

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 10.06.11.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 14.12.12 Bulletin 12/50.

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

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : COLAS Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : DENEUVILLERS CHRISTINE, HAY-
NER ROGER et FORT JEAN-PAUL.

⑦③ Titulaire(s) : COLAS Société anonyme.

⑦④ Mandataire(s) : CABINET HARLE ET PHELIP Société
anonyme.

⑤④ **PRODUITS BASE VEGETALE DE TYPE SICCATIVE POUR RECYCLAGE ET REGENERATION D'AGREGATS
D'ENROBES EN PLACE OU EN CENTRALE, AVEC OU SANS CHAUFFAGE.**

⑤⑦ L'invention concerne un procédé de recyclage ou de
rénovation d'une chaussée vieillie caractérisé en ce que l'on
utilise un liant de régénération comprenant au moins un
composé à base de matières grasses d'origine naturelle
comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées, ces ma-
tières grasses d'origine naturelle ayant subi au moins une
réaction de fonctionnalisation chimique ayant introduit au
moins un groupe fonctionnel oxygéné.

L'invention concerne également des liants de régénéra-
tion et des émulsions de liant de régénération convenant
tout particulièrement pour le procédé de l'invention. Enfin,
l'invention concerne des enrobés à base d'agrégats d'enro-
bé régénérés.



L'invention concerne un procédé de recyclage ou de rénovation d'une chaussée vieillie. L'invention concerne également des liants de régénération et des émulsions de liant de régénération convenant tout particulièrement pour le procédé de l'invention. Enfin, l'invention concerne des enrobés à base d'agréats d'enrobé régénérés.

De façon usuelle, les chaussées bitumineuses sont des structures composites constituées par des granulats enrobés par un liant bitumineux appliquées sur une épaisseur de quelques centimètres. Au bout d'un certain temps, ces revêtements subissent un vieillissement dû aux contraintes générées par le trafic et aux conditions climatiques. Cela provoque un durcissement du liant, l'apparition de fissurations et/ou un phénomène d'orniérage.

Il faut donc prévoir un traitement de la chaussée pour remédier à ces dégradations. Pour cela, différents procédés de recyclage ou de rénovation ont été mis en œuvre. Le recyclage traditionnel des matériaux de chaussée fait appel à une large gamme de techniques adaptées notamment aux enrobés bitumineux. Ces divers procédés développés par les entreprises routières utilisent des équipements spécifiques pour le recyclage en centrale ou directement en place. Concernant les matériaux bitumineux, le principe utilisé pour la rénovation ou le recyclage repose sur la notion de régénération du bitume présent dans la couche à retraiter.

En effet, le but est de régénérer l'ancien bitume du liant bitumineux dont le durcissement provient de la volatilisation de ses parties les plus légères. La régénération permet la correction de la constitution chimique de l'ancien bitume au moyen d'un liant adapté pour obtenir un liant final présentant les caractéristiques d'un bitume classique.

A cette fin, des agents ou liants de régénération sont utilisés depuis de nombreuses années. La majeure partie des produits disponibles dans le commerce sont des produits pétrochimiques à base d'huiles fossiles contenant majoritairement des molécules naphténiques et aromatiques. Or, ces molécules contiennent des composés polycycloaromatiques (PCA) suspectés d'être cancérogènes et dangereux pour la santé et l'environnement. En complément, certaines molécules pétrolières sans PCA ou des molécules à base de dérivés d'huiles végétales comme le biodiesel sont parfois utilisées. En outre, ces composés peuvent être lixiviés et entraînés dans les nappes phréatiques et le sol, contaminant ainsi le milieu aquatique et les sols. Par conséquent, l'emploi de ces huiles est proscrit car elles présentent un danger pour la santé des opérateurs. De plus, leur emploi ne peut généralement se faire sans apport de bitume neuf en complément.

On connaît également des liants de régénération comprenant des huiles végétales tels que décrits dans la demande GB 2462371. La demande WO 2008/084014 décrit également des compositions régénérantes comprenant du bitume et de l'huile de palme.

Cependant, les liants de régénération à base d'huile pétrolière ou végétale présentent pour inconvénient, de par leur faible réactivité, de conférer un aspect glissant aux surfaces sur lesquelles ils sont appliqués.

Il existe donc un besoin de développer de nouveaux procédés de recyclage ou de régénération des chaussées vieilles utilisant des liants de régénération ne présentant pas les inconvénients de l'art antérieur.

La solution proposée selon l'invention utilise majoritairement des composés issus des ressources renouvelables, soit des matériaux éco-responsables. Cette solution respecte l'environnement tout en offrant des performances supérieures par rapport aux produits conventionnels traditionnellement utilisés, et plus particulièrement, par comparaison aux produits à base de molécules aromatiques ou autres dérivés pétroliers.

Selon son mode de réalisation le plus général, l'invention concerne un procédé de recyclage ou de rénovation d'une chaussée vieillie caractérisé en ce que l'on utilise un liant de régénération comprenant au moins un composé à base de matières grasses d'origine naturelle comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées, ces matières grasses d'origine naturelle ayant subi au moins une réaction de fonctionnalisation chimique ayant introduit au moins un groupe fonctionnel oxygéné.

Selon un mode de réalisation avantageux, le liant de régénération est appliqué directement sur une chaussée vieillie n'ayant subi aucune étape de fraisage ou de concassage. Dans ce cas, le procédé de l'invention consiste à régénérer les chaussées en place sans fraisage ou concassage par pulvérisation du liant de régénération (voie A).

Selon un autre mode réalisation avantageux, le procédé de l'invention consiste à recycler les agrégats d'enrobés obtenus par fraisage ou concassage des chaussées vieilles, par retraitement sur place ou en poste, pour former des couches de roulement ou des couches de base (voie B). Dans ce cas, de nouveaux enrobés comprenant des agrégats d'enrobé et le liant de régénération sont préparés.

Le procédé de l'invention permet :

- un rajeunissement du bitume résiduel des agrégats d'enrobés bitumineux,
- l'obtention d'une excellente maniabilité des enrobés mis en œuvre,
- l'obtention d'une bonne cohésion de l'enrobé régénéré,
- le rétablissement de la flexibilité et de la durabilité à moindre coût des chaussées vieilles,
- le rétablissement de l'adhérence, de l'étanchéité et de l'uni des chaussées vieilles.

