la valeur absolue de la pénétrabilité est grande plus le bitume est mou.



Figure 3 – Mesure de la pénétrabilité

En Europe, les bitumes sont définis par leur classe de pénétrabilité dont l'appellation correspond à sa borne inférieure et à sa borne supérieure.

En France, les classes les plus utilisées sont : 20/30 – 35/50 – 50/70 – 70/100 – 160/220, pour les bitumes classiques.

Pour les bitumes de grade dur, les classes retenues sont : 10/20 et 15/25.

La détermination de la pénétrabilité peut se faire à d'autres températures mais en conservant identiques tous les autres paramètres. Dans ce cas, il est possible de tracer l'évolution de la pénétrabilité en fonction de la température et de calculer un indice de pénétrabilité très utile pour apprécier la susceptibilité thermique du bitume.

5.2 Point de ramollissement bille et anneau (EN 1427)

Comme mentionné plus haut, les bitumes ne sont pas des corps purs, ils n'ont pas de point de fusion franc et leur consistance évolue avec la température. Les techniciens ont donc fixé **arbitrairement** un **repère de changement de consistance** des bitumes dans des conditions parfaitement définies (voir encadré 4 et figure 4).

Encadré 4 – Conditions de mesure du point de ramollissement (TBA)

Une petite bille en acier de 3,5 g et de 9,5 mm de diamètre est posée sur un disque de bitume préalablement coulé dans un anneau de 19,8 mm de diamètre intérieur, lui-même placé sur un support normalisé. Le tout est installé dans un bain d'eau dont la température initiale et stabilisée est de 5 °C (figure 4).

La face inférieure de l'anneau de bitume se trouve à 25,4 mm de la surface supérieure de la plaque du dessous du support, ce qui correspond à la distance de chute de la bille au cours de l'essai.

Le bain est chauffé à une vitesse constante de 5 °C/min, sous agitation, et le point de ramollissement bille et anneau (souvent noté TBA) est la température à laquelle la poche de bitume, formée pendant la chute de la bille, touche la plaque de référence placée (ainsi qu'il a été dit) à 25,4 mm sous l'anneau de bitume.

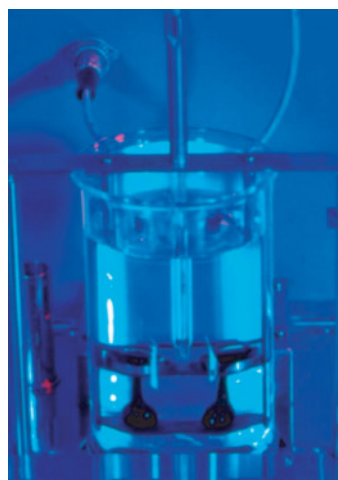


Figure 4 – Mesure du point de ramollissement (TBA)

Dans cet essai, plus le point de ramollissement est élevé plus le bitume est dur.

Le point de ramollissement est la **deuxième caractéristique fondamentale** d'un bitume.

Pour chaque classe de bitume, un intervalle de TBA de 8 °C est imposé.

Depuis 1992, l'évaluation du comportement des bitumes lors de l'enrobage a conduit les spécialistes à utiliser un **essai spécifique** adapté d'un mode opératoire américain, appelé **RTFOT** (*Rolling Thin Film Oven Test*).

5.3 Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air (EN 12607-1)

Le RTFOT permet de mesurer les effets combinés de la chaleur et de l'air sur un film mince de bitume en renouvellement permanent.

Pratiquement, une petite quantité de bitume est coulée dans un flacon à ouverture réduite placé horizontalement sur un disque rotatif disposé verticalement au fond d'une étuve ventilée. La température est réglée à 163 °C et à chaque tour, c'est-à-dire toutes les 4 secondes, l'ouverture du flacon passe devant un jet d'air chaud (figures 5 et 6). Le test dure 75 minutes.

Après essai, toutes les caractéristiques du bitume peuvent être évaluées. Principalement, l'évolution de la pénétrabilité, celle du point de ramollissement et celle de la masse du bitume, sont prises en considération.

5.4 Exigences essentielles de la Directive des produits de la Construction

Ainsi, dans l'objectif de répondre aux exigences essentielles de la Directive européenne 89/106 [7], le mandat des produits de la construction M/124 [8] a défini les propriétés qu'il fallait prendre en compte.

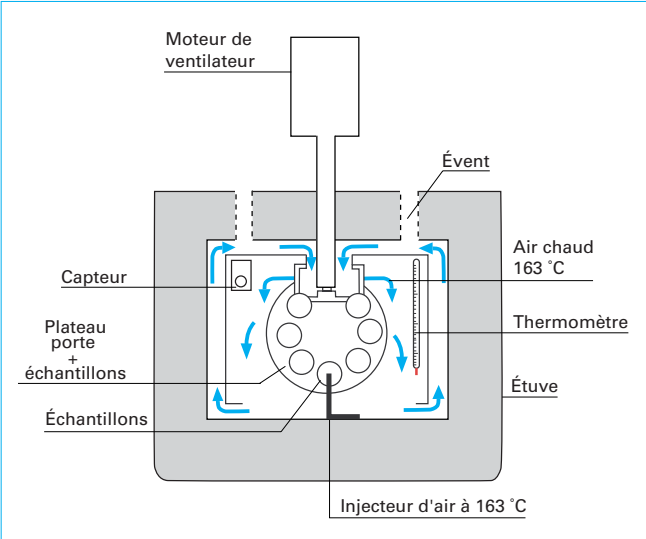


Figure 5 – Schéma de l'essai du RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test)

La réponse au mandat M/124 [9] a retenu les caractéristiques pertinentes qu'il faut évaluer. Celles-ci sont reprises dans les spécifications européennes des bitumes (tableau 1).

5.5 Classification et spécifications des bitumes routiers

Le tableau 2 reproduit l'annexe française informative de la norme EN 12591 qui définit les spécifications des bitumes routiers dont l'usage est recommandé sur le territoire national.

