

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①① N° de publication :

3 133 202

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

22 01817

⑤① Int Cl⁸ : E 01 C 7/24 (2022.01), C 04 B 26/26

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 02.03.22.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 08.09.23 Bulletin 23/36.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥③ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : EUROVIA Société par actions simpli-
fiée (SAS) — FR.

⑦② Inventeur(s) : LEBARBE Thomas, DELFOSSE Fré-
déric et CHEVALIER Emmanuel.

⑦③ Titulaire(s) : EUROVIA Société par actions simplifiée
(SAS).

⑦④ Mandataire(s) : REGIMBEAU.

⑤④ Procédé de fabrication d'enrobés hydrocarbonés à froid et enrobés hydrocarbonés à froid à montée en
cohésion rapide.

⑤⑦ La présente invention concerne un procédé de fabri-
cation d'une couche de revêtement routier à basé d'enrobé
hydrocarboné à froid, comprenant les étapes suivantes : a)
enrober à température ambiante dans un malaxeur d'une
machine automotrice une fraction solide minérale avec une
émulsion cationique de liant hydrocarboné, de l'eau est in-
troduite dans le malaxeur en une teneur telle que l'eau totale
soit comprise entre 8 ppc et 14 ppc par rapport au poids de
la fraction minérale solide sèche pour former un enrobé hy-
drocarboné à froid dans lequel la teneur en liant anhydre ré-
siduel conventionnelle telle que décrite dans la norme NF P
98-139 :2016-12 varie de 3,5 à 6 %, par rapport au poids de
l'enrobé après séchage, b) mise en œuvre de l'enrobé hy-
drocarboné à froid directement en sortie du malaxeur de la
machine automotrice pour former une couche ayant une
épaisseur d'au moins 2 cm, c) puis compactage de la
couche mise en œuvre lors de l'étape b) pour former la
couche de revêtement routier.

FR 3 133 202 - A1



Description

Titre de l'invention : PROCEDE DE FABRICATION D'ENROBES HYDROCARBONES A FROID ET ENROBES HYDRO- CARBONES A FROID A MONTEE EN COHESION RAPIDE

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne le domaine des enrobés hydrocarbonés pour la construction routière. Plus particulièrement, la présente invention porte sur le malaxage à froid de fractions solides minérales et d'une émulsion cationique de liants hydrocarboné directement sur chantier à l'aide de machines d'application équipées d'un malaxeur embarqué afin de fabriquer des enrobés hydrocarbonés à froid à montée en cohésion rapide.

[0002] **ARRIERE PLAN TECHNOLOGIQUE :**

Enrobés hydrocarbonés

[0003] Parmi les enrobés hydrocarbonés, on distingue deux grandes familles : les enrobés hydrocarbonés à chaud et les enrobés hydrocarbonés à froid.

[0004] Les enrobés hydrocarbonés à chaud sont obtenus par mélange à chaud des granulats et d'un liant hydrocarboné. Les granulats sont chauffés, en règle générale à une température supérieure à 100°C. Ces enrobés présentent un bon enrobage, une bonne maniabilité et des propriétés mécaniques après mise en œuvre et refroidissement conformes aux attentes de l'homme de l'art. La montée en cohésion de ces enrobés est franche et rapide et se fait par refroidissement du revêtement en quelques heures.

[0005] Les enrobés hydrocarbonés à froid sont obtenus par malaxage à froid de particules solides minérales, éventuellement humidifiées, avec un liant hydrocarboné mis en émulsion. L'usage d'émulsion cationique de liant hydrocarboné permet un enrobage sans séchage et sans chauffage des particules solides minérales du fait de la basse viscosité de l'émulsion de liant hydrocarboné à une température proche de la température ambiante. La fabrication à froid de ces enrobés permet une nette diminution de la consommation d'énergie nécessaire aux enrobés à chaud pour sécher et chauffer les particules solides minérales. Les enrobés à froid sont donc reconnus pour diminuer l'empreinte environnementale des enrobés hydrocarbonés lors des étapes de fabrication.

[0006] **Enrobés hydrocarbonés à froid et matériaux bitumineux coulés à froid**

[0007] Les enrobés hydrocarbonés à froid selon l'invention ont les propriétés des enrobés à l'émulsion décrits dans le guide Enrobés à l'émulsion fabriqués à l'usine, Cerema, 2020 ou dans les anciennes normes NF P 98-139 :2016-12 et NF P 98-121 :2014-10.

[0008] Les performances mécaniques caractéristiques des enrobés hydrocarbonés à froid

sont notamment :

- la résistance à la compression, la tenue à l'eau, vues au travers d'un essai Duriez (NF P 98-251-4 : Août 2004) ;
- l'aptitude au compactage vue à travers l'essai de compactage à la presse de cisaillement giratoire (NF P 98-252 : Juin 1999) ;
- le module de rigidité (NF EN 12697-26 annexe C, juin 2018).

[0009] Les enrobés hydrocarbonés à froid selon l'invention sont distincts des matériaux bitumineux coulés à froid. Les enrobés hydrocarbonés à froid répondent à des règles de formulations différentes de celles des matériaux coulés à froid et leur mise en œuvre est différente. Enfin, leurs performances mécaniques sont évaluées via des essais en laboratoires différents.

[0010] Les matériaux bitumineux coulés à froid sont décrits dans le guide Matériaux bitumineux coulés à froid, Cerema ou dans la norme NF EN 12273 « MBCF : spécifications » ou de l'ancienne norme NF P 98 150. Les matériaux bitumineux coulés à froid ont une teneur en liant résiduel supérieure à 5,5 ppc (partie pour cent en poids), par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.

[0011] Les performances mécaniques caractéristiques des matériaux bitumineux coulés à froid sont :

- le temps de prise ou de fluidité : temps déterminé comme la durée entre le début de mélange des constituants et la prise du MBCF ;
- le temps de rupture : temps pour lequel l'émulsion dans le MBCF est totalement rompue ;
- le temps de cohésion : temps pour lequel la cohésion du MBCF est suffisante pour l'ouverture au trafic ;
- la résistance à l'usure (ou à l'abrasion) : essai effectué après un mûrissement plus ou moins long pour s'assurer de la durabilité du MBCF sous trafic.

[0012] La demande FR 2 927 328 décrit un procédé de fabrication d'un enrobé coulé à froid capable d'être mis en œuvre sur une forte épaisseur d'au moins 1,5cm, ledit enrobé comprenant les constituants suivants :

- un liant hydrocarboné sous forme d'émulsion cationique,
- des granulats,
- de l'eau d'apport et,
- au moins un additif.

[0013] Selon l'invention, au moins un des additifs comprend une gomme synthétique, naturelle ou naturelle modifiée et, on procède à l'ajout de cet additif comprenant une gomme synthétique naturelle ou naturelle modifiée dans le flux d'émulsion ou dans l'eau d'apport préalablement au mélange de l'ensemble desdits constituants. Cependant la demande FR 2 927 328 fait référence au domaine des enrobés coulés à

froid selon la définition de la norme NF P 98 150. La demande FR 2 927 328 ne décrit à aucun moment un procédé de préparation d'un enrobé hydrocarboné à froid tel que défini dans les normes NF P 98-139 :2016-12 et NF P 98-121 :2014-10.

Enrobés hydrocarbonés à froid

- [0014] Le liant utilisé pour la fabrication des émulsions de liant hydrocarboné est un bitume, un bitume modifié par des polymères, un liant de synthèse pétrolier et/ou un liant végétal. Le liant peut être fluxé ou fluidifié par des produits d'origine pétrolière ou végétale.
- [0015] Lorsqu'une émulsion cationique de bitume est employée comme liant, les enrobés hydrocarbonés à froid qui en découlent se divisent en deux catégories de produits :
 - les graves-émulsion (GE) pour les couches d'assise, de liaison et le reprofilage ;
 - les Bétons bitumineux à l'émulsion (BBE) pour les couches de roulement.
- [0016] La température de fabrication des enrobés à froid, qui est proche de la température ambiante (la température minimale conseillée est d'environ 10°C, la gamme s'étend donc avantageusement de 10°C à 40°C), donne au liant, après rupture de l'émulsion, un rôle très important sur la maniabilité et la compactibilité de l'enrobé. Dans cette gamme de température, la viscosité importante du liant réduit la compactibilité de l'enrobé et ainsi diminue les propriétés mécaniques de l'enrobé obtenu.
- [0017] Les enrobés à froid s'affranchissent de beaucoup de contraintes liées aux enrobés à chaud. Cependant, les enrobés à froid présentent des défauts et des limites techniques.
- [0018] Tout d'abord, la réactivité de l'émulsion de liant hydrocarboné avec les particules solides minérales amène parfois à un défaut de qualité d'enrobage, notamment lorsque les particules solides minérales contiennent une teneur importante en fines. En effet, plus la fraction granulaire contient de fines, plus mauvaise sera la répartition du liant sur la fraction granulaire (principalement sur les gros éléments). De plus, ce défaut d'enrobage peut être accentué par les nombreuses manipulations de l'enrobé (transport, passage dans les vis du finisseur, compactage) qui amènent à des problèmes de désenrobage par abrasion du film de liant sur les surfaces granulaires. Ces problèmes d'enrobage ne peuvent pas être améliorés par augmentation de la teneur en eau du mélange car les enrobés à froid sont très sensibles à la teneur en eau totale du mélange qui génère des problèmes de maniabilité lorsque la teneur en eau est trop importante.
- [0019] La maniabilité constitue également une limite technique inhérente aux enrobés à froid. Dans le délai de transport de l'enrobé entre la centrale d'enrobage et le chantier, la montée en cohésion s'opère suite à la rupture de l'émulsion au contact des particules solides minérales. Cette montée en cohésion est généralement temporisée par plusieurs biais incluant la diminution de la teneur en liant de l'enrobé, l'usage de fluxants ou l'usage de tensioactifs à rupture très lente. Ces actions agissent positivement sur la maniabilité de l'enrobé lors du transport mais ont également une action néfaste sur la

remontée en cohésion de l'enrobé lorsqu'il a été appliqué sur la chaussée.