Le liant de régénération utilisé selon le procédé de l'invention comprend des matières grasses hydrocarbonées fonctionnalisées. Ces composés à base de matières naturelles, renouvelables, non toxiques, non volatiles possèdent une très bonne compatibilité avec le liant résiduel des chaussées vieilles, les enrobés et/ou les agrégats d'enrobés. Ces liants confèrent à l'enrobé ses propriétés d'usage initiales sans dégagement de composés organiques volatils.

Ces produits respectueux de l'environnement assurent ainsi plusieurs rôles dans la mise en œuvre des enrobés (voie B) dont notamment le rôle de solvant au moment de la préparation des enrobés, le rôle d'agent apportant de la maniabilité au mélange et le rôle de réactif après mise en œuvre de manière à donner au bitume ses propriétés d'usage.

En outre, ces matières grasses fonctionnalisées, une fois appliquées sur une chaussée vieillie ou mélangées à des agrégats d'enrobé, sont susceptibles de réagir entre elles ou avec le liant bitumineux résiduel de l'agrégat ou de la chaussée vieillie. Cette réaction a pour effet de ne pas conférer de propriété ou aspect glissant à la surface de la chaussée à rénover contrairement aux liants de régénération disponibles dans le commerce à base d'huiles

pétrolières ou d'huiles végétales non fonctionnalisées. En effet, les huiles utilisées selon l'invention ont un pouvoir siccatif et réagissent avec l'oxygène de l'air, conduisant à des surfaces non glissantes. La texture huileuse est donc modifiée dans le temps conduisant à des surfaces non glissantes et donc non dangereuses pour les usagers.

5 L'invention concerne donc l'utilisation d'un liant de régénération à base de matières premières renouvelables, qui peut être appliqué sur les chaussées pour les ramollir, les imperméabiliser, conférer de la flexibilité, redonner des propriétés d'étanchéité et corriger les défauts des chaussées liés à l'usage et le temps. Le procédé de l'invention permet donc de rallonger la durée de vie des chaussées vieillies.

10 Les composés du liant de régénération de l'invention pénètrent plus facilement dans la chaussée, puis par réaction avec l'oxygène de l'air, conduisent à une nouvelle chaussée flexible, régénérée sans surface glissante, qui résiste au vieillissement et à l'infiltration de l'eau.

Le procédé de l'invention utilise un liant de régénération à base de matières premières renouvelables, permettant d'obtenir un produit actif non dangereux pour l'environnement et
15 présentant des propriétés régénérantes supérieures aux produits conventionnels lorsqu'il est utilisé dans des conditions de dosage équivalentes.

Selon le premier mode de réalisation avantageux du procédé de l'invention (voie A), le liant de régénération est utilisé par application sur une chaussée vieillie ou ancienne. Le liant pénètre dans la chaussée pour ramollir le liant bitumineux et conduit à une auto-réparation des
20 fissures. La chaussée ainsi traitée retrouve sa flexibilité ainsi qu'une protection contre le vieillissement dû aux conditions climatiques et aux sollicitations mécaniques.

De façon avantageuse, le procédé comporte dans ce cas les caractéristiques suivantes prises seule ou en combinaison :

- le liant de régénération est appliqué à un dosage de 0,100 à 0,400 l/m², de préférence 0,200
25 à 0,350 l/m²,
- le liant de régénération est appliqué sous forme anhydre à une température comprise entre 100 et 200°C,
- le liant de régénération est appliqué sous forme d'émulsion de liant de régénération.

Selon le deuxième mode de réalisation avantageux du procédé de l'invention (voie B),
30 l'utilisation de ces liants de régénération combinés à des agrégats d'enrobés (« Reclaimed Asphalt Pavements », RAP) pour ramollir et régénérer le liant, permet une meilleure préparation au recyclage ou une utilisation tel quel dans la construction de nouvelles chaussées des agrégats d'enrobés. Ainsi, sans apport nécessaire de liant bitumineux de type bitume, le liant présent dans les agrégats reprend ses performances initiales en termes de consistance, de
35 pouvoir liant et de pouvoir collant. De plus, les surfaces à base de ces enrobés régénérés présentent un aspect neuf, sans fissures, sans défauts apparents et de bonnes performances en termes d'adhérence et d'étanchéité, c'est à dire des performances proches de celles du liant initial utilisé pour fabriquer l'enrobé.

Selon ce mode de réalisation, le procédé de recyclage ou de rénovation comporte les
40 étapes suivantes :

- on dispose d'au moins une partie fraisée ou concassée d'une couche de chaussée vieillie, de préférence d'une couche superficielle, sous forme d'agrégats d'enrobé,
- lesdits agrégats d'enrobé sont mélangés avec le liant de régénération, sur place ou en poste pour former un enrobé hydrocarboné,

5 - l'enrobé est mis en œuvre pour former une nouvelle couche de chaussée, de préférence une couche de roulement ou une couche de base.

De façon avantageuse, le procédé comporte dans ce cas les caractéristiques suivantes prises seules ou en combinaison :

- les agrégats d'enrobé sont mélangés avec le liant de régénération à une température supérieure à 100 °C,
- les agrégats d'enrobé sont mélangés avec le liant de régénération à une température comprise entre 20 et 100 °C, de préférence comprise entre 45 et 65 °C,
- les agrégats d'enrobés sont des fraisats de recyclage de matériau de chaussée,
- les agrégats d'enrobés comprennent des granulats dont la dimension du plus gros granulat est
- 15 de 6 mm, de 8 mm, de 20 mm, de 14 mm ou de 10 mm,
- les agrégats d'enrobés comprennent une teneur en liant résiduel comprise entre 3,5 et 5,5.

Selon une alternative, le liant de régénération et/ou le procédé ne comprennent pas d'ajout d'asphaltène ou de bitume. Dans ce cas, le procédé ne comprend aucune étape d'ajout de bitume ou d'asphaltène comprenant une pénétrabilité à 25 °C, mesurée selon la norme NF

20 EN 1426, de 0 à 300 1/10 mm et un point de ramollissement de 30 à 75 °C, mesuré selon la norme NF EN 1427.

Selon une autre alternative, le liant de régénération peut comprendre en outre des asphaltènes. Dans ce cas, les liants de régénération restaurent une couleur noir à la surface de la chaussée et réparent les défauts des chaussées tout en redonnant des performances

25 mécaniques et d'adhérence à la chaussée par meilleure cohésion des granulats. Les asphaltènes peuvent soit avoir été isolés d'une matière d'origine pétrolière soit être compris dans une matière pétrolière tel qu'un bitume. En effet, les asphaltènes représentent en général 5 à 30% en masse du bitume. Dans ce cas, le bitume choisi peut être un bitume présentant une pénétrabilité selon la norme EN 1426 inférieure à 50 (1/10 mm), de préférence le bitume est un

30 bitume 10/30 soit un bitume de grade dur. En effet, les bitumes de grades durs ont en général une plus grande proportion d'asphaltènes que les bitumes mous.