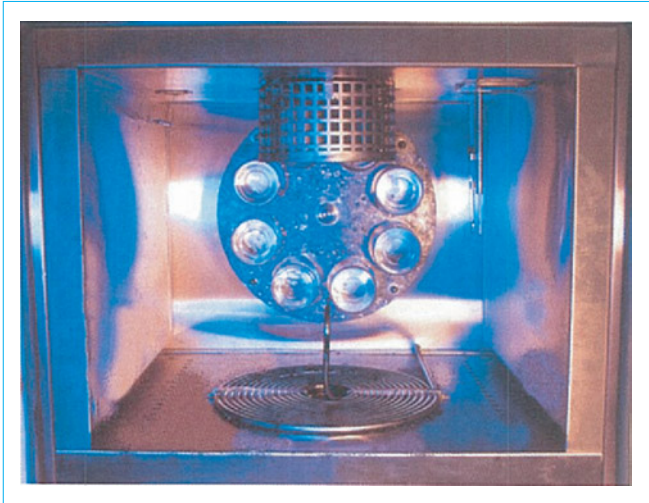


Figure 6 – Intérieur de l'étuve pour test RTFOT

Tableau 1 – Spécifications européennes des bitumes	
Exigence essentielle	Caractéristique évaluée
Résistance à température normale de service	Pénétrabilité
Résistance à haute température de service	Point de ramollissement
Durabilité	Résistance au durcissement

Tableau 2 – Annexe française de la norme EN 12591							
Caractéristique	Unité	Méthode	Désignation des classes appropriées				
			20/30	35/50	50/70	70/100	160/220
Pénétrabilité à 25 °C, 100 g, 5 s	0,1 mm	EN 1426	20-30	35-50	50-70	70-100	160-220
Point de ramollissement B&A (TBA)	°C	EN 1427	55/63	50/58	46/54	43/51	35/43
Résistance au durcissement RTFOT à 163 °C		EN 12607-1					
• Variation de masse (maximum, +/-).....	%	EN 12607-1	0,5	0,5	0,5	0,8	1
• Pénétrabilité restante (minimum)	%	EN 1426	55	53	50	46	37
• TBA après durcissement (minimum).....	°C	EN 1427	57	52	48	45	37
• Augmentation de la TBA après durcissement (maximum)	°C	EN 1427	8	8	8	9	11
Point d'éclair	°C	EN ISO 2592	240	240	230	230	220
Solubilité (minimum, en masse)	%	EN 12592	99	99	99	99	99

Tableau 3 – Annexe française de la norme EN 13924					
Caractéristique	Unité	Méthode	Classes des bitumes durs les plus appropriées en France		
			TBR	15/25	10/20
Pénétrabilité à 25 °C, 100 g, 5 s	0,1 mm	EN 1426	m-M classe 1	15-25 classe 2	10-20 classe 3
Point de ramollissement B&A (TBA)	°C	EN 1427	m'-M' classe 1	55-71 classe 2	60-76 classe 4
Résistance au durcissement RTFOT à 163 °C		EN 12607-1			
• Variation de masse (maximum, +/-).....	%	EN 12607-1	0,5 classe 2		
• Pénétrabilité restante (minimum)	%	EN 1426	55 classe 2		
• TBA après durcissement (minimum).....	°C	EN 1427	origine + 2 classe 2		
• Augmentation de la TBA après durcissement (maximum).....	°C	EN 1427	T' classe 1	8 classe 2	8 classe 2
Point d'éclair	°C	EN ISO 2592	245 classe 3		
Solubilité (minimum, en masse)	%	EN 12592	99 classe 2		

■ Aujourd’hui, l’emploi des bitumes de différentes classes peut se résumer comme suit :

- tous les bitumes, de la classe 20/30 jusqu’à la classe 160/220, sont utilisés pour fabriquer des enrobés bitumineux à chaud ;
- le choix de la classe dépend de plusieurs paramètres dont les conditions climatiques régnant sur la chaussée. Une route de montagne en haute altitude pourra recevoir une enrobé au 160/220 ou au 70/100 ;
- dans tous les autres cas, en fonction du trafic enregistré sur l’itinéraire, les bitumes les plus courants, pour fabriquer les graves-bitume et les bétons bitumineux, devraient être les bitumes 35/50 et 60/70.

■ On assiste pourtant à une évolution des pratiques qui retiennent de plus en plus l’utilisation des bitumes durs 10/20 et 15/25 dont les spécifications figurent dans le tableau 3. Ils permettent la fabrication et l’utilisation, en couche de base ou de liaison, d’enrobés dits « à module élevé » qui constituent la couche structurante de la chaussée. Ceux-ci n’étant pas recommandés en couche de roulement, ils doivent recevoir un tapis de protection, du type béton bitumineux semi-grenu au bitume 20/30 ou 35/50.

Ici, il n’est pas possible de décrire toutes les situations et tous les usages. Il sera utile de se reporter aux normes européennes (série EN 13108-x) définissant les enrobés bitumineux qui s’imposent suivant les applications.

Le tableau 3 reproduit l’annexe française, informative, de la norme EN 13924 qui s’applique aux bitumes routiers de grade dur dont l’usage est recommandé sur le territoire national.

■ En revenant sur les deux classes 160/220 et 70/100 définissant des bitumes considérés, par les européens du Sud, comme des bitumes mous, l’utilisation principale est la fabrication de liants bitumineux anhydres ou sous forme d’émulsion.

Ces liants, dont la viscosité est bien plus faible que celle du bitume de départ et cela grâce à l’ajout d’un fluxant (ou fluidifiant) ou à la mise en émulsion, sont principalement utilisés pour réaliser des enduits superficiels, des enrobés stockables à froid ou des enrobés coulés à froid (ECF), ou bien des coulis bitumineux.

6. Bitumes fluidifiés et fluxés

Les bitumes purs sont des produits très visqueux qui nécessitent un traitement spécifique pour les employer. Le moyen le plus simple consiste à chauffer un bitume à une température correspondant à son point de ramollissement, majoré de 100 °C environ. Cette technique est couramment utilisée pour la préparation des enrobés bitumineux à chaud qui constitue le premier débouché de la production de bitume, mais elle nécessite le chauffage et la déshydratation des granulats.

En revanche, l’utilisation d’un liant pour la réalisation d’un enduit superficiel ou d’un enrobé à froid, quelle que soit sa nature précise, impose un niveau de viscosité compatible avec la pulvérisation ou l’enrobage. La réduction de la viscosité est obtenue par l’ajout d’un fluidifiant (solvant volatil) ou d’un fluxant (huile peu volatile). Après application du matériau sur la chaussée, l’évaporation et l’absorption partielles de l’additif conduisent à retrouver progressivement les caractéristiques du bitume, dès la mise en service de l’ouvrage.