- [0020] Pour remédier à ou limiter les problèmes de mauvaise répartition du film de bitume sur la totalité de la fraction granulaire, l'étape de mélange des fractions granulaires et du liant en émulsion peut être séquencée. En effet, alors que les graves-émulsion et enrobés hydrocarbonés à froid pour assise ou reprofilage sont normalement fabriquées par simple enrobage, les bétons bitumineux à l'émulsion (BBE) et enrobés hydrocarbonés à froid pour couches de roulement font généralement appel à un enrobage séquencé du fait de la nécessité d'obtenir un très bon enrobage pour ces revêtements de surface. Des méthodes de séquençage sont décrites dans les brevets EP 0 384 094, EP 0 524 031, EP 0 781 887 et FR 2 960 890.
- [0021] Afin d'améliorer le comportement des enrobés à froid, notamment sur les aspects de l'enrobage, de la maniabilité et de la montée en cohésion, différents procédés comprenant une étape de chauffage ont été proposés, notamment dans les brevets EP 0 552 574, FR 2 732 239 et EP 1 668 184.
- [0022] L'arrière-plan technologique témoigne du bénéfice de certains procédés dans le but d'améliorer le comportement des enrobés hydrocarbonés à froid. Les propriétés telles que l'enrobage, la maniabilité et la remontée en cohésion peuvent ainsi être optimisées par le biais d'un séquençage de l'ajout des particules solides minérales et du liant ou bien par le biais d'une étape de chauffage.
- [0023] Un besoin demeure pour la mise à disposition de nouvelles solutions permettant d'augmenter significativement la montée en cohésion des enrobés hydrocarbonés à froid, notamment pour les couches de roulement, tout en assurant un bon enrobage de l'enrobé. Ceci, afin d'améliorer la résistance au cisaillement au jeune âge des enrobés hydrocarbonés à froid et ainsi permettre un usage plus large de ces revêtements, notamment pour les plus forts trafics.
- [0024] Le but de la présente invention est donc de répondre aux limites techniques mentionnées précédemment, et de proposer un procédé de fabrication d'un enrobé hydrocarboné à froid qui permet :
- de s'affranchir de la nécessité du séquençage pour obtenir un bon enrobage de l'enrobé et cela qu'importe la nature pétrographique des particules solides minérales ;
 - de s'affranchir des nombreux problèmes de maniabilité associés à la fabrication en centrale des enrobés hydrocarbonés à froid ;
 - de s'affranchir de l'utilisation de fluxants qui améliorent la maniabilité et la compactibilité mais inhibent la montée en cohésion rapide des enrobés hydrocarbonés à froid ;
 - de maîtriser la coalescence de l'émulsion du liant hydrocarboné ;
 - d'améliorer la montée en cohésion des enrobés hydrocarbonés à froid sans procédé de chauffage ;

- d'augmenter les résistances mécaniques à court, moyen et long terme des enrobés hydrocarbonés à froid.

[0025] A cet effet, le demandeur a découvert que la fabrication d'un enrobé hydrocarboné à froid in-situ sur chantier à l'aide d'une machine autoportée munie d'un malaxeur permettrait d'atteindre les objectifs précédents et de résoudre les problèmes de l'art antérieur. Le demandeur a également découvert que malgré la taille réduite du malaxeur d'une machine autoportée, il est possible de satisfaire les exigences d'enrobage des enrobés hydrocarbonés à froid en adaptant une teneur en eau anormalement élevée pour un enrobé hydrocarboné à froid.

[0026] Une machine autoportée permet de répondre aux attentes d'enrobage sans séquençage spécifique de matériaux et avec des géométries de malaxeurs très différentes.

[0027] Le demandeur a découvert que les formulations selon l'invention permettent de préparer des enrobés hydrocarbonés à froid qui peuvent être fabriqués in-situ et permettent ainsi de contourner les problématiques liées au transport.

[0028] BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION :

[0029] L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une couche de revêtement routier à basé d'enrobé hydrocarboné à froid, comprenant les étapes suivantes :

a- enrober à température ambiante dans un malaxeur d'une machine automotrice une fraction solide minérale avec une émulsion cationique de liant hydrocarboné, de l'eau est introduite dans le malaxeur en une teneur telle que l'eau totale soit comprise entre 8 ppc et 14 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche pour former un enrobé hydrocarboné à froid dans lequel la teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle telle que décrite dans la norme NF P 98-139 :2016-12 varie de 3,5 à 6 % , par rapport au poids de l'enrobé après séchage

b- mise en œuvre de l'enrobé hydrocarboné à froid directement en sortie du malaxeur de la machine automotrice pour former une couche ayant une épaisseur d'au moins 2 cm ;

c- puis compactage de la couche mise en œuvre lors de l'étape b) pour former la couche de revêtement routier.

[0030] Avantageusement, l'émulsion cationique de liant hydrocarboné comprend en tant qu'émulsifiant au moins une amine, l'amine représentant au moins 50% en poids du poids total des émulsifiants.

[0031] En particulier, l'amine est choisie parmi :

- les alkylpolyamines, dont les alkyles diamines ;
- les amines grasses ;
- les amidopolyamines ;
- les ammoniums quaternaires à chaîne grasse ;
- et leurs combinaisons.

- [0032] Dans un mode de réalisation préféré, l'émulsion cationique de liant hydrocarboné comprend à titre d'émulsifiants :
- (1) au moins une alkylpolyamine, comprenant un ou deux radicaux choisis parmi un reste hydrocarboné, saturé ou insaturé, comprenant de 8 à 24 atomes de carbone et/ou ses dérivés immédiats de cyclisation ainsi que ses dérivés oxyéthylés ou oxypropylés ; et
 - (2) au moins un amidopolyamine de formule (IV) $R_1'CO-(NH-R_1'')_a-NH_2$, R_1' étant un reste hydrocarboné, saturé ou insaturé, comprenant de 12 à 24 atomes de carbone, R_1'' un radical éthylène, a un entier allant de 2 à 5 et/ou ses dérivés immédiats de cyclisation ;
- l'émulsion cationique comprend un acide minéral choisi parmi l'acide phosphorique ou un acide polyphosphorique ;
- et le liant comprend un dope d'acide gras ou dérivé d'acide gras.
- [0033] L'enrobé hydrocarboné à froid est avantageusement choisi parmi les graves-émulsion ou les bétons bitumineux à l'émulsion.
- [0034] La fraction solide minérale répond avantageusement à une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :
- le passant à 0,063 mm de la fraction solide minérale varie de 4% à 10% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche ;
 - le passant à 16 mm de la fraction solide minérale est de 100% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche ;
 - le passant à 2 mm de la fraction solide minérale varie de 30% à 50% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche ;
 - le passant à 2 mm de la fraction solide minérale varie de 20% à 40% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [0035] La fraction solide minérale constitue avantageusement 94% à 96,5% en poids, avantageusement 94% à 95,5% en poids, du poids de l'enrobé.
- [0036] Avantageusement, l'enrobé ne comprend pas de gomme.
- [0037] Dans le procédé, lors de l'étape a), de l'eau est introduite dans le malaxeur en une teneur telle que l'eau totale soit avantageusement comprise entre 10 ppc et 12 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [0038] Le procédé peut comprendre une étape préalable à l'étape a) d'humidification de la fraction solide minérale.
- [0039] La couche de revêtement routier est avantageusement choisie parmi une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 1,5 cm à 3 cm, une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 3 cm à 5 cm, une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 5 cm à 8 cm, une couche d'assise, un rechargement ou un reprofilage.

- [0040] La machine automotrice comprend avantageusement outre le malaxeur :
- une trémie d'alimentation de particules solides minérales ;
 - une cuve à émulsion ;
 - un traineau lisseur ou un finisseur ;
 - une cuve à eau ;
 - optionnellement une trémie à pulvérulent, tels que la chaux ou le ciment, et/ou une cuve de lait de chaux ;
 - optionnellement un système de dosage de fibres.

Description des modes de réalisation

- [0041] Il a été mis en évidence que la fabrication et la mise en œuvre d'un enrobé hydrocarboné à froid à l'aide d'une machine autoportée munie d'un malaxeur, permet d'obtenir un produit pour revêtement routier possédant un bon enrobage, une fluidité et une maniabilité adaptée à la fabrication en machine autoportée spécifique et une montée en cohésion permettant une remise sous trafic rapide, en particulier en moins d'une heure, plus avantageusement en moins de 30 minutes.
- [0042] Les enrobés hydrocarbonés à froid obtenus par ce procédé présentent un enrobage de bonne qualité (au moins équivalent à celui observé pour les enrobés hydrocarbonés à chaud) sans les inconvénients observés avec les procédés de l'art antérieur, notamment du fait qu'ils sont fabriqués in-situ puis mis en œuvre. L'adaptation de la teneur en eau de l'émulsion cationique de liant hydrocarboné permet de réguler l'enrobage et la rhéologie (fluidité) de l'enrobé lors de l'application. Les tensioactifs utilisés permettent un bon enrobage, un temps de maniabilité suffisant et une cinétique de remontée en cohésion rapide. Tel que décrit par la suite, il pourra être intéressant d'ajouter un additif minéral tel que le ciment ou un lait calcique ou calco-magnésien. En outre, aucune étape de chauffage ou réchauffage n'est nécessaire pour adapter la maniabilité de l'enrobé ou bien hydrophober une partie des granulats. Les enrobés hydrocarbonés à froid obtenus par le procédé selon l'invention répondent donc aux exigences de la norme NF P 98-139 :2016-12 ou NF P 98-121 :2014-10 et la consommation énergétique en combustible est faible.
- [0043] Ainsi, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une couche de revêtement routier à basé d'enrobé hydrocarboné à froid, comprenant les étapes suivantes :
- a- enrober à température ambiante dans un malaxeur d'une machine automotrice une fraction solide minérale avec une émulsion cationique de liant hydrocarboné,
 - la fraction solide minérale constitue la totalité de la fraction solide minérale de l'enrobé hydrocarboné à froid
 - de l'eau est introduite dans le malaxeur en une teneur telle que l'eau totale soit comprise entre 8 et 14 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche

pour former un enrobé hydrocarboné à froid dans lequel la teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle telle que décrite dans la norme NF P 98-139 :2016-12 varie de 3,5 à 6 % , par rapport au poids de l'enrobé après séchage ;

b- mise en œuvre de l'enrobé hydrocarboné à froid directement en sortie du malaxeur de la machine automotrice pour former une couche ayant une épaisseur d'au moins 2 cm ;

c- puis compactage de la couche mise en œuvre lors de l'étape b) pour former la couche de revêtement routier.

[0044] Le procédé se caractérise donc en ce que l'enrobé hydrocarboné est préparé dans un malaxeur directement sur chantier, in situ. Contrairement aux enrobés hydrocarbonés décrits dans le guide précité, l'enrobé hydrocarboné n'est pas préalablement préparé à l'usine. L'étape a) est donc réalisée sur site.

[0045] Les termes « température ambiante » définissent une température variant de 10°C à 40°C, préférentiellement de 15°C à 35°C.

[0046] Les termes « enrobé » et « enrobé hydrocarboné » sont utilisés indifféremment pour désigner l'enrobé hydrocarboné à froid obtenu suite à l'étape a) du procédé selon l'invention.

[0047] Le terme « ppc » signifie partie pour cent en poids. Les quantités sont exprimées par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche. Pour la teneur en liant, la norme NF P 98-139 :2016-12 impose de mentionner la teneur en liant anhydre résiduel conventionnel, exprimée en pourcentage en poids par rapport au poids de l'enrobé après séchage.

[0048] Une fois le procédé initié, les étapes a, b et c sont les plus souvent effectuées simultanément.