Avantageusement, le liant de régénération comprend en masse par rapport à la masse totale du liant de régénération :

- au moins 50%, de préférence 60% à 100%, mieux de 80 à 100% et de manière encore plus
- 35 préférentielle 85% à 100% en masse de composé à base de matières grasses d'origine naturelle,
- 0 à 50%, de préférence 1 à 30% et mieux 5 à 15% en masse de bitume de préférence choisi parmi les bitume de grade 10/20 ou 20/30,
- 0 à 10%, de préférence 0 à 6% en masse d'additifs.

L'invention concerne également un liant de régénération convenant tout particulièrement pour le procédé de l'invention comprenant en masse par rapport à la masse totale du liant de régénération :

- au moins 50%, de préférence au moins 60%, mieux au moins 90% et de manière encore plus préférée au moins 95% en masse de composé à base de matières grasses d'origine naturelle, comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées, ces matières grasses d'origine naturelle ayant subi au moins une réaction de fonctionnalisation chimique ayant introduit au moins un groupe fonctionnel oxygéné,

- 1 à 30% et mieux 5 à 15% en masse de bitume de préférence choisi parmi les bitumes de grade 10/20 ou 20/30,

- 0 à 10%, de préférence 0 à 6% en masse d'additifs de préférence choisis parmi les agents de modification tels que les polymères, les tensioactifs, les agents modificateurs de pH.

Le liant de régénération comprend des matières grasses d'origine naturelle ayant été fonctionnalisées chimiquement, autrement dit "activées" chimiquement. La composition régénérante comprend donc des matières grasses d'origine naturelle comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées, ces matières grasses d'origine naturelle ayant subi au moins une réaction de fonctionnalisation chimique ayant introduit au moins un groupe fonctionnel oxygéné.

Ces matières grasses d'origine naturelle à base de matières grasses animales et/ou végétales, permettent d'éviter le dégagement de composés organiques volatils (COV).

Ces composés sont décrits dans le brevet EP 1645 595. De préférence, le groupe fonctionnel oxygéné introduit lors de la modification chimique des matières grasses d'origine naturelle est choisi parmi les groupes : acide carboxylique, diacide carboxylique, époxyde, peroxyde, aldéhyde, éther, ester, alcool et cétone, cette liste n'étant pas limitative. Par fonction éther, on entend la fonction éther oxyde.

Par "matières grasses d'origine naturelle", on entend, dans la présente invention, les matières grasses en provenance de la nature, mais aussi leurs dérivés, comme par exemple les monoesters gras obtenus par transestérification de triglycérides par des mono-alcools.

Les matières grasses d'origine naturelle utilisables dans la présente invention pour subir une réaction de fonctionnalisation chimique par oxydation sont choisies parmi les huiles obtenues dans la nature ou leurs dérivés, les graisses obtenues dans la nature ou leurs dérivés, et leurs mélanges, par exemple des huiles et graisses animales et/ou végétales, de préférence des huiles végétales et des graisses animales, mieux des huiles végétales.

Sont donc préférentiellement exclues du cadre de l'invention les huiles et graisses de synthèse et les huiles et graisses fossiles, qui ne sont pas renouvelables et ne présentent pas d'intérêt dans le cadre du développement durable.

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 leur mélanges.

Les matières grasses d'origine naturelle utilisables dans la présente invention peuvent subir une réaction d'isomérisation avant d'être soumises à la fonctionnalisation chimique de l'invention. Comme cela est bien connu, le but du traitement d'isomérisation est l'augmentation du nombre de doubles liaisons C=C conjuguées, qui se traduit par une augmentation du pouvoir siccatif, et une diminution de la viscosité initiale. Les conditions de cette réaction d'isomérisation ont été largement décrites dans la littérature, par exemple dans Bailey's Industrial Oil and Fat Products, 6th Edition (2005), Fereidoon Shahidi Ed., John Wiley & Sons, Inc.

Les matières grasses d'origine naturelle sont chimiquement fonctionnalisées, terme par lequel il faut comprendre au sens de la présente invention des matières grasses d'origine naturelle modifiées par l'introduction d'au moins un groupe fonctionnel oxygéné choisi de préférence parmi les groupes acide carboxylique, diacide carboxylique, époxyde, peroxyde, aldéhyde, éther, ester, alcool et cétone. Ces groupes fonctionnels sont susceptibles de réagir avec des fonctions chimiques présentes dans le liant hydrocarboné à régénérer et/ou avec des fonctions chimiques d'autres molécules des matières grasses d'origine naturelle. Les fonctions chimiques présentes dans le liant hydrocarboné sont par exemple des fonctions acide ou alcool.

Les matières grasses d'origine naturelle qui seront fonctionnalisées chimiquement selon l'invention, et donc activées, peuvent donc être, sans limitation, directement les huiles et graisses d'origine naturelle, ou bien des acides gras, des esters d'acides gras, préférentiellement des esters d'alkyle, tels que des mono-esters d'alkyle, des alcools gras, des esters d'alcools gras, des triglycérides, des esters de diacides gras, des esters d'acides résiniques, des acides résiniques, des dérivés de ces composés, et des mélanges de ces composés, d'origine animale ou végétale.

Au sens de la présente invention, on entend par acides gras des acides mono, di ou tricarboxyliques aliphatiques en C4-C28, de préférence en C14-C24, mieux en C16-C22, saturés, mono-insaturés ou poly-insaturés, linéaires ou ramifiés, cycliques ou acycliques.

Au sens de la présente invention, on entend par alcools gras des alcools ou polyols aliphatiques en C4-C28, de préférence en C14-C24, mieux en C16-C22, saturés, mono-insaturés ou poly-insaturés, linéaires ou ramifiés, cycliques ou acycliques.

On préférera fonctionnaliser chimiquement des acides gras, des esters d'acides gras, des triglycérides, des esters de diacides gras, des acides résiniques, des esters d'acides résiniques, notamment des matières grasses d'origine naturelle comprenant au moins un mono-ester d'alkyle d'acide gras.