Suivant le type de diluant ajouté, on distingue les bitumes fluidifiés et les bitumes fluxés.

6.1 Bitumes fluidifiés

Aujourd’hui en France, l’utilisation des bitumes fluidifiés est en voie d’extinction. Pour mémoire, les bitumes fluidifiés français correspondaient aux *cut-backs* américains MC dits « *medium-curing* », c’est-à-dire à vitesse d’évaporation moyenne.

Le bitume de base était fréquemment du 70/100 et le solvant était une coupe du type kérosène dont le point initial de distillation est de l’ordre de 170 °C et le point final de l’ordre de 230 °C.

Deux autres catégories de *cut-backs* existent et sont encore utilisées dans de nombreux pays qui appliquent les normes américaines ASTM. Il s’agit des *cut-backs* RC (pour *rapid-curing*) à vitesse d’évaporation rapide, utilisant une coupe essence comme fluidifiant et des *cut-backs* SC (pour *slow-curing*) utilisant une coupe gazole en tant que fluidifiant.

6.2 Bitumes fluxés

Pendant longtemps, ils furent préparés presque exclusivement à partir d'un bitume 70/100 amolli par une huile d'origine carbochimique, dite « huile anthracénique V » (lettre V).

L'huile anthracénique V est obtenue par distillation du goudron de houille brut, ce dernier étant la coupe la plus lourde constituant les matières volatiles produites lors de la pyrolyse du charbon.

La préoccupation relative à la santé des travailleurs a conduit, depuis des décennies, les fabricants de bitumes fluxés à reconsidérer la composition du fluxant traditionnel et à rechercher des substituts ne présentant pas de danger. Ainsi, sur le marché, sont arrivés des fluxants d'origine pétrolière et maintenant des fluxants d'origine végétale.

La future norme européenne de spécifications des bitumes fluidifiés et fluxés, en cours d'adoption (prEN 15322), prendra en compte tous les fluxants, quelle que soit leur origine, ce qui explique la complexité du tableau de ce document.

Du point de vue de l'utilisateur, les points importants guidant son choix sont l'aptitude au mouillage et au collage des granulats dès l'application, d'une part, et, d'autre part la reprise de la consistance du liant dans les heures qui suivent l'application.

À plus long terme, l'affinité liant-granat doit rester forte et résister, à la fois, aux variations de température et à l'action de l'eau, cette dernière agissant dans le sens du désenrobage.

6.3 Principales caractéristiques des bitumes fluidifiés et fluxés

Les caractéristiques principales retenues sont la **pseudo-viscosité**, la **distillation fractionnée** et l'**évolution au mûrissement**.

■ Pseudo-viscosité (EN 13357)

La pseudo-viscosité est, conventionnellement, la durée d'écoulement obtenue au moyen d'un appareil normalisé appelé « viscosimètre à écoulement ».

La partie essentielle est un récipient, d'une capacité totale de 132 cm³ environ, dont la base est munie d'un orifice calibré de 2, 4 ou 10 mm pouvant être obturé.

La température d'essai est régulée à 25, 40 ou 50 °C, en fonction de la pseudo-viscosité du produit testé, afin que le résultat respecte l'intervalle imposé par la norme.

■ Distillation fractionnée (EN 13358)

Il s'agit d'une méthode conventionnelle de distillation au moyen d'un appareil spécifique normalisé. Elle est réalisée à la pression atmosphérique et permet de déterminer la fraction distillant au-dessous des températures de 190, 225, 315 et 360 °C.

■ Évolution au mûrissement (EN 14895)

L'évolution au mûrissement est déterminée au moyen d'une méthode récente, normalisée et dérivée de celle mise au point pour les émulsions de bitume.

L'essai consiste à soumettre un échantillon du produit à une température de 50 °C, pendant 24 h, puis à une température de 85 °C, pendant une nouvelle période de 24 h. Après l'essai, plusieurs caractéristiques du liant résiduel sont mesurées et comparées à celles obtenues sur le liant à l'état neuf.

6.4 Classification des bitumes fluidifiés et fluxés (prEN 15322)

Compte tenu de la complexité des tableaux qui régissent cette norme européenne, il n'est pas possible d'en donner un extrait simple. Elle couvre tous les liants anhydres utilisés à la date de sa rédaction, y compris ceux qui renferment des huiles d'origine végétale.

Les spécifications qu'elle décrit diffèrent fortement de celles figurant dans les normes françaises publiées avant 2007.

La lecture des tableaux ne se fait plus en colonne, classe de liant par classe de liant. À partir de la mise en œuvre de cette norme, une même classe de liant pourra respecter des intervalles de spécifications, caractéristique par caractéristique, choisis dans l'éventail des possibilités offertes.

De plus, aux caractéristiques principales mentionnées ci-avant, les experts ont ajouté le suivi de l'évolution du liant résiduel après mûrissement, puis après vieillissement.

À ce jour, il faut considérer que les bitumes fluidifiés ont quasiment disparu du marché français.

Quant aux bitumes fluxés, il faut mentionner que les différents fournisseurs et utilisateurs sont en mesure d'utiliser des huiles d'origine carbochimique, pétrolière ou végétale. Les bitumes fluxés obtenus peuvent présenter quelques comportements spécifiques liés à la nature du fluxant choisi.

Habituellement, les liants anhydres de faible viscosité servent à la préparation d'enrobés à froid à durée de stockage plus ou moins longue et aussi à la réalisation d'emplois partiels sur les routes faiblement circulées en début et fin de saison.

Les liants anhydres de forte viscosité permettent la mise en place d'enduits superficiels à grosse granularité sur les chaussées fortement circulées.

Il faut noter que l'ajustement des paramètres nécessaires à la réalisation d'un enduisage doit prendre en compte de nombreux éléments constituant l'environnement du chantier ainsi que la nature du trafic. Parmi ces paramètres, figurent la viscosité du liant et son dosage d'épandage, ainsi que la granularité et le dosage d'épandage des granulats, eu égard à la structure de l'enduit.

7. Émulsions de bitume

Comme cela a été signalé précédemment, un moyen de réduire fortement la viscosité du bitume à une température d'utilisation comprise entre 80 °C et l'ambiante est la mise en émulsion du bitume.

La norme française T 73-000 définit une émulsion comme un système hétérogène à deux ou plusieurs phases liquides, constitué par une phase liquide continue et, au moins, une deuxième phase liquide dispersée dans la première sous forme de fines gouttelettes.