[0049] Avantageusement, le procédé n'implique pas de séquençage. Avantageusement, le procédé n'implique pas de pré-enrobage, en particulier du sable et/ou des gravillons.

[0050] Ainsi, avantageusement, la fraction solide minérale ajoutée à l'étape a) constitue la totalité de la fraction solide minérale de l'enrobé hydrocarboné à froid. Avantageusement, la fraction solide minérale n'est pas préalablement chauffée, y compris partiellement.

[0051] Ainsi, avantageusement, si un agent fluxant est ajouté, son ajout n'est pas séquencé. Avantageusement, on n'ajoute pas d'agent fluxant.

[0052] L'eau totale dans la composition de l'enrobé hydrocarboné à froid joue un rôle déterminant pour régler la rhéologie, la fluidité et l'enrobage de la composition lors de la fabrication et de la mise en œuvre.

[0053] Lors de l'étape a), la teneur en eau totale est avantageusement comprise entre 10 ppc et 12 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche. Ainsi, avantageusement lors de l'étape a) de l'eau est introduite dans le malaxeur en une teneur telle

que l'eau totale soit comprise entre 10 ppc et 12 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.

[0054] L'enrobé comprend les constituants suivants :

- un liant hydrocarboné sous forme d'émulsion cationique ;
- une fraction solide minérale ;
- de l'eau d'apport ;
- éventuellement un ou plusieurs additif(s).

[0055] Ainsi, lors de l'étape a), on ajoute dans le malaxeur un liant hydrocarboné sous forme d'émulsion cationique, une fraction solide minérale, de l'eau d'apport, éventuellement un ou plusieurs additif(s). Ces constituants sont mélangés lors de l'étape a), l'émulsion se rompt et le liant hydrocarboné vient enrober la fraction solide minérale pour former un enrobé hydrocarboné. Le procédé selon l'invention permet un bon enrobage de la fraction solide minérale, y compris les éléments les plus gros.

[0056] Les autres constituants sont ensuite les constituants usuellement utilisés. Avantageusement, l'enrobé hydrocarboné ne comprend pas de gomme synthétique, naturelle ou naturelle modifiée. En particulier, l'enrobé préparé à l'étape a) est avantageusement choisi parmi les graves-émulsion ou les bétons bitumineux à l'émulsion. L'enrobé préparé à l'étape a) répond ainsi avantageusement aux définitions des normes NF P 98-139 :2016-12 ou NF P 98-121 :2014-10.

Liant hydrocarboné :

[0057] On entend par "liant" tout liant hydrocarboné d'origine fossile ou végétale utilisable pour la réalisation d'enrobés, notamment du bitume pur ou modifié par ajout de polymère(s). Ainsi, le liant est avantageusement un bitume, incluant les bitumes paraffiniques ou naphéniques, un bitume modifié par des polymères, un liant de synthèse pétrolier et/ou un liant végétal.

[0058] Le liant pourra être un liant mou à dur, avantageusement d'un grade allant de 10/20 à 160/220. Avantageusement, le liant est choisi parmi les liants de grade égal ou supérieur à 50/70, plus avantageusement des liants de grade 50/70, 70/100, 100/150 ou 160/220.

[0059] Le liant peut comprendre des additifs couramment utilisés dans le domaine routiers, tels que des polymères (EVA, SBS, SB) réticulés ou non, des poudrettes de caoutchouc, des cires végétales ou d'origine pétrochimique sans inclure les gommes synthétiques, naturelles ou naturelles modifiées, des dopes d'adhésion.

[0060] Le liant comprend avantageusement un dope d'acide gras, facilitant une remontée en cohésion rapide. Le dope d'acide gras peut être tout acide gras et dérivés, adapté à une utilisation dans un matériau bitumineux.

[0061] Par « acide gras » on entend un acide mono-, di- ou tricarboxylique à chaîne aliphatique, saturée ou insaturée, contenant 10 à 28 atomes de carbone, avantageusement

12 à 20 atomes de carbone.

- [0062] Les acides gras peuvent être d'origines fossiles, animales, végétales ou de synthèse. Ils peuvent avoir subi une fonctionnalisation chimique. Par origine animale on entend par exemple le suif. Par origine végétale on entend les huiles végétales, celles-ci sont avantageusement choisies parmi les huiles de tournesol, de soja, de colza, de lin, de coprah, d'arachide, d'olive, de maïs, de ricin, leurs dérivés ainsi que leurs mélanges. Ces matières grasses peuvent également provenir d'huiles usagées de l'industrie (agroalimentaire, papeterie,...).
- [0063] Par « dérivés d'acides gras », on entend par les acides gras polymérisés.
- [0064] Les acides gras polymérisés comprennent des diacide ou triacide d'acides gras ou des polyesters obtenus par polymérisation d'un hydroxyacide.
- [0065] Par diacide ou triacide d'acides gras, on entend tout acide gras fonctionnalisé par une nouvelle fonction acide carboxylique sur au moins une des insaturations de sa chaîne hydrocarbonée, ladite fonction ayant réagi avec une autre fonction acide carboxylique d'un autre acide gras ou, respectivement, diacide gras.
- [0066] Les acides gras peuvent être fonctionnalisés chimiquement et ainsi porter au moins une fonction chimique choisie parmi les fonctions alcool, ester, époxy, peroxyde, acide carboxylique et aldéhyde, avantageusement une fonction acide carboxylique. Les acides gras comprennent avantageusement au moins une double liaison carbone-carbone conjuguée, et/ou ayant subi le greffage de molécules d'anhydride maléïque sur une double liaison carbone-carbone conjuguées (conduisant à la formation de fonctions diacides carboxyliques sur la chaîne hydrocarbonée). Cette fonctionnalisation permet l'obtention de diacides ou de triacides reliant les acides gras par des ponts oxygène formés sur leurs chaînes hydrocarbonées.
- [0067] De préférence, l'acide gras est choisi dans le groupe constitué de l'acide oléique, de l'acide linoléique, de l'acide linolénique, et leurs mélanges.
- [0068] La masse moléculaire des diacide ou triacide d'acides gras sera comprise préférentiellement entre 600 et 800 g/mol.
- [0069] On peut citer de manière non limitative:
- les acides gras oléïques, tel le RADIACID® 208 disponible auprès de la société OLEON;
 - les acides gras de tournesol, de coprah (RADIACID® 600), de colza D (RADIACID® 166), de soja (RADIACID® 110 et RADIACID® 121), de palme, de palmiste ou dérivés d'huile de pin (tall oil en langue anglaise), d'huile de ricin;
 - les acides gras de suif, comme les RADIACID® 401 et RADIACID® 403;
 - les acides gras de suif hydrogéné comme les RADIACID® 408 et RADIACID® 409.
- [0070] Ces acides gras peuvent aussi être sous la forme de dimères ou trimères, tels que le

RADIACID® 0951.

- [0071] L'hydroxyacide est avantageusement un hydroxyacide de formule (I)
 [CHEM I] $\text{HO-C(O)-Ra-CRb(OH)-Rc}$
 où
 Ra est une chaîne hydrocarbonée, aliphatique, en $\text{C}_8\text{-C}_{20}$, saturée ou insaturée, éventuellement ramifiée, comprenant éventuellement un ou des atomes d'oxygène, comprenant une chaîne principale linéaire d'au moins 8 atomes de carbone ;
 Rb, Rc représentent chacun, indépendamment l'un de l'autre, H ou une chaîne hydrocarbonée, aliphatique, en $\text{C}_1\text{-C}_{10}$.
- [0072] Avantageusement, Ra répond à l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, avantageusement à l'ensemble des caractéristiques suivantes :
- Ra est une chaîne hydrocarbonée linéaire ;
 - Ra est une chaîne hydrocarbonée qui peut être saturée ou insaturée. L'insaturation, lorsqu'elle est présente, est avantageusement une double liaison $\text{C}=\text{C}$ ou une triple liaison $\text{C}\equiv\text{C}$, plus avantageusement une double liaison $\text{C}=\text{C}$. Dans un mode de réalisation, Ra est une chaîne hydrocarbonée qui comprend 0 à 3 doubles liaisons $\text{C}=\text{C}$, avantageusement 0 à 2 doubles liaisons $\text{C}=\text{C}$, plus avantageusement 0 ou 1 double liaison $\text{C}=\text{C}$;
 - Ra est une chaîne hydrocarbonée en $\text{C}_8\text{-C}_{15}$, plus avantageusement en $\text{C}_{10}\text{-C}_{15}$.
- [0073] En outre, Ra peut comprendre un ou plusieurs atomes d'oxygène soit interrompant la chaîne (fonctions éther) soit pendant sous la forme de fonctions hydroxyle ou éther en $\text{C}_1\text{-C}_6$.
- [0074] Avantageusement, Rb représente H ou une chaîne hydrocarbonée, aliphatique, linéaire, saturée, plus avantageusement en $\text{C}_1\text{-C}_4$. Plus avantageusement, Rb représente H.
- [0075] Avantageusement, Rc représente une chaîne hydrocarbonée, aliphatique, linéaire, saturée ou insaturée. L'insaturation, lorsqu'elle est présente, est avantageusement une double liaison $\text{C}=\text{C}$ ou une triple liaison $\text{C}\equiv\text{C}$, plus avantageusement une double liaison $\text{C}=\text{C}$. Dans un mode de réalisation, Rc est une chaîne hydrocarbonée qui comprend 0 ou 1 double liaison $\text{C}=\text{C}$. Avantageusement, Rc est une chaîne en $\text{C}_4\text{-C}_8$. Rc peut comprendre un ou plusieurs atomes d'oxygène soit interrompant la chaîne (fonctions éther) soit pendant sous la forme de fonctions hydroxyle ou éther en $\text{C}_1\text{-C}_6$.
- [0076] On peut homopolymériser un hydroxyacide de formule (I) ou copolymériser plusieurs hydroxyacides de formule (I). En outre, la réaction de polymérisation peut être conduite en présence d'acides gras non hydroxylés, en particulier des acides gras saturés ou insaturés oléfiniques comprenant de 8 à 30 atomes de carbone, éventuellement substitués par un radical alkyle en $\text{C}_1\text{-C}_4$. On peut par exemple citer l'acide oléique, l'acide palmitique, l'acide stéarique, l'acide linoléique, l'acide

2-ethylhexanoïque, ... On peut également copolymériser au moins un hydroxyacide de formule (I), éventuellement en présence d'acides gras non hydroxylés, avec un diacide carboxylique.