La matière grasse d'origine naturelle peut être obtenue à partir d'au moins un triglycéride, éventuellement par transestérification de ce dernier au moyen d'un alcool en C1-C4, libérant des monoesters d'acides gras, suivie d'une oxydation introduisant au moins un groupe fonctionnel, de préférence époxyde et/ou éther. La transestérification a pour but de diminuer la viscosité des matières grasses d'origine naturelle.

La matière grasse d'origine naturelle peut également être obtenue à partir d'au moins un dérivé de tall oil, par oxydation introduisant au moins un groupe fonctionnel, de préférence

époxyde et/ou éther. Le tall oil est un mélange d'acides gras (acides oléique, linoléique, linoléique...), d'acides résiniques et de substances insaponifiables. De façon optionnelle, le dérivé de tall oil peut subir une estérification au moyen d'un alcool en C1-C4 avant de subir ou après avoir subi la ou les réactions d'oxydation.

5 Les matières grasses d'origine naturelle et plus particulièrement les chaînes grasses hydrocarbonées des matières grasses d'origine naturelle utilisables dans la présente invention possèdent des doubles liaisons C=C, lesquelles jouent un rôle primordial dans le durcissement du liant. En effet, après répandage, le durcissement du liant est obtenu par réticulation des matières grasse en présence de l'oxygène de l'air.

10 La fonctionnalisation chimique est de préférence effectuée sur les chaînes grasses hydrocarbonées des matières grasses d'origine naturelle, en particulier sur leurs doubles liaisons C=C, conjuguées ou non. Les réactifs de fonctionnalisation chimique employés sont par exemple l'oxygène moléculaire, l'eau oxygénée et l'anhydride maléique, dans des conditions variables de température, pression et durée de réaction, optionnellement en présence de
15 catalyseurs. Toutes ces réactions de fonctionnalisation sont des réactions classiques de la chimie organique, décrites par exemple dans Bailey's Industrial Oil and Fat Products, 6th Edition (2005), Fereidoon Shahidi Ed., John Wiley & Sons, Inc.

Les fonctionnalisations chimiques réalisées sur les matières grasses d'origine naturelle conduisent généralement à l'introduction de plusieurs fonctions chimiques différentes. Elles sont
20 susceptibles de réagir avec le liant à régénérer et d'activer le processus de durcissement de l'ensemble liant hydrocarboné / composition régénérante.

Les chaînes grasses hydrocarbonées des matières grasses d'origine naturelle de l'invention comportent des doubles liaisons carbone-carbone dont une partie, de préférence au moins 5%, de préférence au moins 15%, mieux au moins 20% ont subi une réaction de
25 fonctionnalisation chimique ayant introduit un groupe époxyde ou éther. La réaction d'époxydation peut être accomplie en utilisant comme réactif l'oxygène moléculaire ou l'eau oxygénée.

Un groupe diacide carboxylique peut être obtenu, par exemple, par greffage d'une molécule d'anhydride maléique sur une double liaison carbone-carbone initialement présente
30 dans la matière grasse. La présence de fonctions diacide carboxylique sur la chaîne hydrocarbonée permet d'améliorer la siccativité des matières grasses employées.

Les chaînes grasses hydrocarbonées des matières grasses d'origine naturelle de l'invention comportent des doubles liaisons carbone-carbone dont au moins 5%, de préférence au moins 15%, mieux au moins 20% ont subi une réaction de fonctionnalisation chimique par
35 greffage d'une molécule d'anhydride maléique.

La fonctionnalisation des matières grasses d'origine naturelle conduit à l'introduction d'atomes d'oxygène sur les molécules, lesquels peuvent participer à la formation de ponts oxygène entre les molécules et/ou entre les molécules et d'autres composés du mélange comme le bitume.

Dans le cas de chaînes hydrocarbonées de matière grasse non modifié, ces ponts oxygène sont réalisés à partir de l'oxygène de l'air qui doit être greffé sur deux molécules, ce qui rend plus difficile la réalisation de tels ponts.

Généralement, les matières grasses d'origine naturelle sont des liquides fluides présentant les caractéristiques suivantes :

- une viscosité cinématique à 40 °C comprise entre 4 et 20 mm²/s, de préférence 7 à 11 mm²/s
- un indice d'acide selon la norme NF T 60-204 supérieur à 5, mieux supérieur à 10 mg KOH/g,
- un indice d'iode selon la norme ISO 3961 supérieur à 60 g d'I₂/100g,
- un indice de saponification selon la norme ISO 3657 compris entre 150 et 250 mg KOH/g,
- un indice de peroxyde selon la norme NF T 60-220 inférieur à 10, mieux inférieur à 5 meq d'O₂/kg,
- une teneur en eau selon la norme NF T 60-113 inférieure à 0,5 %,
- une densité relative à 25 °C selon la norme ISO 3838 comprise entre 0,88 à 0,98
- un point éclair Cleveland selon la norme EN ISO 2592 supérieur à 140 °C, de préférence supérieur à 160 °C.

La matière grasse d'origine naturelle est de préférence une huile végétale, l'un de ses dérivés tels que sa partie acide gras, un mélange d'acides gras, un produit de transestérification ou un dérivé de résine alkyde de l'huile.

Le composé à base de matières grasses d'origine naturelle est de préférence choisi parmi les dérivés de tallol (tall oil) estérifiés et époxydés et les esters d'acides gras monoinsaturés et polyinsaturés comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées linaires de de 8 à 20, de préférence de 16 à 20 atomes de carbone tels que les esters d'acides gras de colza oxydés. Ces matières grasses sont commercialisées sous la marque VEGEFLUX®.

Le liant de régénération peut être utilisé sous forme anhydre, c'est-à-dire que l'on n'ajoute pas d'eau. Le liant de régénération peut également être utilisé sous forme d'une émulsion de liant de régénération. Dans ce cas, cette émulsion de liant de régénération peut être obtenue par préparation d'une émulsion normale (huile dans l'eau) ou inverse (eau dans l'huile), la phase lipophile étant constituée du composé à base de matières grasses d'origine naturelle fonctionnalisés ou de son mélange avec les asphaltènes et autres additifs.

De préférence, l'émulsion de liant de régénération comprend en kg/t d'émulsion :

- 500 à 900 kg/t, de préférence 650 à 850 kg/t de liant de régénération, et
- le complément d'eau pour la préparation d'une tonne d'émulsion.