La phase continue est appelée « phase dispersante » et l'autre « phase dispersée ».

Il faut noter que le système est thermodynamiquement instable. Pour assurer sa stabilité, il est nécessaire d'utiliser un agent tensio-actif.

Dans la très grande majorité des émulsions de bitume, la phase dispersante est de l'eau renfermant une partie du tensio-actif et la phase dispersée est le bitume ou le liant bitumineux. Il s'agit alors d'émulsions directes dites « huile » dans « eau ».

Inversement, si l'eau est dispersée dans la phase bitumineuse, l'émulsion est appelée « inverse » et dite « eau » dans « huile ». Ce cas se rencontre rarement au niveau de la fabrication. Mais, sur la chaussée, au cours du processus de rupture qui conduit à la reconstitution du film continu de bitume, le passage par la forme émulsion inverse est quasi inévitable mais ne doit pas durer plus de quelques minutes, surtout dans des conditions météorologiques peu favorables.

En ce qui concerne la taille des gouttelettes, les techniciens considèrent que, dans le cas général d'une émulsion normale, cette taille est comprise entre 0,1 et 20 µm. La nature très particulière du bitume fait que la taille des gouttelettes de liant, dans une émulsion de bitume, est comprise entre 1 et 20 µm, voire plus dans certaines circonstances.

Le tensio-actif joue un rôle très important car il permet, d'une part, d'abaisser la tension inter-faciale eau-bitume et, d'autre part, de charger électriquement les gouttelettes de bitume, créant ainsi un effet de répulsion électrostatique qui assure la stabilité du système.

En théorie, il existe trois familles de tensio-actifs présentés dans l'ordre chronologique de leur utilisation industrielle : les **anioniques**, les **cationiques** et les **non-ioniques**.

À ce jour, en technique routière, les tensio-actifs non-ioniques, bien que souvent testés, ne sont pas utilisés de façon significative pour des chantiers courants.

■ Émulsions anioniques

Historiquement, les premières émulsions de liant hydrocarboné furent les émulsions anioniques et, cela, dès l'aube du XX^e siècle.

L'invention est revendiquée par une société anglaise qui allait donner naissance au groupe Colas, acronyme de *Cold Asphalt*.

Dans cette famille, le radical lipophile, c'est-à-dire celui qui se fixe à la surface de la gouttelette du bitume, présente une extrémité hydrophile portant une charge négative. La grande quantité, à la surface des gouttelettes, de cette espèce polarisée charge négativement toutes ces dernières qui se repoussent constamment.

Le tensio-actif anionique est généralement un **acide gras saponifié** par une base forte suivant la réaction :



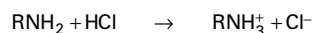
Le radical « R », comportant plus d'une douzaine d'atomes de carbone appartenant à des chaînes aliphatiques ou naphéniques, est compatible avec le bitume, alors que le groupement « COO⁻ », de nature hydrophile, reste à l'extérieur du globule de bitume.

■ Émulsions cationiques

Inventées en 1938 par des chercheurs de la Standard Française des Pétroles, elles furent développées industriellement en France, dès 1950.

Dans cette famille, le radical lipophile présente une extrémité portant une charge positive et le grand nombre de ces molécules, réparties à la surface des gouttelettes de bitume, confère à ces dernières une polarité positive.

Le tensio-actif cationique est souvent une **amine grasse salifiée** par l'acide chlorhydrique, suivant la réaction :



Le radical « R » comportant de l'ordre de dix-huit atomes de carbone, appartenant à une chaîne aliphatique, est compatible avec le bitume, alors que le groupement « NH₃⁺ », de nature hydrophile, reste à l'extérieur du globule de bitume.

■ Les émulsions ne peuvent être, *stricto sensu*, considérées comme un liant mais plutôt comme le **vecteur du liant bitumineux**, ce dernier devant retrouver son intégrité pour jouer son rôle.

Une fois mise en place, l'émulsion doit se rompre au contact des granulats et du support. Plusieurs phénomènes d'inégales importances, suivant la nature de l'émulsion et l'usage qui en est fait, sont à l'origine de cette rupture. Dès le contact émulsion-granat, les charges électrostatiques des gouttelettes de bitume sont neutralisées par les charges opposées présentes à la surface des granulats. Cette réaction est très rapide et prépondérante lors du contact d'une émulsion cationique et d'un granulat siliceux ou silico-calcaire.

Ces matériaux présentent une forte densité de charges négatives qui attirent les gouttelettes chargées positivement. La rupture est alors immédiate, irréversible et peut se propager au sein de l'émulsion.

En revanche, dans le cas de l'utilisation d'une émulsion anionique, le contact avec un matériau silico-calcaire, de même polarité que l'émulsion, ne permet pas de déclencher la rupture. C'est une des raisons qui ont conduit les professionnels français à abandonner progressivement l'utilisation des émulsions anioniques dans un pays riche en matériaux présentant majoritairement des charges électriques négatives à leur surface.

En complément, deux autres phénomènes viennent accélérer la rupture de l'émulsion par diminution de la phase aqueuse. Le premier correspond à l'absorption d'une fraction de l'eau par les granulats et le second à l'évaporation de l'eau dans l'atmosphère dont la cinétique dépend des conditions météorologiques au moment du chantier.

■ La **qualité de l'ouvrage réalisé** dépend principalement de la rupture de l'émulsion et de la façon dont le film de liant se reconstitue, à la fois sur les surfaces minérales des granulats et du support, mais également dans sa masse. Au final, le liant doit bien adhérer aux surfaces et retrouver la cohésion qui était la sienne avant mise en émulsion.

Plusieurs études ont mis en évidence deux paramètres fondamentaux que sont la distribution granulométrique des gouttelettes de bitume d'une part, et, d'autre part, la teneur en tensio-actif libre dans la phase aqueuse.

Le lecteur pourra se reporter aux publications qui développent ces concepts dont quelques-unes sont mentionnées [10] [11] et [12].

7.1 Fabrication

Pour fabriquer une émulsion, cationique dans le cas présent, l'opérateur doit commencer par préparer la phase aqueuse en faisant réagir l'amine et l'acide dans la quantité d'eau nécessaire, de préférence à une température d'au moins 50 °C.