- [0077] L'hydroxyacide est avantageusement choisi parmi l'acide ricinoléique, l'acide 12-hydroxystéarique et leurs combinaisons.
- [0078] Le dope d'acide gras peut être ajouté au liant en mélange avec les polymères ajoutés au liant ou en ligne.
- [0079] La teneur en dope d'acide gras varie avantageusement de 0,5% à 2,5 % en poids, par rapport au poids du liant, plus avantageusement de 0,5 à 1,5% en poids.
- [0080] La teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle, telle que décrite dans la norme NF P 98-139 :2016-12, est avantageusement de 3,5 % à 6 %, par rapport au poids de l'enrobé après séchage. Le liant comprend le liant introduit en tant que tel (liant d'apport) et le liant récupéré des agrégats d'enrobés faisant partie le cas échéant de la fraction minérale solide.
- [0081] La teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle, telle que décrite dans la norme NF P 98-139 :2016-12, est avantageusement de 3,5 % à 5,5 %, par rapport au poids de l'enrobé après séchage, lorsque la fraction minérale comprend moins de 30% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale sèche, d'agrégats d'enrobés.
- [0082] La teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle, telle que décrite dans la norme NF P 98-139 :2016-12, est avantageusement de 3,5 % à 6 %, par rapport au poids de l'enrobé après séchage, lorsque la fraction minérale comprend au moins 30% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale sèche, d'agrégats d'enrobés.
- [0083] Dans l'enrobé hydrocarboné à froid, la teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle est comprise entre 3,5% et 5,5% ou 6%, en fonction de la teneur en agrégats d'enrobés, avantageusement de 4,5% à 5,5% ou 6%, en fonction de la teneur en agrégats d'enrobés, en poids par rapport au poids total de l'enrobé après séchage pour les bétons bitumineux à l'émulsion ou avantageusement de 3,5% à 4,5% ou 6%, en fonction de la teneur en agrégats d'enrobés, en poids par rapport au poids de l'enrobé après séchage pour une grave-émulsion.
- [0084] Dans le procédé, lors de l'étape a), le liant se présente sous la forme d'une émulsion. L'émulsion est une dispersion du liant dans l'eau, phase continue du système. Elle comprend une composition émulsifiante comprenant au moins un émulsifiant cationique.
- [0085] La teneur en composition émulsifiante varie avantageusement de 0,1% à 2% en poids, par rapport au poids total de l'émulsion, plus avantageusement de 0,13% à 1,2% en poids. La teneur en composition émulsifiante varie avantageusement de 1 kg à 20 kg par tonne d'émulsion, plus avantageusement de 1,3 kg à 12 kg par tonne d'émulsion.

- [0086] Dans un mode de réalisation avantageux, la composition émulsifiante comprend principalement au moins une amine. Par « principalement » on entend, au sens de la présente invention, que la composition émulsifiante comprend au moins 50% en poids, avantageusement au moins 80% en poids, jusqu'à 100% en poids, d'une amine par rapport au poids total des émulsifiants. En particulier, l'amine peut être choisie parmi :
- les alkylpolyamines, dont les alkyles diamines ;
 - les amines grasses ;
 - les amidopolyamines ;
 - les ammoniums quaternaires à chaîne grasse ;
 - et leurs combinaisons.
- [0087] Les alkylpolyamines comprennent avantageusement un ou deux radicaux hydrocarbonés, saturés ou insaturés, comprenant de 8 à 24 atomes de carbone, plus avantageusement 12 à 22 atomes de carbone, et/ou ses dérivés immédiats de cyclisation ainsi que ses dérivés oxyéthylés ou oxypropylés.
- [0088] Les alkylpolyamines répondent avantageusement à la formule (II)
- $$[\text{CHEM II}] \text{NR}_1\text{R}_2\text{-R}_3\text{-(NR}_4\text{-R}_5\text{)}_x\text{-NR}_6\text{R}_7$$
- [0089] dans laquelle :
- x est un entier allant de 0 à 3. Avantageusement x vaut 0 ;
 - un ou deux de R_1 , R_2 , R_6 , R_7 , représente un radical hydrocarboné comprenant de 8 à 24 atomes de carbone, plus avantageusement 12 à 22 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié, éventuellement cyclisé. Ce radical dérive avantageusement d'acides gras de suif ;
 - les autres de R_1 , R_2 , R_6 , R_7 , représentent, chacun, indépendamment les uns des autres : un atome d'hydrogène ; un radical hydrocarboné comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, avantageusement de 1 à 4 atomes de carbone, plus avantageusement de 1 à 2 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié ; ou un radical $\text{-(CH}_2\text{-CR}_8\text{OH)}_z\text{-H}$ dans lequel R_8 est un atome d'hydrogène ou un radical méthyle, z vaut 1 ou 2. Avantageusement les autres de R_1 , R_2 , R_6 , R_7 , représentent un radical méthyle ou éthyle ;
 - R_3 représente un radical hydrocarboné comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié. Avantageusement R_3 représente un radical éthylène ou propylène ;
 - R_4 , R_5 représente chacun, indépendamment l'un de l'autre : un atome d'hydrogène ; un radical hydrocarboné comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, avantageusement de 1 à 4 atomes de carbone, plus avantageusement de 1 à 2 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié ; ou un radical $\text{-(CH}_2\text{-CR}_8\text{OH)}_z\text{-H}$ dans lequel R_8 est un atome d'hydrogène ou un radical méthyle, z vaut 1 ou 2. Avantageusement R_4 , R_5 représente un radical méthyle ou éthyle.

- [0090] A titre d'exemple, on peut citer la suif triméthylpropylène diamine.
- [0091] Les amines grasses répondent avantageusement à la formule (III)

$$[\text{CHEM III}] \text{NR}_9\text{R}_{10}\text{-R}_{11}$$
 - R_9 représente un radical hydrocarboné comprenant de 8 à 24 atomes de carbone, plus avantageusement 12 à 22 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié, éventuellement cyclisé. Ce radical dérive avantageusement d'acides gras de suif ;
 - R_{10} , représente : un atome d'hydrogène ; un radical hydrocarboné comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, avantageusement de 1 à 4 atomes de carbone, plus avantageusement de 1 à 2 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié ; ou un radical $-(\text{CH}_2-\text{CR}_8\text{OH})_z\text{-H}$ dans lequel R_8 est un atome d'hydrogène ou un radical méthyle, z vaut 1 ou 2. Avantageusement R_{10} représente un radical méthyle ou éthyle ;
 - R_{11} représente un radical hydrocarboné comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié. Avantageusement R_{11} représente un radical méthyle, éthyle ou propyle.
- [0092] A titre d'exemple, on peut citer la suif diméthylamine.
- [0093] Les amidopolyamines répondent avantageusement à la formule (IV)

$$[\text{CHEM IV}] \text{R}_1'\text{CO}-(\text{NH}-\text{R}_1'')_a\text{-NH}_2$$
- [0094] dans laquelle :
 - R_1' est un reste hydrocarboné, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié comprenant de 12 à 24 atomes de carbone, avantageusement 16 à 24 atomes de carbone. Ce radical dérive avantageusement d'acides gras de tall oil (huile de tall) ou de suif ;
 - R_1'' est un radical éthylène ;
 - a représente un entier allant de 2 à 5, de préférence a vaut 5 ;
et/ou ses dérivés immédiats de cyclisation, en particulier les dérivés imidazoline.
- [0095] L'amidopolyamine est avantageusement le ou les produits de réaction d'un acide gras tel que le Tall Oil ou la suif avec la diéthanoline, et/ou diéthylènetriamine, et/ou la tétraéthylènetriamine et/ou la triéthylènetétramine.
- [0096] Les ammoniums quaternaires peuvent en particulier être de formule (V)

$$[\text{CHEM V}] (\text{R}_x)_b\text{N}^+(\text{R}_y)_c\text{Y}^-$$
- [0097] dans laquelle :
 - R_x représente un radical hydrocarboné comprenant de 8 à 24 atomes de carbone, plus avantageusement 12 à 22 atomes de carbone, saturé ou insaturé, linéaire ou ramifié, éventuellement cyclisé ;
 - R_y représente un radical alkyle comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, éventuellement hydroxylé, notamment méthyle, éthyle, propyle, hydroxyéthyle, hydroxypropyle ;
 - Y^- désigne un anion d'un acide minéral, en particulier un anion chlorure, ou d'un

acide organique, notamment un anion acétate ou formiate ;

- c est un nombre entier égal à (4-b) et

- b pouvant prendre les valeurs de 1, 2 ou 3.

[0098] Parmi les tensioactifs pertinents pour cette application on peut citer les produits commerciaux suivants :

- Dinoram®S (Ceca) ou Redicote®E9 (Akzo Nobel) : N alkyl suif propylène diamine;

- Emulsamine®L 60 (Ceca) : Préparation à base d'amide gras de tallol, N-(3-diméthylamino)propyles (> 50 %) et Emulsamine®LZ (> 25 %) avec un hydrocarbure aromatique (> 1 %) et du diéthanolamine (> 1 %) ;

- Polyram®S (Ceca): N-alkyl suif propylène polyamine avec Dinoram®S (< 10 %), amines alkyl de suif (Noram®S - < 5 %), nitrile de suif (< 10 %) ;

- Stabiram®MS 601 (Ceca) : solution de dichlorure de N-alkyl suif N-diméthyl amino propyl N-triméthyl ammonium (> 50 %) dans un mélange eau/hexylène glycol (glycol > 20 %) avec Dinoram®S (< 1 %) ;

- Dinoram®O (Ceca) : N-(C16 et C18 alkyl insaturés) triméthylène diamine (diamine oléique) ;

- Emulsamine®640 (Ceca) : Préparation à base d'amides gras de tallol (> 50 %), de Dinoram®O (> 25 %) et de (Z)-octadec-9-enylamine (> 1 %) ;

- Indulin®R 66 (Meadwestvaco) : Amides gras de tallol : N - [(diméthylamino)-3-propyl] ;

- Indulin®R 33 (Meadwestvaco) : Amides gras de tallol (N-[(diméthylamino)-3-propyl]) (75-90 %), N-tallow alkyltriméthylènediamine (20-25%) ;

- Indulin®GE F2 (Meadwestvaco) : Éthoxylate de nonylphénol (25-35 %), lignine alcalin (réaction produite avec diméthylamine et formaldéhyde) (15-20%), N-(alkyl en C14-18 et insaturés en C16-18)-triméthylènediamine (5-10%) ;

- Indulin®GE F2 (Meadwestvaco) : alcools éthoxylés en C12-C14 (2,5-25 %), lignine alcalin (réaction produite avec diméthylamine et formaldéhyde) (10-20%), N-(alkyl en C14-18 et insaturés en C16-18)-triméthylènediamine (1-3%) ;

- Duomeen®TTM (Akzo Nobel) : suiftriméthylpropylènediamine (90-100%), suifdiméthylamine (5-10%) ;

- Redicote®404 (Akzo Nobel) : tallol, produits de réaction avec la tétraéthylène-pentamine (100%).

[0099] On pourra utiliser un ou plusieurs de ces tensioactifs, seuls ou en mélanges.