Les additifs sont de préférence choisis parmi les agents de modification tels que les polymères, les tensioactifs, les agents modificateurs de pH, les dopes d'adhésivité. Les polymères peuvent être choisis parmi le SBS, SB, SBR, latex naturel, EVA, etc. Les dopes d'adhésivité peuvent être choisies parmi les alkyl-polyamines tels que les alkyl amido-polyamines ou les alkyl imidazo-polyamines. Comme agent modificateur de pH, il est possible d'utiliser de l'acide chlorhydrique.

Les additifs peuvent être ajoutés directement au liant de régénération ou, pour la voie B, lors du mélange des différents constituants de l'enrobé. Lorsque les additifs sont ajoutés aux

enrobés, ils sont de préférence choisis parmi les paraffines, les cires de polyéthylène, les granulés de polyéthylène, d'EVA ou autres polymères thermoplastiques ou thermodurcissables. Leur rôle est d'apporter des performances mécaniques particulières. Les quantités d'additifs représentent 0,05 à 30 % de la masse des enrobés, de préférence 0,2 à 3%.

5 La présente invention concerne également un enrobé hydrocarboné pour revêtement routier comprenant des granulats, un liant hydrocarboné et éventuellement des additifs caractérisé en ce qu'il comprend en masse par rapport à la masse totale de l'enrobé hydrocarboné :

- au moins 80% en masse, de préférence au moins 95% en masse, et mieux au moins 99% en
- 10 masse d'agréats d'enrobés,
- 0,1 à 2% en masse, de préférence 0,1 à 1,5% en masse et mieux 0,2 à 1 % en masse d'un liant de régénération tel que défini ci-dessus,
- 0 à 30% en masse, de préférence 0 à 15 ou 0,05 à 15% en masse et mieux 0,2 à 3% en masse d'additifs.

15 Un enrobé bitumineux ou hydrocarboné est un mélange d'au moins des granulats et d'un liant hydrocarboné (principalement du bitume). Lors d'opérations de déconstruction de chaussée, les enrobés anciens sont récupérés à fin de réutilisation. Ces enrobés dits « ancien », une fois concassés ou fraisés sont dénommés agrégats d'enrobé. On entend selon l'invention par agrégats d'enrobés, les enrobés provenant du fraisage de couche d'enrobé, de

20 concassage de plaques extraites de chaussées en enrobés, de morceaux de plaques d'enrobé, de déchets d'enrobé ou de surplus de productions d'enrobés (définition selon la norme NF EN 13108-8). Les agrégats d'enrobés sont constitués, de granulats représentant plus de 90% en poids de l'agrégat et de bitume ou liant hydrocarboné.

Les granulats des agrégats d'enrobés ont généralement une granulométrie choisie dans

25 la gamme 0/ $D_{\max}$, $D_{\max}$ étant le diamètre maximal du granulat tel que défini selon la norme NF EN 13043 18-540 et allant en général de 0 à 31,5 mm. On utilise de préférence des granulats dans les gammes 0/20, 0/14 et 0/10. La dimension des agrégats d'enrobé est de préférence inférieure à 40 mm.

L'enrobé obtenu selon le procédé de la voie B peut être préparé selon un procédé à

30 chaud ou à froid. La distinction entre les procédés tient essentiellement à la température des granulats.

Dans le cas d'un procédé dit "à chaud", les agrégats d'enrobés et éventuellement le liant de régénération, de préférence sous forme anhydre, sont chauffés à des températures supérieures à 100°C afin de permettre un bon mélange des agrégats et du liant de

35 régénération. L'enrobé ainsi formé est ensuite appliqué chaud (typiquement à plus de 150°C) sur la chaussée puis compacté à chaud également.

Dans les procédés dits "à froid", les agrégats ne sont pas séchés, et sont mélangés tels quels, c'est-à-dire avec leur humidité naturelle et à température ambiante avec le liant de régénération de préférence mis en émulsion à une température proche de l'ambiante.

40 L'émulsion est parfois légèrement réchauffée à des températures de l'ordre de 50°C.

Les enrobés préparés peuvent être stockés, utilisés tels quels ou chauffés à des températures de l'ordre de 30 à 150 °C, de préférence entre 45 et 150 °C. Selon un mode de réalisation du procédé de l'invention selon la voie B, l'enrobé est préparé et/ou stocké et/ou mis en œuvre à une température supérieure à 100 °C.

5 Le délai de mise en œuvre des enrobés après chauffage est du même ordre de grandeur que celui des enrobés appliqués à chaud. Ils sont appliqués avec les mêmes matériels d'applications.

Le procédé selon la voie B peut comporter en outre les caractéristiques suivantes prises seules ou en combinaison :

- 10 - le procédé ne comporte pas d'étape d'apport de granulats autres que ceux provenant des agrégats, c'est à dire que les enrobés résultant du procédé sont essentiellement constitués d'agrégats d'enrobé,
- l'enrobé est préparé et mis en œuvre à une température comprise entre 50 et 200 °C,
- l'enrobé est préparé à une température comprise entre 50 et 100 °C,
- 15 - l'enrobé est préparé à une température comprise entre plus de 100 °C et 200 °C,
- l'enrobé est constitué d'au moins 80% en poids, de préférence d'au moins 95% en poids, et mieux d'au moins 99% en poids d'agrégats d'enrobés,
- les granulats sont composés d'au moins 80% en masse, de préférence d'au moins 95% en masse, et mieux d'au moins 99% en masse des granulats provenant des agrégats d'enrobés
- 20 par rapport à la masse totale des granulats de l'enrobé,
- le procédé comporte en outre :
 - une ou plusieurs étapes de chauffage des agrégats d'enrobé pour obtenir une température de l'enrobé de 50 à 100 °C, de préférence de 60 à 90 °C et mieux de 70 à 85 °C, et/ou
 - 25 - une étape de stockage dudit enrobé avant l'étape de mise en œuvre, et/ou
 - une étape de compactage de l'enrobé mis en œuvre.

De préférence, les agrégats d'enrobés sont des fraisats de recyclage de matériau de chaussée dont la dimension du plus gros granulats est 20mm et les morceaux d'enrobé ont une taille maximale de 40 mm.