Une fois la phase aqueuse prête, qu'elle soit concentrée ou non, il est nécessaire de l'introduire dans une unité de dispersion, en même temps que le bitume porté à la fluidité requise grâce au chauffage préalable, et cela au moyen de pompes doseuses destinées à assurer la bonne teneur en liant, tout au long du processus de mise en émulsion.

Dans l'unité de dispersion, constituée le plus souvent d'un stator et d'un rotor de turbine (ce dernier tournant à grande vitesse) le bitume, cisailé par laminage, donne naissance à des gouttelettes se chargeant de tensio-actif. Cette transformation se réalise en une fraction de seconde dans l'entrefer du moulin et, une fois évacuée, l'émulsion présentera les caractéristiques liées à l'efficacité de l'outil.

La distribution granulométrique des gouttelettes ne pourra plus être améliorée. Il est donc très important de bien ajuster les conditions de mise en émulsion afin d'obtenir le produit aux propriétés recherchées.

Dès la sortie de la turbine, l'émulsion est envoyée dans le bac de stockage correspondant à sa classe. En fonction de l'usage de l'émulsion et de sa classe, la température de stockage est maintenue entre la température ambiante, pour les émulsions d'enrobage, et la température de 80 °C, pour les émulsions pour enduisage.

En cas de stockage prolongé et si, de plus, un réchauffage important s'avère nécessaire, il est fortement recommandé de brasser doucement l'émulsion en l'aspirant au fond du bac et en la refoulant à la partie haute de ce dernier, tout en évitant de la laisser tomber en pluie.

7.2 Principales caractéristiques

Les émulsions sont caractérisées par un **certain nombre d'essais** destinés à évaluer leur aptitude à l'usage et leur conformité aux exigences essentielles :

■ Teneur en eau (EN 1428)

C'est une information capitale pour l'acheteur et l'utilisateur de l'émulsion indispensable à la mise au point de la formulation de l'enduit ou de l'enrobé à froid.

En France, la méthode retenue est la distillation azéotropique de l'émulsion.

■ Indice de rupture (EN 13075-1)

Il est déterminé en introduisant régulièrement des fines normalisées dans 100 g, environ, d'émulsion sous faible agitation. L'indice de rupture est la masse de fines qui conduit à l'agglomération du bitume de l'émulsion, pour une masse exacte d'émulsion de 100 g. C'est un nombre sans dimension.

Plus l'indice est élevé, plus la stabilité de l'émulsion est grande.

■ Pseudo-viscosité (EN 12847)

Mesurée à l'aide du même viscosimètre que celui décrit dans le cas des liants anhydres, elle est exprimée en secondes d'écoulement, à la température de référence de 40 °C, pour la plupart des émulsions.

7.3 Classification des émulsions

Par le passé la norme française NF T 65-011 regroupait les spécifications des émulsions anioniques et cationiques. Les travaux de normalisation conduits par les experts européens, réunis au niveau du CEN, ont débuté en prenant en compte les émulsions cationiques dont l'usage est quasi général.

À ce jour, seules les émulsions cationiques bénéficient d'une norme harmonisée, les travaux concernant les émulsions anioniques n'ayant pas encore débuté. C'est la raison pour laquelle les spécifications des émulsions anioniques relèvent des dispositions propres à chaque pays.

■ Émulsions anioniques (NF T 65-012)

En attendant qu'une décision soit prise par les experts européens, les responsables français ont révisé les spécifications de ces émulsions et ont demandé un indice de classement propre à ces produits.

Le lecteur pourra se reporter au tableau de cette norme dès qu'elle paraîtra.

■ Émulsions cationiques (EN 13808)

La norme EN 13808 constitue un cadre de spécifications pour les émulsions cationiques de bitume. Elle se présente sous une forme particulière avec une certaine complexité qui nécessite une lecture attentive des clés et des définitions.

Le chapitre « Nomenclature » donne la signification des abréviations utilisées pour désigner les émulsions cationiques de bitume qui, désormais, se présentent sous la forme « C xx yyy z » avec :

- la lettre C indiquant que l'émulsion est cationique ;
- les deux digits « xx » représentent la teneur en liant exprimée en % ;
- les trois digits « yyy » représentent, respectivement, la lettre B pour bitume, la lettre P, si le liant est un bitume-polymère, et la lettre F si l'émulsion renferme plus de 2 % de fluxant.

Dans le cas, par exemple, où le liant mis en émulsion est du bitume pur, sans polymère et sans fluxant, seule la lettre B figure à la place des « yyy ».

Comme dans le cas des bitumes fluidifiés et fluxés, la complexité des tableaux qui régissent cette norme européenne ne permet pas d'en donner un extrait simple. Cette norme couvre l'ensemble des émulsions utilisées dans toute l'Europe, à la date de sa rédaction, dans tous les domaines répertoriés.

Les spécifications qu'elle décrit diffèrent fortement de celles figurant dans la norme française publiée avant 2007.

Ici aussi, la lecture des tableaux ne se fait plus en colonne, classe d'émulsion par classe d'émulsion.

À partir de la mise en œuvre de cette norme, une même classe d'émulsion pourra respecter des intervalles de spécifications, caractéristique par caractéristique, choisis dans l'éventail des possibilités offertes.

De plus, aux caractéristiques principales mentionnées ci-avant, les experts ont ajouté le suivi de l'évolution du liant résiduel après mûrissement, puis après vieillissement.

7.4 Utilisation

Les émulsions sont utilisées depuis fort longtemps dans de nombreux types de matériaux et de procédés, aux différentes étapes de la construction et de l'entretien des chaussées.

Les produits et procédés à l'émulsion apportent des solutions quelle que soit la nature de la voie concernée (voirie urbaine, route de rase campagne, chaussée aéroportuaire ou chaussée industrielle, etc.) et quelle que soit l'intensité du trafic.

Suivant la technique retenue et les conditions d'utilisation, l'entrepreneur retiendra une émulsion d'une certaine concentration présentant la viscosité la mieux adaptée.

Les hommes de l'art ont l'habitude de considérer qu'en travaux routiers, il y a les interventions qui touchent uniquement la surface de la chaussée, sur une épaisseur maximale correspondant à la taille d'un, voire de deux granulats posés l'un sur l'autre, comme l'enduisage, et d'autres qui intéressent une épaisseur significative de matériaux de chaussée, comme les enrobés ou les traitements en place.