[0100] Avantageusement, la composition émulsifiante comprend au moins une alkyl-polyamine et au moins une amidopolyamine. La composition émulsifiante peut en outre comprendre une amine grasse. Avantageusement, l'émulsion cationique de liant

hydrocarboné comprend à titre d'émulsifiants :

(1) au moins une alkylpolyamine telle que définie précédemment, en particulier du suif de triméthylpropylène diamine ;

(2) au moins un amidopolyamine telle que définie précédemment et/ou ses dérivés immédiat de cyclisation ;

(3) éventuellement une amine grasse telle que définie précédemment.

[0101] Dans cette variante, le liant comprend avantageusement un dope d'acide gras tel que décrit ci-dessus.

[0102] La composition émulsifiante pourra également comprendre un agent émulsifiant non ionique. Cet agent pourra être choisi dans la famille des alcools gras éthoxylés, la partie hydrophobe de la molécule pouvant être de type nonylphénol-, octylphénol-, cétytique, oléique, etc., la partie hydrophile étant constituée de plusieurs groupes éthoxy.

Acide

[0103] La phase aqueuse de la composition émulsifiante comprend également une quantité suffisante d'un acide minéral ou organique (par exemple : acide citrique, acide acétique), avantageusement un acide minéral. L'acide permet d'ioniser les fonctions cationiques, en particulier amines, des émulsifiants pour permettre leur dissolution dans l'eau.

[0104] La teneur en acide est ajustée à la teneur en émulsifiant (en fonction de la nature des granulats, de la température d'application...) pour avoir un pH de la phase aqueuse compris entre 1,5 et 8, avantageusement entre 1,5 et 7, plus avantageusement entre 1,5 et 5,5, encore plus avantageusement entre 1,8 et 2,5.

[0105] L'acide est avantageusement l'acide chlorhydrique, l'acide phosphorique ou un acide polyphosphorique. L'acide polyphosphorique est un oligomère d'acide phosphorique comprenant des molécules selon l'une ou l'autre des formules structurales $P_nO_{3n+1}^{(n+2)-}$ dans laquelle n est un nombre entier supérieur ou égal à 1, avantageusement 1, 2 ou 3, ou $P_2O_5 \bullet x(O^{2-})$, dans laquelle x est compris entre 0 et 1.

[0106] Dans la variante de l'invention, dans laquelle la composition émulsifiante comprend au moins une alkylpolyamine et au moins une amidopolyamine, l'acide est avantageusement l'acide phosphorique ou un acide polyphosphorique.

Fraction minérale solide :

[0107] Par "fraction solide minérale", ou « fraction minérale solide », ces deux expressions étant indifféremment utilisées, on entend dans la présente description toutes particules solides utilisables pour la réalisation de produits bitumineux pour la construction routière, comprenant notamment les granulats minéraux naturels (gravillons, sable, fines) issus de carrière ou de gravière, les produits de recyclage tel que les agrégats

d'enrobés résultant du recyclage des matériaux récupérés lors de la réfection des routes ainsi que des surplus de centrales d'enrobage, les schistes en particulier la bauxite ou le corindon, les poudrettes de caoutchouc ainsi que leurs mélanges en toutes proportions.

- [0108] On entend par « agrégats d'enrobés » des enrobés (mélange de granulats et de liants bitumineux) provenant de fraisage de couches d'enrobé, de concassage de plaques extraites de chaussées en enrobées, de morceaux de plaques d'enrobés, de déchets d'enrobé ou de surplus de productions d'enrobés (les surplus de productions sont des matériaux enrobés ou partiellement enrobés en centrale résultant des phases transitoires de fabrication). Ces éléments et les autres produits de recyclage peuvent atteindre des dimensions jusqu'à 14 mm.
- [0109] La taille des particules de la fraction minérale, en particulier des granulats minéraux, est mesurée par les essais décrits dans la norme NF EN 933-2 (version juillet 2020).
- [0110] On désigne également la « fraction solide minérale » par les termes « fraction minérale 0/D ». Cette fraction minérale 0/D peut être séparée en deux granulométries : la fraction minérale 0/d et la fraction minérale d/D.
- [0111] Les éléments les plus fins (la fraction minérale 0/d) seront ceux compris dans la plage comprise entre 0 mm et un diamètre maximal que l'on peut fixer entre 2 mm et 6 mm (de 0/2 à 0/6), avantageusement entre 2 mm et 4 mm. Les autres éléments (diamètre minimal supérieur à 2, 3, 4, 5 ou 6 mm ; et environ jusqu'à 14 mm) constituent la fraction minérale d/D.
- [0112] Avantageusement, la fraction solide minérale comprend :
- des éléments inférieurs à 0,063 mm (filler ou fines) ;
 - des éléments, notamment du sable, ayant une taille comprise entre 0,063 mm et 2 mm ;
 - des éléments, notamment des gravillons, ayant une taille :
 - - comprises entre 2 mm et 6 mm ;
 - - comprises entre 6 mm et 14 mm.
- [0113] Avantageusement, le passant à 0,063 mm de la fraction solide minérale varie de 4 % à 10 % en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche. Ainsi, avantageusement 4 % à 10 % en poids, par rapport au poids total, de la fraction minérale a une taille inférieure ou égale à 0,063 mm.
- [0114] Avantageusement, le passant à 16 mm de la fraction solide minérale est de 100% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche. Ainsi, avantageusement 100 % en poids, par rapport au poids total, de la fraction minérale a une taille inférieure ou égale à 16 mm.
- [0115] Avantageusement, en particulier pour les grave-émulsions, le passant à 2 mm de la fraction solide minérale varie de 30 % à 50 % en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche. Ainsi, avantageusement 30 % à 50 % en poids, par

- rapport au poids total, de la fraction minérale a une taille inférieure ou égale à 2 mm.
- [0116] Avantageusement, en particulier pour les bétons bitumineux à l'émulsion, le passant à 2 mm de la fraction solide minérale varie de 20 % à 40 % en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche. Ainsi, avantageusement 20 % à 40 % en poids, par rapport au poids total, de la fraction minérale a une taille inférieure ou égale à 2 mm.
- [0117] Dans une variante, la fraction solide minérale comprend moins de 30% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche, d'agrégats d'enrobés.
- [0118] Dans une autre variante, la fraction solide minérale comprend au moins 30% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche, d'agrégats d'enrobés. La fraction solide minérale comprend avantageusement jusqu'à 75% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche, d'agrégats d'enrobés.
- [0119] Généralement on utilise des granulométries 0/4, 0/6, 0/6 discontinu, 0/8, 0/8 discontinu ou 0/10 reconstituées, avec éventuellement humidification pour éviter la ségrégation lors du transport.
- [0120] La fraction minérale solide constitue avantageusement 94 % à 96,5 % en poids, avantageusement 94 % à 95,5 % en poids, du poids de l'enrobé.
- [0121] Le procédé comprend avantageusement une étape préalable à l'étape a) d'humidification de la fraction solide minérale.
- [0122] On peut ajouter à la fraction minérale solide un additif minéral pour réguler la cinétique de remontée de pH lors de l'étape a) et améliorer le temps de maniabilité, la qualité de rupture de l'émulsion et améliorer les propriétés d'adhésivité. Cet additif peut être du ciment, de la chaux, du lait de chaux calcique, un lait calco-magnésien.
- [0123] On entend par « ciment » tout liant hydraulique composé de matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et processus d'hydratation et qui après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau (normes NF P98-149 (2000-06-01)).
- [0124] On entend par « lait calco-magnésien », une suspension aqueuse de particules solides d'un composé calco-magnésien. Des laits calco-magnésiens sont plus largement définis dans la demande WO 2016/005591.
- [0125] La teneur en additif minéral varie avantageusement de 0,05 ppc à 1 ppc, en poids par rapport au poids de la fraction solide minérale sec.
- [0126] Dans la variante de l'invention, dans laquelle la composition émulsifiante comprend au moins une alkylpolyamine et au moins une amidopolyamine, on ajoute avantageusement à la fraction minérale solide du ciment ou un lait calco-magnésien.
- [0127] On peut également ajouter à la fraction minérale solide, un dope retardateur afin de régler le temps de maniabilité de l'enrobé hydrocarboné à froid. Ce dope retardateur est un tensioactif cationique ou autre composé cationique dispersible ou diluable dans

l'eau qui a une action de retardement de la prise du matériau.

[0128] On peut également ajouter à la fraction minérale solide des fibres telles que des fibres de verre ou des fibres polyacrylonitriles, avantageusement des fibres de taille comprise entre 4 mm et 12 mm. La teneur en fibre varie avantageusement de 0,05 ppc à 0,5 ppc (partie pour cent en poids) / granulats secs, préférentiellement entre 0,07 ppc et 0,2 ppc.

[0129] La fraction minérale ici décrite est celle ajoutée à l'étape a) du procédé. Le procédé comprend avantageusement une étape préalable à l'étape a) d'humidification de la fraction solide minérale.

Autres :

[0130] L'émulsion pourra contenir du latex synthétique ou naturel. Par latex on entend une dispersion de polymères (styrène-butadiène, également désigné sous l'acronyme SBR pour « styrène butadiène rubber » en anglais, acrylique ou styrène-acrylique) réticulés ou non en phase aqueuse. Ce latex est incorporé dans la phase aqueuse avant émulsification ou en ligne pendant la fabrication de l'émulsion soit encore après fabrication de l'émulsion.

[0131] Sans que ce soit une variante préférée, on peut également ajouter des fluxants d'origine pétrolière ou issus des agroressources. Ces fluxants peuvent être ajoutés durant la fabrication de l'émulsion ou lors de l'étape a) du procédé.

[0132] L'agent fluxant est avantageusement un fluxant d'origine pétrolière ou pétrochimique. Un fluxant pétrolier est un produit issu de la distillation du pétrole brut (fraction(s) légère(s)), ayant pu subir éventuellement une opération d'hydrotraitement. En particulier, l'agent fluxant est choisi dans le groupe constitué par les agents fluxants commercialisés par Total (Greenflux® 2000®, Greenflux SD) ou par Exxon (Varsol®).

[0133] L'agent fluxant est avantageusement un fluxant d'origine naturelle non fossile (origine végétale ou animale). Un fluxant d'origine naturelle non fossile est constitué d'une huile naturelle non fossile, de ses dérivés tels que les esters d'acide gras et de leurs combinaisons. Ces agents fluxants d'origine naturelle non fossile sont bien connus de l'homme du métier.

[0134] Préférentiellement, on utilisera les huiles végétales telles que les huiles de tournesol, de colza, d'arachide, de coprah, de lin, de palme, de soja, d'olive, de ricin, de maïs, de courge, de pépins de raisin, de jojoba, de sésame, de noix, de noisette, de bois de chine, le tall oil, leurs dérivés, ainsi que leurs combinaisons.