30 L'enrobé peut être préparé, puis transporté sur le lieu du chantier, pour être mis en œuvre. L'enrobé est généralement mis en œuvre par une étape d'épandage au cours de laquelle on épand ledit enrobé sur une surface de réception telle qu'une chaussée. L'épandage peut être réalisé à l'aide d'un finisseur. Cette étape d'épandage est suivie d'une étape de compactage. Le compactage peut être réalisé avec des compacteurs mixtes ou vibrants (voire avec un cylindre double billes). Dans certains cas, l'utilisation d'un compacteur à pneus peut être envisagée. L'enrobé peut donc être chauffé avant l'épandage, c'est-à-dire avant ou après le transport sur le lieu d'application, s'il y a lieu, qu'il y ait ou non une phase de stockage.

Les liants hydrocarbonés constituant les agrégats d'enrobés peuvent être naturels ou de synthèse. Le liant est généralement un liant hydrocarboné choisi parmi les bitumes routiers, les bitumes purs, les bitumes modifiés par des polymères et toutes les combinaisons de ces

bitumes. Sont également admis comme bitumes ou liants hydrocarbonés au sens de l'invention les liants d'origine végétale tels que le Végécol®, commercialisé par la société Colas et décrit dans la demande de brevet FR 2 853 647, les liants de synthèse d'origine pétrolière tels que la gamme des liants Bituclair® commercialisée par la société Colas.

5 Les bitumes modifiés par des polymères sont définis par la norme NF EN 125291 et le document "Guide Technique : emploi des liants modifiés, des bitumes spéciaux et des bitumes avec additifs en techniques routières" publié par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées LCPC ISSN 1151 - 1516 ISBN 2-7208-7140-4). Parmi les polymères utilisables pour modifier les bitumes, on peut citer les copolymères styrène-butadiène, les copolymères styrène-isoprène, les copolymères éthylène-acétate de vinyle (EVA), les terpolymères, tel que par
10 exemple le composé d'une chaîne éthylénique avec des groupements fonctionnels d'acrylate de butyle et de glycidyl acrylate de méthyle qui assure une bonne stabilité au mélange bitume/polymère, les élastomères et les plastomères permettant une amélioration importante des résistances à la fissuration et à l'orniérage.

15 De façon avantageuse, la teneur moyenne en liant des agrégats d'enrobé, mesurée selon la norme EN 12697-1, est supérieure ou égale à 3,5% en poids, de préférence, supérieure ou égale à 4,8% en poids, et mieux supérieure ou égale à 5% en poids, par rapport aux poids des granulats provenant de l'agrégat d'enrobé.

La teneur moyenne en liant dans les agrégats d'enrobés mesurée selon la norme EN
20 12697-1 peut également être comprise entre 4 à 10 %, de préférence de 4,5 à 6,5 % en poids par rapport au poids des granulats provenant de l'agrégat d'enrobé.

L'invention est illustrée par les exemples suivants. A défaut d'indication, les pourcentages utilisés dans les exemples sont en masse.

25 Exemples

I. Exemples d'émulsions de liant de régénération pouvant être utilisées dans les procédés de l'invention

Liant de régénération	Quantité de végéflux®	Bitume esso 20/30 PJ	Tensioactifs		Autres additifs	
			nature	quantité	Nature	quantités
LR1	720 kg/t	80 kg/t	AFM : Tensioactif neutre	5 kg/t	-	-
LR2	720 kg/t	80 kg/t	TNB : polyimidazoline	2 kg/t	HCl	1,2 kg/t
LR3	720 kg/t	80 kg/t	APG : alkyle polyglucoside	5 kg/t	-	-
LR4	720 kg/t	80 kg/t	MD : polyimidazoline	4 kg/t	HCl	8,7 kg/t
LR1bis	700 kg/t	-	AFM : Tensioactif neutre	5 kg/t	-	-
LR2bis	700 kg/t	-	TNB : polyimidazoline	2 kg/t	HCl	1,2 kg/t

30 Les émulsions comprennent de l'eau en quantité suffisante pour fabriquer 1 tonne d'émulsion.

Dénomination :		1	2	3	4	1bis	2bis
Concentration de l'émulsion en liant régénérant	%	80	80	80	80	70	70
LIANT	Kg/t	800	800	800	800	700	700
Végéflux®	%	90	90	90	90	100	100
Bitume 10/20 Esso	%	10	10	10	10	0	0
PHASE AQUEUSE	Kg/t	200	200	200	200	300	200
- Glucopon 650 EC	Kg/t	-	-	5	-	-	-
- tensioactif aminé TNB* (75% matières végétales)	Kg/t	-	2	-	-	-	2
- MD	Kg/t	-	-	-	10	-	-
- Acide chlorhydrique 32%	Kg/t	-	1,2	-	8	-	1,2
- AFM	Kg/t	5	-	-	-	5	-
Granulométrie laser MOPCST EM-005	µm	8,2	3,8	4,6	22,	-	-
Diamètre médian	µm	0,5	0,2	0,3	1	-	-
Déviatation standard (log 10)		9	2	7	0,6 4		
PH phase aqueuse NF EN 12850 (02)		-	-	-	-	7,11	2,48
PH Émulsion NF EN 12850 (02)		2,4	2,6	4,1 4	4,2 6	2,5	2,5
IREC – manuel – Sikaisol – NF EN 13075-1 (02)							
Classe (EN13808) : classe 3	g	58	55	53	59	69	62
Pseudo viscosité STV EN 12846 (02)							
(classe EN 13808)	s	28	71	28	67	-	-
Température	°C	40	40	40	40	-	-
orifice	mm	2	2	2	2	-	-

II. Procédé selon la voie A

a. Matériaux de départ

5

Liant de régénération	RH 2008-01	RH2008-2
Végéflux®	100%	70%
Mélange d'Asphaltène	-	30%

% en masse par rapport à la masse totale du liant de régénération

b. Procédé d'application

Propriétés	Témoin		RH 2008-01		RH2008-2	
I. Application uniforme sur la surface de carottes prélevées à un dosage de 0,283 l / m².						
Dosage de liant de régénération	-		0,283 l / m²		0,283 l / m²	
Masse appliquées (g)	0	0	4,7	4,7	4,8	4,8
II. Evaluation du ramollissement de la chaussée après traitement						
A. Pénétration (D 5602 modifiée à 25 °C)						
Avant traitement	0,013	0,017	0,011	0,015	0,022	0,019
1 hr après traitement	0,013	0,017	0,017	0,016	0,014	0,017
Après une semaine en conditionnement	0,012	0,014	0,015	0,014	0,018	0,017