Sauf situation particulière, les émulsions utilisées dans les interventions de surface sont à forte teneur en liant, présentant une rupture rapide et une viscosité marquée afin de ne pas couler vers les points bas de la voie.

En revanche, les émulsions utilisées pour élaborer des matériaux enrobés, ou pour traitement en place, sont moins riches en liant, offrant une rupture lente et d'une viscosité moyenne, voire basse, en fonction de la teneur en fines des granulats..

Un paramètre doit **toujours être vérifié** lors de la mise au point de la formulation du matériau, c'est la **compatibilité liant-granat**.

Le lecteur pourra se reporter à l'ouvrage [13] de la SFERB (Section des fabricants d'émulsions routières de bitume) qui constitue le document de référence pour les émulsions de bitume.

8. Bitumes modifiés

La norme de terminologie EN 12597 définit un bitume modifié comme un bitume dont certaines propriétés rhéologiques ont été modifiées par l'ajout d'un polymère au moins. Le mélange peut être physique, ou bien faire l'objet d'une réaction chimique, mais doit intervenir au sein d'une usine, ou d'une unité mobile, avant son emploi dans le matériau final.

Ces bitumes sont souvent désignés par l'acronyme BmP pour « Bitume modifié par des polymères » ce qui donne, en anglais, PmB pour « *Polymer modified Bitumen* ».

À ce jour, il existe 3 grandes familles de polymères :

- les élastomères du type copolymère SB, SBR, SBS et SIS ;
- les plastomères du type copolymère EVA, EMA, EBA et PIB ;
- le caoutchouc vulcanisé de récupération sous la forme de poudrette.

Globalement, l'objectif recherché est d'ajouter les propriétés du bitume et celles du polymère.

À cette liste d'additifs, on peut ajouter le soufre qui peut agir de plusieurs façons, plus ou moins complémentaires.

Bitume-caoutchouc et bitume-soufre sont traités au paragraphe 10.

8.1 Fabrication

Sachant que rares sont les bitumes entièrement compatibles avec les polymères, le principe de la fabrication des BmP consiste à créer, à partir d'un bitume routier classique, un liant homogène du point de vue macroscopique mais qui, sous microscope, présentera au moins deux phases distinctes inter-pénétrées et stables.

■ La mise au point d'un BmP nécessite un effort de recherche afin de définir le bon couple liant – polymère(s), ainsi que les concentrations optimales. En effet, si le bitume dissout complètement le polymère, le liant final ne présente qu'un accroissement de viscosité, sans aucune autre modification notable des caractéristiques d'usage. Si le bitume et le polymère sont incompatibles, une agitation très énergique peut laisser croire que le système va trouver une certaine stabilité, alors qu'en fait, dès l'arrêt de l'agitation, le mélange commence à décanter. Très rapidement, presque tout le polymère se rassemble à la surface du liquide.

■ Il existe des cas où le polymère, après avoir absorbé une partie des maltènes du bitume, provoque une **rupture de l'équilibre colloïdal du bitume**.

Ce phénomène se traduit par la superposition de trois couches distinctes dans le bac de stockage ; en haut surnage la phase très riche en polymère, au milieu se trouve une phase huileuse noire assez fluide, et au fond se concentrent les fractions les plus lourdes du bitume.

■ La **solution recherchée** consiste donc à favoriser la formation d'un réseau polymère diffus et stable au sein du bitume. On parle alors de « compatibilité » entre le bitume et le polymère. Cette situation est facilement observable au moyen d'un microscope optique à contraste de phase sous rayonnement UV.

■ Il est important de noter ici que, dans le cas du mélange physique d'un bitume compatible et d'un polymère classique du type SBS ou EVA, le bitume modifié peut présenter **trois états possibles**, en fonction de la teneur en polymère :

- de 0 et 4 %, la phase continue est le bitume, et le réseau créé par le polymère est la phase dispersée ;
- au-delà de 6 %, la phase continue est le réseau créé par le polymère, et le bitume constitue la phase dispersée ;
- autour de 5 %, le système est en équilibre entre les deux possibilités, ce qui le rend sensible à la moindre variation d'un paramètre. En conséquence, les propriétés rhéologiques peuvent évoluer fortement d'une façon étonnante.

Habituellement, les liants routiers renferment moins de 5 % de polymère, alors que les liants industriels, destinés à la fabrication des chapes d'étanchéité, renferment plus de 10 % de polymère.

8.2 Principales caractéristiques

Trois écoles cohabitent quant au choix de la famille : **élastomères**, **plastomères** ou **mélange des deux**.

■ Les **élastomères** les plus utilisés, depuis près de trente ans, sont les copolymères triséquencés de type polystyrène-polybutadiène-polystyrène (SBS), linéaires, ramifiés ou étoilés.

Le fonctionnement du SBS repose sur la constitution de cette macro-molécule faite de deux polymères incompatibles, au comportement opposé. À la température ambiante, les domaines de polystyrène, situés à l'extrémité de chaque macro-molécule, sont rassemblés en une espèce de pelote dont la taille est limitée par l'encombrement stérique et les séquences de polybutadiène relient ces pelotes les unes aux autres. Il y a formation d'un réseau tridimensionnel présentant le même comportement que celui du caoutchouc vulcanisé.

Dans le cas des élastomères, la liaison entre les macro-molécules de polystyrène est de nature physique réversible et non pas chimique irréversible [liaison covalente $-C-(S-S)_n-C-$].

En effet, lorsque la température du polymère SBS croît, l'agitation thermique conduit au relâchement des liaisons, au sein des pelotes, et le comportement devient thermoplastique. Une fois la température revenue à l'ambiante, les pelotes se reforment et le comportement élastomérique réapparaît. C'est la raison pour laquelle ils portent le nom d'« élastomères thermoplastiques ».

■ Les **plastomères**, mis au point peu après les élastomères, sont principalement des copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA).

Plus tard, ont été développés des copolymères d'éthylène et d'acrylate de méthyle (EMA) et des copolymères d'éthylène et d'acrylate de butyle (EBA).

Dans cette famille, le principe de base est le même que dans le cas des élastomères. Il consiste à créer une macromolécule possédant des chaînes de nature différente afin que, à la température ambiante, les parties de même nature se regroupent en de très nombreuses pelotes reliées par des macromolécules au comportement élastomérique.

Dans l'état actuel des connaissances, les élastomères et les plastomères, utilisés pour la fabrication des bitumes modifiés par des polymères, ne confèrent pas les mêmes caractéristiques au liant final pour un bitume de départ identique, du point de vue de la classe et pour un même taux de traitement.