[0135] En particulier, le fluxant d'origine naturelle non fossile est choisi dans le groupe constitué par :

- des esters, en particulier des monoesters dont les monoesters méthyliques, ou des amides, éventuellement fonctionnalisés par oxydation, obtenus à partir d'huiles

végétales ou animales (huile de pin, de tournesol, de colza, de lin, de ricin, d'arachide, de coprah, d'olive, de palme, de coton, de maïs, de suif, de saindoux, de palmiste, de soja, de courge, de pépins de raisin, de jojoba, de sésame, de noix, de noisette, de bois de chine, de riz - tels que décrits dans les demandes FR 2 786 603, FR 2 910 477, EP 900 822, FR 2 721 043 ou FR 2 891 838), et leurs combinaisons ;

- les huiles lourdes d'origine minérale, les huiles et graisses animales et végétales, et leurs dérivés fonctionnalisés avec des produits de transestérification et des produits de saponification et leurs combinaisons (tels que décrits dans la demande AT 406 375) ; et leurs combinaisons.

[0136] Un additif de siccation, tel que l'octoate de manganèse, pourra être ajouté à ces huiles et dérivés afin de favoriser les réactions d'oxydation.

[0137] Avantageusement, comme déjà mentionné, on n'ajoute pas de gomme synthétique, naturelle ou naturelle modifiée, en particulier de gomme telle que décrite dans la demande FR 2 927 328 ou EP 2 090 620

[0138] Lors de l'étape a), tous les constituants décrits précédemment sont mélangés dans le malaxeur de la machine automotrice pour former un enrobé hydrocarboné.

[0139] Lors de l'étape a), le mélange peut être malaxé sans rupture de l'émulsion avantageusement pendant quelques dizaines de secondes, de préférence pendant au moins 90 secondes.

[0140] Lors de l'étape a), l'émulsion se rompt bien. La qualité de rupture peut être examinée en laboratoire, par mesure du temps de rupture de l'émulsion considérée avec la fraction minérale solide. Le temps de rupture, encore appelé temps de prise, correspond au temps nécessaire pour que l'émulsion de liant hydrocarboné soit complètement rompue après contact avec les particules solides minérales. Un échantillon de l'enrobé est mis dans un verre d'eau incolore, à différents temps, après la diminution de sa maniabilité. Si l'eau se colore cela veut dire que des gouttelettes de liant hydrocarboné sont encore « libres » et ne sont pas aux contacts des particules solides minérales. Plus l'eau se trouble et plus ce phénomène est important. Il existe une échelle allant de 0 à 5 permettant de comparer ces indices couleurs.

[0141] Dans le cadre de la présente l'invention, le temps de rupture est avantageusement inférieur à 10 min et un indice couleur de 0 (incolore) est avantageusement obtenu 10 minutes après mise au contact de l'émulsion de liant hydrocarboné avec les particules solides minérales.

[0142] La machine automotrice associe les fonctions de dosage, de malaxage et de mise en œuvre du mélange.

[0143] Avantageusement, la machine automotrice comprend outre le malaxeur :

- une trémie d'alimentation de particules solides minérales ;
- une cuve à émulsion ;

- un traineau lisseur ou un finisseur ;
- une cuve à eau ;
- optionnellement une trémie à pulvérulent, tels que la chaux ou le ciment, et/ou une cuve de lait de chaux ou de lait calco-magnésien ;
- optionnellement un système de dosage de fibres ;
- optionnellement une cuve à additifs.

[0144] L'équipement est généralement monté sur un tracteur ou un semi-remorque. Une machine automotrice pouvant être utilisée est représentée sur la [Fig.1].

[0145] [Fig.1]

[0146] Machine automotrice montée sur un semi-remorque comprenant :

- 1 : une cuve à émulsion ;
- 2 : une cuve à eau ;
- 3 : une trémie à granulat ;
- 4 : une trémie à pulvérulent ;
- 5 : un malaxeur ;
- 6 : un traineau.

[0147] La fraction minérale solide est chargée dans la trémie à granulats. Puis elle est acheminée vers le malaxeur, avantageusement par un tapis extracteur dont la vitesse peut varier en fonction de la vitesse d'avancement de la machine sur chantier. On peut prévoir un système de pesage de la fraction minérale solide. La capacité de la trémie à granulats varie avantageusement de 4 m³ à 16 m³, avantageusement de 5 m³ à 14 m³.

[0148] L'émulsion cationique de liant hydrocarbonée est stockée dans la cuve à émulsion, dont la contenance varie avantageusement de 1 m³ à 10 m³, avantageusement 4 m³ à 8 m³. Avantageusement, une pompe volumétrique permet d'alimenter le malaxeur en émulsion. Le dosage d'alimentation est avantageusement réglé en fonction de la vitesse d'avancement de la machine sur chantier et au débit d'alimentation en fraction minérale solide dans le malaxeur.

[0149] La quantité d'eau stockée dans la cuve à eau varie avantageusement de 1 m³ à 8 m³, avantageusement 4 m³ à 8 m³.

[0150] Le malaxeur est avantageusement un malaxeur continu à deux arbres parallèles. Le nombre de pales des deux arbres varie de 20 à 80 pales, avantageusement de 32 à 60 pales. La vitesse de rotation des vis varie de 200 à 800 tr/min, avantageusement de 300 à 600 tr/min.

[0151] La longueur du malaxeur varie avantageusement de 100 cm à 200cm avantageusement de 130 à 150cm.

[0152] Tout traineau d'application peut être utilisé. Le traineau, encore appelé table, peut comprendre une ou plusieurs articulations pour s'adapter au profil du support sur lequel vont être mis en œuvre les enrobés. On peut également utiliser un finisseur.

- [0153] La machine comprend avantageusement au moins un système d'asservissement permettant de maintenir constantes durant l'étape a) du procédé et/ou l'étape b) du procédé les proportions des constituants de l'enrobé. Les ajustements en eau et éventuellement en additif(s) peuvent avantageusement être effectués à partir d'un pupitre de commande.
- [0154] Lors de l'étape b), l'enrobé hydrocarboné à froid, directement en sortie du malaxeur de la machine automotrice, est mis en œuvre pour former une couche ayant une épaisseur d'au moins 2 cm. L'épaisseur de cette couche peut avantageusement aller jusqu'à 5 cm.
- [0155] Cette couche est ensuite compactée lors de l'étape c) du procédé.
- [0156] Une fois le chantier démarré, les étapes a) et b), voire également c), sont généralement concomitantes.
- [0157] La couche de revêtement routier compactée a avantageusement une épaisseur allant de 1,5 cm à 8 cm, avantageusement entre 2 cm et 5 cm. La couche de revêtement routier est avantageusement choisie parmi une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 1,5 cm à 3 cm, avantageusement de 2 cm à 3 cm, une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 3 cm à 5 cm, une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 5 cm à 8 cm, une couche d'assise, un rechargement ou un reprofilage. L'épaisseur correspond ici à l'épaisseur de la couche après compactage, donc après l'étape c).
- [0158] Les bétons bitumineux à l'émulsion sont avantageusement utilisés en tant que couche de roulement. Ainsi, les bétons bitumineux à l'émulsion doivent résister aux agressions du trafic et des intempéries pendant toute leur durée de vie. Les bétons bitumineux à l'émulsion ont avantageusement une épaisseur, après l'étape c) du procédé, comprise entre 1,5 cm et 8 cm, en particulier entre 2 cm et 3 cm ou entre 3 cm et 5 cm ou entre 5 cm et 8 cm. Les bétons bitumineux à l'émulsion ont une teneur en vides, mesurée selon l'Essai Duriez aménagé (NF P 98-251-4, modalité de compactage n°1) inférieure ou égale à 15%.
- [0159] Les graves émulsions sont usuellement utilisées :
- en travaux d'entretien d'une chaussée existante pour des travaux de reprofilage, des réparations localisées ;
 - en construction neuve : pour les couches d'assises ou les couches de liaison ;
 - en rechargement général ou en renforcement.
- [0160] Elles sont normalement ensuite recouvertes d'au moins une couche de roulement. Les graves émulsions ont avantageusement une épaisseur, après l'étape c) du procédé, comprise entre 1 cm et 15 cm. L'épaisseur est adaptée en fonction de l'usage.
- [0161] Les débits de production varient avantageusement de 30 tonnes à 150 tonnes d'enrobé/heure, plus avantageusement de 70 à 120 tonnes d'enrobé/heure.

- [0162] Le procédé selon l'invention permet un bon enrobage de la fraction solide minérale, y compris les éléments les plus gros. En particulier, plus de 90% de la surface de la fraction solide minérale est enrobée. Plus particulièrement, plus de 97% de la surface de la fraction solide minérale est enrobée. Encore plus particulièrement, 100% de la surface de la fraction solide minérale est enrobée, c'est-à-dire qu'aucune surface de la fraction solide minérale n'est découverte.
- [0163] La qualité d'enrobage après 24h de mûrissement est avantageusement au minimum de classe E2 pour un enrobé hydrocarboné pour couche de roulement selon la norme NF P 98-257-1, soit au moins 90% de la surface minérale couverte, plus avantageusement au minimum de classe E1 soit au moins 97% de la surface minérale couverte.
- [0164] L'indice couleur à 10min de l'enrobé obtenu par le procédé selon l'invention est avantageusement inférieur à 2, encore plus avantageusement inférieur à 1.
- [0165] L'indice couleur permet d'évaluer l'état de rupture de l'émulsion de bitume au contact des fractions minérales solides après un temps de repos de 10min. L'essai pratiqué consiste à prélever une masse d'enrobé (environ 10 grammes) 10 minutes après la fabrication de l'enrobé puis d'introduire cette masse d'enrobé dans un volume de 100mL d'eau claire. La coloration de l'eau au contact avec la masse d'enrobé renseigne sur l'état de rupture de l'émulsion. Cette coloration est notée de 0 à 5, la note de coloration 0 correspondant à une eau claire synonyme d'une rupture complète de l'émulsion et la note de coloration 5 correspondant à une eau fortement colorée en noir synonyme d'une absence de rupture de l'émulsion.
- [0166] Le temps de cohésion de l'enrobé obtenu par le procédé selon l'invention est avantageusement inférieur à 2 heures, avantageusement inférieur à 1 heure, encore plus avantageusement inférieur à 30 min.
- [0167] Le temps de cohésion correspond au temps nécessaire pour que l'enrobé hydrocarboné à froid développe une forte cohésion. L'essai pratiqué est sensoriel et se réalise en manipulant l'enrobé hydrocarboné à froid à différents temps de mûrissement à température ambiante
- [0168] Le procédé selon l'invention permet également une maniabilité satisfaisante de l'enrobé.
- [0169] Le temps de maniabilité, encore appelé temps de fluidité ou de consolidation : temps déterminé comme la durée entre (1) le début de mélange de la fraction minérale solide et de l'émulsion de bitume (début de l'étape a)) et (2) la prise de l'enrobé hydrocarboné à froid (après l'étape c)). Afin d'évaluer le temps de maniabilité d'un enrobé hydrocarboné à froid, pour assurer une mise en œuvre par la machine d'application, on effectue en laboratoire des essais dans un récipient sur des gâchées de 400 g à 1000 g de matériaux secs. Après mélange des constituants, on apprécie le

changement d'état de l'enrobé hydrocarboné à froid (passage de l'état liquide à pâteux) en agitant manuellement à l'aide d'une spatule à vitesse constante (environ 1tour/s). Le changement d'état observé donne le temps de prise.