Propriétés		Témoïn		RH 2008-01		RH2008-2	
B. Photographies (figure 1)							
Avant traitement				a		d	
1 hr après traitement				b		e	
Après une semaine en conditionnement				c		f	
III. Couche supérieure (épaisseur 6,4mm) : Propriété du liant extrait et récupéré							
A. Masse et mesure (D 3509)							
Masse		257,0	236,4	283,7	275,2	223,7	274,5
épaisseur		0,252	0,238	0,272	0,267	0,239	0,265
B. Extraction au Toluène (D 2172) Centrifuge							
Masse du liant extrait (g)		13,3	13,2	16,0	15,9	12,7	16,0
Masse de granulat après extraction		244,2	224,3	268,7	259,8	223,7	274,2
% liant		5,2	5,2	5,6	5,8	5,7	5,8
IV. Tests sur le liant récupéré à partir des 2 tranches de carotte de la couche supérieure							
DSR (1 rad/s), G*, kPa / δ, ° (AASHTO T 315)	58 °C	3,092 / 53,1		0,206 / 68,5		0,141 / 76,6	
	60 °C	2,604 / 53,1		0,168 / 70,3		0,113 / 78,2	
	64 °C	1,836 / 53,5		0,110 / 74,2		0,073 / 73,0	
Viscosité Dynamique (AV), P		26 040		1 675		1 129	
V. Seconde couche supérieure (épaisseur 6,4mm) : Propriété du liant extrait et récupéré							
A. Masse et mesure (D 3509)							
Masse		227,9	262,5	270,7	265,6	282,7	257
épaisseur		0,219	0,251	0,257	0,254	0,275	0,248
B. Extraction au Toluène (D 2172) Centrifuge							
Masse du liant extrait (g)		12,3	14,5	14,8	15,1	15,9	14,0
Masse de granulat après extraction		215,6	248,3	255,9	250,5	266,8	243
% Binder		5,4	5,5	5,5	5,7	5,6	5,4
VI. Tests sur le liant récupéré à partir des 2 tranches de carotte de la seconde couche							
DSR (1 rad/s), G*, kPa / δ, ° (AASHTO T 315)	58 °C	4,11 / 52,7		2,705 / 52,3		2,633 / 54,4	
	60 °C	3,406 / 52,6		2,304 / 52,2		2,251 / 54,5	
	64 °C	2,367 / 52,7		1,643 / 52,7		1,580 / 55,3	
Viscosité Dynamique (AV), P		34 060		23 40		22 560	

Les deux liants de régénération testés appliqués selon un dosage de 0,283 l/m², permettent une récupération de la viscosité supérieure au 20% minium requis:

- supérieure à 90% pour le liant de la couche supérieure d'épaisseur de 6,4 mm (« top ¼" layer »),
- supérieure à 30% pour le liant de la couche située sous la couche supérieure dont l'épaisseur est également de 6,4 mm (« second ¼" layer »).

Propriétés		Témoin	% de réduction de la viscosité couche supérieure d'épaisseur de 6,4 mm		% de réduction de la viscosité seconde couche d'épaisseur de 6,4 mm	
			RH 2008-01	RH 2008-02	RH 2008-01	RH 2008-02
DSR (1 rad/s), G*, kPa / δ , ° (AASHTO T 315)	58 °C	3,092 / 53,1	93,3	95,4	34,1	34,8
	60 °C	2,604 / 53,1	93,5	95,7	32,6	33,8
	64 °C	1,836 / 53,5	94	96	30,6	33,2
Viscosité Dynamique P	60 °C	26 040	93,6	95,7	32,4	33,8

Cet essai permet d'évaluer la modification des propriétés rhéologiques et notamment la réduction du module complexe. Après avoir tracé les courbes $G^*=f(\text{température})$, des valeurs sont relevées à 4 températures différentes, pour chaque échantillon.

L'application des liants régénérant ne modifie pas la dureté de la chaussée telle que mesurée selon la norme ASTM D 5602 modifié pour les chaussées. Aucun ramollissement de la surface n'a été observé.

Les résultats obtenus démontrent que les deux liants de régénération pénètrent sous la couche supérieure de 6,4 mm et la seconde couche de 6,4 mm.

Les procédés standards de récupération des liants montrent que les composants des liants de régénération à haut point de fusion ne s'évaporent pas facilement.

III. Procédé selon la voie B

a. Matériaux de départ

Agrégats d'enrobés

Fraisats	A	B	C
granulométrie des fraisâts	0/20	0/10	0/10
teneur en bitume	3,8%	5,2%	4,8%
pourcentage d'eau	3,4%	3%**	4,5%

* en masse par rapport aux poids total des agrégats)

** 2% agrégat + 1% ajout

Tamis (mm)	20	14	12,5	10	8	6,3	4	2	1	0,50	0,063
Fraisat A % passant Avant désenrobage	99	83	-	51	-	23	13	6	2	0,7	0,1
Fraisat A % passant Après désenrobage	100	94	-	77	-	51	39	29	22	18	8,5
Fraisat B % passant Après désenrobage	100	100	100	98	84	69	52	38	28	21	8,5
Fraisat C % passant Après désenrobage	100	98	95	87	76	64	52	41	29	22	10,6

Le désenrobage consiste à enlever le liant et à récupérer les granulats issus des agrégats d'enrobés.

Liant de régénération

5

Liant de régénération comprenant 100% en poids de végéflux® présentant les caractéristiques suivantes :

- Teneur en eau NF T 60-113 % < 0,5,
- Densité relative à 25°C ISO 3838 / 0,88 à 0,98,

10

- Viscosité à 40°C mm²/s 7 à 11,
- Point éclair Cleveland EN ISO 2592 > 160°C

b. Formulation des enrobés

- 15 Les enrobés testés sont obtenus par mélange avec le liant de régénération selon des proportions différentes.

Formule	Témoin A	Témoin B	Témoin C	Enrobé 1	Enrobé 2	Enrobé 3	Enrobé 4	Enrobé 5
Fraisât	A : 100%	B : 100%	B : 100%	A : 99,5%	A : 99,3%	A : 99,0%	B : 99,5%	C : 99,75%
Végéflux®	0%	0%	0%	0,5%	0,7%	1,0%	0,5 %	0,25%

c. Propriétés

- 20 Qualité d'enrobage : La figure 2 illustre pour les trois enrobés 1 à 3 de l'invention la qualité de l'enrobage à 20 et 60 °C. L'enrobage est réalisé par mélange du liant de régénération et des fraisâts à la température indiquée. Sur chaque photographie de la figure 2, l'enrobé à gauche a été enrobé à 20 °C et l'enrobé à droite a été enrobé à 60 °C.