En simplifiant, on peut dire que l'élastomère apporte un fort caractère élastomérique et un faible durcissement, alors que le plastomère fait croître fortement la cohésion du liant en modifiant faiblement son comportement élastomérique.

■ C'est la raison pour laquelle certains techniciens considèrent que le bon choix réside dans la **combinaison des deux familles**, élastomères et plastomères.

Cette voie permet d'associer les propriétés intéressantes de chaque polymère, encore faut-il définir le rapport judicieux entre SBS et EVA ou EMA.

Plusieurs écoles existent et chaque formule présente telle ou telle propriété particulière avec un point fort pour l'usage envisagé.

8.3 Classification des bitumes modifiés (EN 14023)

Une fois encore, les tableaux qui figurent dans cette norme européenne présente une complexité telle qu'il n'est pas possible d'en donner un extrait simple. Cette norme couvre tous les bitumes modifiés, de type élastomère et plastomère, utilisés, depuis de très nombreuses années, dans plusieurs pays européens.

Dans certains pays, une norme nationale servait à l'établissement des marchés. Dans d'autres, les produits faisaient l'objet d'un avis technique.

La norme européenne devait faire la synthèse des très nombreux cas particuliers, en évitant d'exclure un liant déjà commercialisé avec succès le jour de sa publication.

Le document se présente sous la forme de tableaux dont la lecture ne se fait pas en colonne, classe de liant par classe de liant. Une classe de liant bitume modifié est caractérisée par un intervalle de pénétrabilité et un intervalle de point de ramollissement. De multiples combinaisons sont possibles car un large éventail est offert.

De plus, aux caractéristiques principales (pénétrabilité – point de ramollissement), les experts ont ajouté des caractéristiques rhéologiques ainsi que le suivi de l'évolution du liant résiduel après mûrissement, puis après vieillissement.

9. Bitumes spéciaux

Un bitume spécial, comme le rappelle la norme EN 12597, est un bitume fabriqué au moyen de procédés et, à partir de bases choisies, afin de lui conférer des propriétés particulières le rendant apte à répondre à certaines exigences plus rigoureuses imposées pour des applications routières ou industrielles.

Une note, au paragraphe 2.5.3 de la norme EN 12597, précise que cette définition inclut, de façon non limitative, les bitumes multigrades, les bitumes émulsionnables, les bitumes pigmentables.

9.1 Utilisation suivant la nature

■ Bitumes multigrades

Ils sont caractérisés par un indice de pénétrabilité Pfeiffer positif, compris entre 0 et 2. Leurs propriétés rhéologiques apportent une réponse au risque d'orniérage des couches de roulement, tout en assurant une bonne résistance à la fissuration thermique.

Ils sont aptes à la formulation d'enrobés fortement sollicités par un trafic lourd et canalisé, utilisés dans des régions enregistrant de grands écart de température.

■ Bitumes émulsionnables

Ce sont des bitumes qui permettent de fabriquer une émulsion, cationique ou anionique suivant le cas, de bonne qualité, dans des conditions normales de formulation et de dispersion.

Dans l'esprit de certaines personnes, un bitume émulsionnable est un bitume qui présente un indice d'acide notable. Cela était utile, mais pas nécessaire, pour la fabrication des émulsions anioniques.

Dans le cas des émulsions cationiques, un bitume neutre convient parfaitement. Seules les émulsions cationiques, pour enrobés coulés à froid, semblent réclamer l'utilisation d'un bitume acide ou acidifié.

■ Bitumes pigmentables

Ils sont fabriqués à partir de quelques pétroles bruts très particuliers, riches en résines mais pauvres en asphaltènes.

Cette composition, peu courante, leur confère une couleur noire bien moins dense que les autres bitumes. De ce fait, lorsqu'ils sont en film mince à la surface des granulats, c'est la couleur de ces derniers qui devient prépondérante et l'ajout d'un pigment tel que l'oxyde de fer, permet de réaliser des enrobés d'une belle couleur rouge. Ces enrobés trouvent leur place en voirie urbaine et dans l'aménagement de zones résidentielles.

■ Tous ces bitumes ne font pas l'objet d'une norme de spécification, mais les experts européens se sont saisis du dossier. Compte tenu de l'étendu des caractéristiques et des usages, il est envisagé de définir un cadre de spécifications qui imposera des règles permettant d'afficher les intervalles des caractéristiques figurant dans la réponse au Mandat M/124, ainsi que les intervalles des caractéristiques qui font la spécificité de chaque famille.

10. Bitumes modifiés particuliers

Comme mentionné plus-avant, il est possible de modifier un bitume en ajoutant un agent chimique et, éventuellement, en faisant réagir ce dernier avec le bitume.

Il existe deux voies classiques d'incorporation, soit en prémélange dans une unité dédiée à cet effet, soit par incorporation directe dans le malaxeur à la centrale d'enrobage, souvent juste avant l'introduction du bitume.

10.1 Bitume-caoutchouc

L'idée qui consiste à modifier le bitume par du caoutchouc est très ancienne mais jusqu'au début des années 1980, il semble que l'unique solution consistait à disperser de la poudrette de caoutchouc, provenant du broyage de pneumatiques usés, dans du bitume chaud ou dans le malaxeur.

Les deux produits étant incompatibles, le caoutchouc jouait le rôle de fines organiques dont la présence dans l'enrobé ne se traduisait pas par des modifications significatives de ses propriétés rhéologiques.

À partir des années 83/84, l'exploitation, principalement en France, de deux brevets américains basés sur l'idée de faire réagir, partiellement, le caoutchouc et certains constituant du bitume, mais se différenciant par la nature du fluxant ajouté, a conduit à la réalisation de nombreux chantiers routiers dont certains peuvent être qualifiés de remarquables.

Le procédé dit « *Arizona Refinery Company* » fut certainement le plus fécond (voir encadré 5).

Les propriétés rhéologiques du bitume-caoutchouc, ainsi préparé, demeurent, encore aujourd'hui, dans le haut de gamme de ce qui peut être fait au niveau industriel.

10.2 Bitume-soufre

Le soufre, dont la température de fusion est de l'ordre de 117 °C, est soluble à la hauteur de 15 % dans le bitume liquide et peut commencer à réagir avec ce dernier à partir de 150 °C environ, suivant les conditions de mélange.