[0170] Cet essai est réalisé à une température contrôlée (classiquement entre 20 et 25 °C).

Les exigences sont un temps de prise supérieur à 30 s, avantageusement supérieur à 40 s, plus avantageusement supérieur à 90 s, encore plus avantageusement compris entre 90 s et 180 s, encore plus avantageusement compris entre 90 s et 120 s.

[0171] Les enrobés hydrocarbonés à froid obtenus par le procédé selon l'invention satisfont avantageusement aux exigences mentionnées dans le guide IDRRIM « Enrobés à l'émulsion fabriqués en usine » et/ou dans les normes NF P 98-121 et NF P 98-139 selon la nature de l'enrobé formulé, en particulier l'aptitude au compactage, la résistance en compression et la tenue à l'eau.

[0172] L'aptitude au compactage définit l'aptitude de l'enrobé hydrocarboné à froid à atteindre une teneur en vides fixée dans des conditions définies. L'aptitude au compactage se mesure selon l'essai de compactage à la presse à cisaillement giratoire PCG (NF P 98-252 – Juin 1999). Le compactage est obtenu par pétrissage sous une faible compression statique d'un cylindre de mélange hydrocarboné contenu dans un moule limité par des pastilles maintenu à température fixée. Le compactage est obtenu par la combinaison d'un cisaillement giratoire et d'une force résultante axiale appliquée par une tête mécanique. Cette méthode permet de déterminer l'évolution du pourcentage de vides de l'éprouvette en fonction du nombre de girations.

[0173] La résistance en compression et la tenue à l'eau sont mesurées selon la norme NF P98-251-4. Cette méthode a pour but de déterminer, pour deux modalités de compactage, le pourcentage de vides et la tenue à l'eau, à 18°C et/ou 35°C, d'un mélange hydrocarboné à froid à partir du rapport des résistances à la compression avec et sans immersion des éprouvettes.

[0174] Le module de rigidité est mesuré selon la norme NF EN 12697-26 annexe C, juin 2018.

[0175] Le procédé selon l'invention permet de préparer des enrobés hydrocarbonés ayant l'enrobage recherché et possédant une montée en cohésion et un durcissement suffisamment rapide afin de permettre une remise sous trafic rapide, en particulier en moins d'une heure, plus avantageusement en moins de 30 minutes.

Exemples

[0176] Exemple 1 : Enrobés hydrocarbonés à froid pour couche de roulement (Bétons Bitumineux à l'émulsion - BBE)

[0177] Les bétons bitumineux à l'émulsion (BBE) sont définis par la norme Française NF P98-139 (Décembre 2016) et également décrits dans le guide IDRRIM « Enrobés à

l'émulsion fabriqués en usine ».

[0178] Différentes émulsions ont tout d'abord été fabriquées :

[0179] [Tableaux1]

	Numéro de formule		F1		F2
Liant	Bitume	Fournisseur	Shell		Shell
		Grade	70/100		50/70
		Teneur (kg/t)	650		596,4
	Additif	Fournisseur	-		Ingevity
		Nom	-		Radiacid 166
		Teneur (kg/t)	-		3,6
Phase aqueuse	Emulsifiants	Fournisseur	Ingevity	Arkema	Nouryon
		Nom	Indulin GE F2	Polyram S	Redicote C320E
		Teneur (kg/t)	4	5	9
	Acide	Nature	Acide chlorhydrique		Acide phosphorique
		Teneur (kg/t)	5		9
	Eau (kg/t)		336		382

[0180] Radiacid 166 : tensioactif anionique d'acide gras de colza

[0181] Indulin GE F2: tensioactif cationique (mélange comprenant des alcools éthoxylés, CAS :68439-50-9 ; des produits de réaction lignine, diméthylamine et formaldéhyde, CAS:110152-58-4 et des alkyl diamines, CAS : 68439-73-6)

[0182] Polyram S: tensioactif cationique (mélange comprenant plus de 80% d'alkylpolyamines, CAS :68911-79-5 ; moins de 10% d'alkyldiamines, CAS:61791-55-7 et moins de 5% d'alkylamines, CAS : 61790-33-8)

[0183] Redicote C320E : tensioactif cationique (mélange comprenant 60-70 % de suif triméthylpropylène diamine, CAS : 68783-25-5 et 30-40% de produits de la réaction du tallol avec la tétraéthylènepentamine, CAS : 68555-22-6)

[0184] Les teneurs dans le tableau 1 sont les teneurs en produit commercial. L'acide chlor-

hydrique est a une concentration de 37% et l'acide phosphorique de 85%.

[0185] Ces émulsions ont été fabriquées à l'aide d'un moulin Atomix C de laboratoire.

[0186] A partir de ces émulsions de bitume, des enrobés hydrocarbonés à froid sont préparés soit à la main avec une masse de matériaux de 500g, soit à l'aide d'un malaxeur de l'entreprise SR Consulting à arbres parallèles pour une masse de matériaux de 25 kg.

[0187] Les essais ont été réalisés sur des particules solides minérales de type dioritique.

[0188] La fraction minérale solide comprend, en poids par rapport au poids totale de la fraction minérale sèche :

- 30,0% de sable en poids Dussac 0/2 ;
- 45,0 de granulats Dussac 2/6 ;
- 25,0 de granulats Dussac 6/10

[0189] La coupure 0/2 correspond à la fraction 0/d.

[0190] Les coupures 2/6 et 6/10 forment ensemble la fraction d/D.

[0191] Cette fraction minérale permet de fabriquer un enrobé 0/10.

[0192] La fraction minérale solide se caractérise par un passant au tamis de 0,063 mm de 5,1% (51,1% en poids de la fraction minérale solide a une taille inférieure à 0,063 mm) et par un passant au tamis de 2 mm de 30,7% (30,7% en poids de la fraction minérale solide a une taille inférieure à 2 mm ; le 0,7% supplémentaire par rapport à la fraction 0/d correspond aux impuretés en éléments fins de la fraction d/D).

[0193] Les caractéristiques des enrobés hydrocarbonés à froid préparés sont données dans le tableau 2 suivant :

[0194] [Tableaux2]

	BBE R1	BBE I1	BBE I2	BBE I3
Fraction minérale solide	Telle que décrit précédemment			
Emulsion de bitume – nature	F1	F2	F2	F2
Emulsion de bitume - teneur	7,1 ppc	8,4 ppc	9,1 ppc	9,7 ppc
Fluxant – teneur	0,2 ppc	-	-	-
Fluxant - nature	Oléoflux [®] siccative*	-	-	-
Teneur en eau totale	8,0 ppc	11 ppc	10 ppc	10 ppc
Teneur en liant anhydre résiduel conventionel (tlc)	4,58%	4,8 %	5,2 %	5,5 %

- [0195] *siccative avec 4% en masse d'Octa soligen® Manganese 10 HS de la société Borchers
- [0196] L'enrobé hydrocarboné à froid BBE R1 est l'enrobé de référence fabriqué selon une méthode par séquençage. Les granulats d/D sont tout d'abord enrobés avec 1/3 de la masse d'émulsion totale pendant 8 secondes puis le sable 0/d humidifié par l'eau d'apport est introduit au mélange avec les 2/3 restants de la masse d'émulsion et la composition est malaxée pendant 9 secondes. En fin de malaxage, le fluxant est ajouté à la composition sous agitation puis l'enrobé est malaxé pendant 3 secondes supplémentaires.
- [0197] Les enrobés hydrocarboné à froid BBE I1, BBE I2 et BBE I3 sont des enrobés selon l'invention. L'ensemble de la fraction solide minérale (0/D) est humidifiée avec l'eau d'apport, puis la totalité de l'émulsion est ajoutée à la fraction solide minérale puis la composition (400-500g) est malaxée pendant 15 secondes vigoureusement (5 tr/s) pour simuler l'enrobage dans le malaxeur d'une machine d'application. Le mélange est ensuite malaxé de manière moins énergique (1tr/s) jusqu'à 90 secondes afin de simuler le passage de l'enrobé hydrocarboné à froid dans le traineau de la machine d'application.
- [0198] On évalue l'enrobage, le temps de maniabilité, le temps de rupture ou l'indice couleur à 10 minutes, la compactabilité (PCG) et la résistance à la compression de ces bétons bitumineux à l'émulsion selon l'invention. L'enrobé hydrocarboné à froid est également évalué sans considérer le temps de maniabilité et le temps de rupture.
- [0199] Il n'y a pas d'essais existants permettant d'évaluer la cohésion au jeune âge des BBE. L'appréciation de la cohésion à 1h et 24h se fait donc visuellement de manière générale. Afin de mettre en avant la cohésion supérieure des formules de l'invention, un essai simple, dit essai de fracture, a été mis au point dans le but de fournir des valeurs quantitatives.
- [0200] Trois kilogrammes d'enrobé sont préparés par malaxage pendant 20 secondes de la fraction minérale solide et de l'émulsion cationique de bitume. Le BBE R1 est préparé par un procédé d'enrobage séquencé alors que les BBE I1, I2 et I3 sont préparés par un procédé d'enrobage direct. Pour le procédé d'enrobage séquencé, les étapes de séquençage consistent à malaxer pendant 8 secondes les granulats d/D avec une première partie d'émulsion (généralement un tiers de la masse totale d'émulsion), puis d'ajouter la fraction 0/d avec éventuellement les agrégats d'enrobés et la deuxième partie d'émulsion (généralement deux tiers de la masse totale d'émulsion), malaxer pendant 9 secondes, et enfin ajouter éventuellement le fluxant tout en malaxant le mélange jusqu'à 20 secondes de malaxage total.
- [0201] Quatre plaques d'enrobé de dimension 120*120*20 mm sont ensuite préparées :
- dans le cas du BBE R1, le procédé industriel est adapté en laissant l'enrobé

foisonné pendant 4 heures à 18°C, représentant un temps de transport important, puis en décohesionnant le tas d'enrobé, afin de simuler le passage de l'enrobé dans les vis du finisseur, pour préparer les plaques de l'essai par compactage avec un rouleau manuel (6 passes) afin d'atteindre 2 cm d'épaisseur. Les plaques subissent ensuite un mûrissement à 18°C et 55% d'hygrométrie pendant 1 heure ou 24 heures avant de réaliser l'essai de fracture

- dans le cas des BBE I1, I2 et I3, l'enrobé est coulé dans les mêmes moules mais directement après le malaxage. Une épaisseur de 2cm est fixée sans compactage cette fois-ci. Les plaques subissent ensuite un mûrissement à 18°C et 55% d'hygrométrie pendant 1 heure ou 24 heures avant de réaliser l'essai de fracture.

[0202] Après un mûrissement pendant 1 heure ou 24 heures, la plaque de BBE est démoulée et positionnée sur une surface plane comprenant une trappe s'ouvrant sur le vide. La plaque est placée avec un contrepoids placé sur sa partie fixe (partie placée sur la surface sans trappe) et la moitié de la plaque est placée dans le vide une fois la trappe ouverte. On mesure alors le temps nécessaire à la cassure de la plaque après ouverture de la trappe. Le résultat est donné en secondes et représente le temps de fracture. Plus le temps est élevé plus le BBE est résistant en flexion et donc plus la montée en cohésion est avancée.

[0203] La cohésion est jugée « très faible » si le temps de fracture est inférieur à 5s, « faible » si le temps de fracture est compris entre 5s et 20s, « forte » si le temps de fracture est compris entre 20s et 50s et « très forte » si le temps de fracture est supérieur à 50s.

[0204] Les résultats obtenus figurent dans le tableau suivant :

[0205] [Tableaux3]

	Spécifications *	BBE R1	BBE I1	BBE I2	BBE I3
Enrobage à 24h	E1	E1	E1	E1	E1
Temps de maniabilité (s)	-	-	100	110	130
Indice couleur à 10 min	-	0	0	0	1
Cohésion à 1h	-	Très Faible	Forte	Forte	Forte
Cohésion à 24h	-	Faible	Très forte	Très forte	Très forte
ESSAI DURIEZ (NF P98-251-4)					
% de vides (modalité 1)	Valeur à déclarer	14,4	13,1	11,5	10,4
% de vides (modalité 2)	≤ 22	19,4	18,9	17,9	16,9
Résistance à la compression sans immersion selon modalité 1 (R en Mpa)	≥ 2,0	3,02	6,92	6,96	6,83
Rapport r18/R18	≥ 0,70	0,85	0,86	0,86	0,93
Rapport r35/R35	≥ 0,80	0,93	0,94	0,95	0,96
ESSAI DE COMPACTAGE A LA PRESSE A CISAILLEMENT GIRATOIRE (NF P 98-252)					
% de vide à V25	≤ 26	24,3	24,8	22,9	24,4
ESSAI DE MODULE de rigidité (NF EN 12697-26 annexe C, juin 2018)					

Module de rigidité (MPa)	Valeur à déclarer	3256	4419	4075	3790
--------------------------	-------------------	------	------	------	------

- [0206] * Spécifications BBE type 2 TM telles que définies dans la norme NF P 98-139 :2016-12
- [0207] Les résultats présentés dans le tableau ci-dessus démontrent qu'il est possible d'obtenir un très bon enrobage en utilisant le procédé selon l'invention. Il est également possible d'obtenir un temps de maniabilité compatible avec la fabrication d'un enrobé hydrocarboné à froid en machine autoportée.
- [0208] Selon le procédé de l'invention, les enrobés hydrocarbonés à froid présentent une montée en cohésion nettement plus rapide et plus forte qu'avec un enrobé hydrocarboné à froid fabriqué selon la méthodologie connue de l'art. Les spécifications mécaniques minimales exigés par la norme NF P 98-139 sont largement atteintes. Une nette augmentation de la résistance à la compression est notée pour les enrobés hydrocarbonés à froid selon l'invention par rapport à un enrobé fabriqué selon la méthodologie connue de l'art.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de fabrication d'une couche de revêtement routier à basé d'enrobé hydrocarboné à froid, comprenant les étapes suivantes :
- a- enrober à température ambiante dans un malaxeur d'une machine automotrice une fraction solide minérale avec une émulsion cationique de liant hydrocarboné,
 - de l'eau est introduite dans le malaxeur en une teneur telle que l'eau totale soit comprise entre 8 ppc et 14 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche
 - pour former un enrobé hydrocarboné à froid dans lequel la teneur en liant anhydre résiduel conventionnelle telle que décrite dans la norme NF P 98-139 :2016-12 varie de 3,5 à 6 % , par rapport au poids de l'enrobé après séchage
 - b- mise en œuvre de l'enrobé hydrocarboné à froid directement en sortie du malaxeur de la machine automotrice pour former une couche ayant une épaisseur d'au moins 2 cm ;
 - c- puis compactage de la couche mise en œuvre lors de l'étape b) pour former la couche de revêtement routier.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'émulsion cationique de liant hydrocarboné comprend en tant qu'émulsifiant au moins une amine, l'amine représentant au moins 50% en poids du poids total des émulsifiants.
- [Revendication 3] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'amine est choisie parmi :
- les alkylpolyamines, dont les alkyles diamines ;
 - les amines grasses ;
 - les amidopolyamines ;
 - les ammoniums quaternaires à chaîne grasse ;
 - et leurs combinaisons.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'émulsion cationique de liant hydrocarboné comprend à titre d'émulsifiants :
- (1) au moins une alkylpolyamine, comprenant un ou deux radicaux choisis parmi un reste hydrocarboné, saturé ou insaturé, comprenant de 8 à 24 atomes de carbone et/ou ses dérivés immédiats de cyclisation ainsi que ses dérivés oxyéthylés ou oxypropylés ; et
 - (2) au moins un amidopolyamine de formule (IV) $R_1'CO-(NH-R_1'')_a-$

NH_2 , R_1' étant un reste hydrocarboné, saturé ou insaturé, comprenant de 12 à 24 atomes de carbone, R_1'' un radical éthylène, a un entier allant de 2 à 5 et/ou ses dérivés immédiat de cyclisation ;

l'émulsion cationique comprend un acide minéral choisi parmi l'acide phosphorique ou un acide polyphosphorique ;

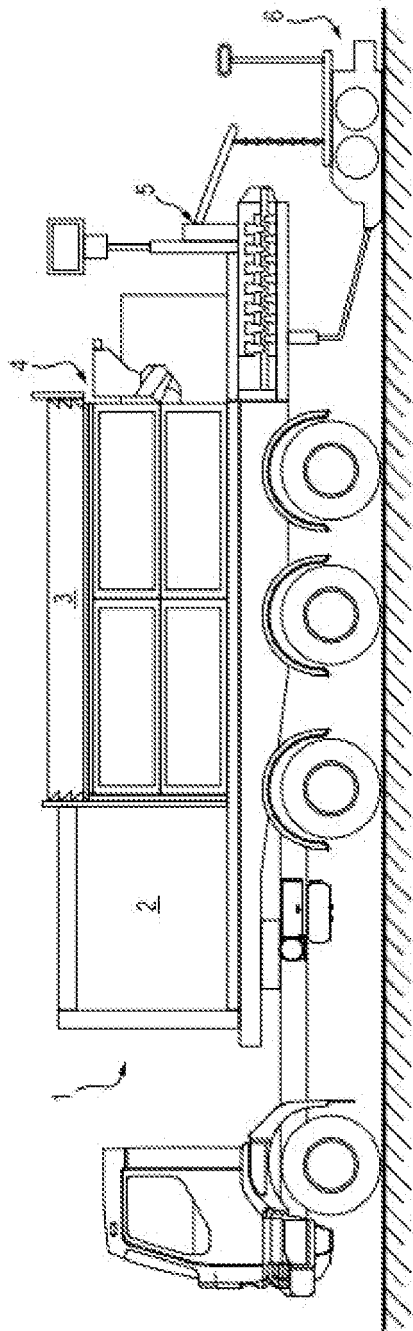
et le liant comprend un dope d'acide gras ou dérivé d'acide gras.

- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'enrobé hydrocarboné à froid est choisi parmi les graves-émulsion ou les bétons bitumineux à l'émulsion.
- [Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le passant à 0,063 mm de la fraction solide minérale varie de 4% à 10% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le passant à 16 mm de la fraction solide minérale est de 100% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le passant à 2 mm de la fraction solide minérale varie de 30% à 50% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel le passant à 2 mm de la fraction solide minérale varie de 20% à 40% en poids, par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la fraction solide minérale constitue 94% à 96,5% en poids, avantageusement 94% à 95,5% en poids, du poids de l'enrobé.
- [Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'enrobé ne comprend pas de gomme.
- [Revendication 12] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel lors de l'étape a) de l'eau est introduite dans le malaxeur en une teneur telle que l'eau totale soit comprise entre 10 ppc et 12 ppc par rapport au poids de la fraction minérale solide sèche.
- [Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant une étape préalable à l'étape a) d'humidification de la fraction solide minérale.
- [Revendication 14] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche de revêtement routier est choisie parmi une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 1,5 cm à 3 cm, une couche de roulement ayant une épaisseur variant de 3 cm à 5 cm, une couche de

roulement ayant une épaisseur variant de 5 cm à 8 cm, une couche d'assise, un rechargement ou un reprofilage.

- [Revendication 15] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la machine automotrice comprend outre le malaxeur :
- une trémie d'alimentation de particules solides minérales ;
 - une cuve à émulsion ;
 - un traineau lisseur ou un finisseur ;
 - une cuve à eau ;
 - optionnellement une trémie à pulvérulent, tels que la chaux ou le ciment, et/ou une cuve de lait de chaux ;
 - optionnellement un système de dosage de fibres.

[Fig. 1]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 904733
FR 2201817

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A, D	FR 2 927 328 A1 (COLAS SA [FR]) 14 août 2009 (2009-08-14) * figures 1,2 * * revendications 1,12,13 * * le document en entier * -----	1-15	E01C7/24 C04B26/26
A, D	FR 2 960 890 A1 (EUROVIA [FR]) 9 décembre 2011 (2011-12-09) * revendication 1 * * le document en entier * -----	1-15	
A	FR 2 819 519 A1 (SCREG [FR]) 19 juillet 2002 (2002-07-19) * revendication 14 * * le document en entier * -----	1-15	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			E01C C08L C04B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
7 octobre 2022		Klein, A	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2201817 FA 904733**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **07-10-2022**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2927328	A1	14-08-2009	EP	2090620 A1		19-08-2009
			FR	2927328 A1		14-08-2009
			ZA	200901057 B		26-05-2010

FR 2960890	A1	09-12-2011	CA	2801520 A1		08-12-2011
			CL	2012003418 A1		07-06-2013
			EP	2576911 A1		10-04-2013
			ES	2750363 T3		25-03-2020
			FR	2960890 A1		09-12-2011
			PL	2576911 T3		31-01-2020
			US	2013068135 A1		21-03-2013
			WO	2011151387 A1		08-12-2011

FR 2819519	A1	19-07-2002	CA	2367287 A1		17-07-2002
			EP	1225204 A1		24-07-2002
			ES	2241969 T3		01-11-2005
			FR	2819519 A1		19-07-2002
			IS	6235 A		17-07-2002