Encadré 5 – Procédé « Arizona Refinery Company »

Il consiste à combiner, avec un bitume aromatique, de la poudrette de caoutchouc, provenant, à parts égales, des pneumatiques de véhicules légers et de poids lourds, afin d'équilibrer la teneur en caoutchouc naturel avec celle en caoutchouc synthétique.

La granularité de la poudrette est 0/2 et son incorporation en continu fait appel à une unité spéciale apte à brasser le mélange, pendant une heure et demie, à une température minimale de 200 °C. À cette température la poudrette gonfle, le caoutchouc subit une dé-vulcanisation partielle et certaines liaisons s'établissent avec des composés du bitume.

La viscosité du liant augmente pendant cette première phase et, une fois le maximum atteint, les opérateurs disposent d'une heure et demie pour utiliser le bitume-caoutchouc, soit pour faire des enrobés, soit pour réaliser des enduisages.

La littérature mentionne de nombreuses études qui mettent en évidence que, plus la température croît, plus le soufre entre en réaction avec les molécules réactives du bitume, les asphaltènes et les résines, conduisant à la rupture de quelques liaisons C—H, à la condensation des radicaux libres résultant et à la formation d'hydrogène sulfuré.

Il s'agit là d'un processus quasi identique au processus d'oxydation par l'oxygène donnant un bitume soufflé. Par réaction, le soufre augmente le point de ramollissement, diminue la pénétrabilité, améliorant la susceptibilité à la température.

De telles modifications ne sont pas recherchées pour les liants routiers, et les techniciens ont mis en évidence que le soufre pouvait également jouer le rôle de modificateur physique, sans réagir avec le bitume.

Au début des années 1970, un procédé fut développé sur la base d'un mélange qualifié d'émulsion de bitume-soufre (voir encadré 6).

Encadré 6 – Procédé d'émulsion de bitume-soufre

Le principe consiste à disperser, aussi finement que possible, des gouttelettes de soufre dans du bitume, au moyen d'un moulin colloïdal. La formule classique était 30 % de soufre et 70 % de bitume, en masse.

Ici, comme dans de nombreux cas relatifs au comportement du soufre liquide étudiés par ailleurs, les atomes de soufre se placent dans un réseau cristallin moléculaire dont le motif est une molécule cyclique à huit atomes de soufre, liés par covalence normale, formant un octogone gauche.

Chaque octogone est associé à un ou plusieurs autres, par les forces de Van der Waals.

Cette structure est déformable et présente un comportement plus ou moins caoutchoutique mis à profit dans les matériaux routiers fabriqués avec du bitume-soufre.

Le refroidissement lent des matériaux de chaussées favorise la formation de cette structure.

Du point de vue de l'hygiène, de la sécurité et de l'environnement, il a été noté la nécessité de limiter la température à 145 °C environ, afin qu'aucune réaction notable du soufre sur le bitume ne soit décelée.

Un tel mélange ne peut être stocké sans une agitation efficace car la masse volumique du soufre est presque double de celle du bitume.

Le liant bitume-soufre, ainsi préparé, sert à la fabrication d'enrobés routiers, graves-bitume ou bien bétons bitumineux. Les études mécaniques des enrobés au bitume-soufre ont mis en évidence, pour une formulation identique à l'exception de la nature du liant, un accroissement du module dynamique de l'enrobé, une meilleure tenue à l'orniérage et une résistance en fatigue accrue.

L'optimisation des formulations de l'époque a mis en évidence que le soufre ne pouvait pas remplacer une partie du bitume. Il vient comme un complément, une espèce de fine minérale au sens fondamental de la chimie, apportant des caractéristiques propres liées à la structure moléculaire du soufre solide.

10.3 Bitumes pour enrobés à température réduite

Récemment, des études ont débuté afin de diminuer la température de fabrication des enrobés à chaud.

Deux voies sont en cours d'exploration. La première cherche à travailler à une température de l'ordre de 110-120 °C, de sorte que les granulats soient bien déshydratés, en utilisant des bitumes spéciaux présentant une viscosité suffisamment basse permettant un bon enrobage. La seconde fixe une température maximale, juste inférieure à 100 °C, pour les éléments les plus fins, afin de conserver une certaine quantité d'eau qui, au contact du bitume chaud contenant un additif, provoque la formation d'une mousse très favorable à l'enrobage total du squelette granulaire.

Plusieurs gains sont mis en avant : diminution de la consommation d'énergie, réduction de la production de gaz à effet de serre et fort recul du risque de brûlure pour les opérateurs.

De nombreux chantiers viennent d'être réalisés et seront suivis avec attention afin de valider ces techniques.

10.4 Enrobés bitumineux modifiés

On ne peut achever ce large tour d'horizon sans mentionner les enrobés bitumineux modifiés, non pas par un liant préparé avant son introduction dans le malaxeur, mais par l'ajout d'au moins un additif, au cours du malaxage du bitume et des granulats.

La raison qui conduit à cette voie réside, le plus souvent, dans le fait que l'additif n'est pas soluble dans le bitume, ou bien qu'il ne donne pas un mélange suffisamment stable permettant une préparation préalable.

D'une manière non exhaustive, on peut citer :

- les **EPDM**, ajoutés dans les granulats chauffés à 180 °C, juste avant l'introduction du bitume. Certaines polyoléfinés sont utilisées ainsi ;
- les **matières plastiques récupérées** à partir de déchets industriels, comme les câbles téléphoniques et électriques déposés, ou bien certains emballages ;
- les **poudrettes de caoutchouc** agissant comme des fines organiques ;
- les **fibres** de différents types :
 - **naturelles, organiques ou minérales**, comme la cellulose, le verre, la laine de roche et l'amianté dans certains pays,
 - **organiques de synthèse** à base de polyéthylènes, polypropylènes, polyesters, acryliques,
 - **métalliques**, essentiellement constituées d'acier ;
- les **bitumes naturels**, comme celui de Trinidad ou la Gilsonite (cf. 3.1) ;
- les **asphaltes naturels** venant de Seleniza ou du Moyen-Orient.

Globalement, ces additifs conduisent à un accroissement de la rigidité du mélange et, dans le cas des additifs possédant des propriétés élastomériques, l'enrobé peut présenter un comportement en fatigue significativement amélioré, par rapport à un enrobé présentant le même module dynamique à la température ambiante.