Formule	Enrobé 1	Enrobé 2	Enrobé 3
qualité d'enrobage à 20 °C	bonne	Mieux que pour E1	très bonne
qualité d'enrobage à 60 °C	léger désenrobage	léger désenrobage	pas de désenrobage
maniabilité après 4 heures	Maniabilité	bonne	excellente

Evaluation de la tenue à l'immersion selon l'essai Duriez : Selon cet essai des éprouvettes Duriez dilatées avec sont fabriquées à 20°C réchauffée et éventuellement remalaxée 30 secondes à 60°C ou à 80°C. Les conditions de moulage sont celles décrites dans la Norme NF P 98-251-4, modalité 1 ou 2, avec une charge de compactage de 40KN ou 60 KN pour accroître le caractère discriminant de l'essai. Les conditions de conservation sont de 14 jours à 18°C et 50% d'humidité pour l'essai de compression dans l'air et de 7 jours à 18°C et 50% d'humidité et 7 jours dans l'eau à 18°C pour l'essai de compression dans l'eau. Le rapport de la résistance après immersion à la résistance à sec donne la tenue à l'eau du mélange.

Essai Presse à Cisaillement Giratoire (PCG) : le but de l'essai est d'étudier le comportement au compactage des enrobés hydrocarbonés. Cet essai est défini dans la norme NF EN 12697-31. Il consiste à mesurer la hauteur de l'éprouvette pour en déduire l'évolution de la teneur en vides V en fonction du nombre de giration. Les essais sont réalisés avec des moules de 160 mm, une charge verticale de 0,6MPa et une vitesse de rotation de 6 tours par minute comme pour les enrobés à froid.

Essai d'orniérage selon la norme NF EN 12697-22 : L'objectif de cet essai est de caractériser la résistance à l'orniérage des enrobés hydrocarbonés dans des conditions comparables aux sollicitations sur routes. Selon cet essai on mesure l'évolution de la profondeur d'ornière en fonction du nombre de cycles. Les essais d'orniérage sont réalisés sur des plaques d'enrobés de 5 ou 10 cm d'épaisseur, conditionnées pendant 14 ou 15 jours à 35°C.

N° Formulation	Témoin A			Enrobé 1			Enrobé 2	
Température (°C)	20	60	80	20	60	80	20	80
Duriez (mod. 2, 40KN)								
% vides géométriques	27,3	23,7	22,3	23,5	18,6	20	21,0	20,9
% vides hydrostatiques	/	18,7	17,3	18,1	15,0	15,3	15,8	16,1
R résistance à sec (MPa)	2,1	3,6	5,0	0,9	1,0	0,7	1,6	1,3
r résistance après immersion (MPa)	0,8	1,2	2,0	0,3	0,4	0,3	0,6	0,4
r/R	0,36	0,33	0,40	0,37	0,42	0,36	0,37	0,34
PCG								
100 Girations	30,0	22,0	-	20,8	16,4	-	-	-
200Girations	28,5	21,5	-	19,7	15,5	-	-	-
Pente	2,85	1,13	-	2,02	2,17	-	-	-
Orniérage à 60°C								
% vides	>30	26,4	-	-	25	16,9	-	-
% Ornière à 10000 Cycles	15,9	2,9	-	-	5,5	5,0	-	-

L'essai PCG montre une maniabilité correcte et une résistance à l'orniérage conforme.

N° Formulation	Témoin B		Enrobé 4		Témoin C		Enrobé 5		
Température (°C)	60°C	80°C	60°C	80°C	60°C	80°C	20°C	60°C	80°C
Duriez (mod. 1, 60KN)									
% vides géométriques	8,5	8,6	7,2	7,3	4,8	4,3	9,0	3,2	3,1
% vides hydrostatiques	6,7	6,5	5,8	5,7	5,1	3,5	8,3	3,6	3,0
C _D (MPa)	13,7	15,2	4,4	5,1	18,3	19,1	10,7	11,1	10,6
C _W (MPa)	8,2	8,6	2,9	3,2	12,1	13,7	5,7	7,9	7,9
C _W /C _D	60	57	65	64	66	72	53	71	75
PCG									
40 Girations	-	-	-	-	14,2	12,1	-	10,0	9,9
60 Girations	15,2	11,2	7,7	7,3	-	-	-	-	-
200 Girations	14,3	10,4	6,0	6,1	12,6	9,8	-	7,4	6,9
Pente	1,23	1,91	2,59	2,37	1,79	2,24	-	1,78	2,41
Orniérage 60°C									
Epaisseur plaque	10	10	10	10	5	5	-	5	5
% vides	15,4	10,7	6,9	4,8	17,2%	15,9%	-	13%	13,2%
% Ornière à 300 Cycles	-	-	19,0	19,3	-	-	-	-	-
% Ornière à 30000 Cycles	4,0	2,4	-	-	4,1	3,5	-	3,4	5,1

Concernant l'enrobé 4 le pouvoir fluxant élevé du liant de régénération à base de Végéflux® et la teneur en liant élevée des agrégats d'enrobés ont permis de réduire la quantité de Végéflux à 0,5%. La figure 3 compare l'enrobé témoin B illustré par la photographie de gauche et l'enrobé 4 illustré par la photographie de droite. L'enrobage est réalisé par mélange ou malaxage à 80°C. On constate une nette amélioration de l'aspect visuel de l'enrobé par l'apport de 0,5% de liant de régénération. L'enrobé 4 convient tout particulièrement aux chaussées souples à faible trafic.

Concernant l'enrobé 5 deux protocoles de mûrissement ont été étudiés :

- 14 jours à 18°C et 50% d'humidité pour l'essai de compression dans l'air et de 7 jours à 18°C et 50% d'humidité plus 7 jours dans l'eau à 18°C pour l'essai de compression dans l'eau,
- 7 jours à 35°C plus 7 jours à 18°C et 50% d'humidité pour l'essai de compression dans l'air et de 7 jours à 35°C plus 7 jours dans l'eau à 18°C pour l'essai de compression dans l'eau.

Les enrobés ont été fabriqués à 20°C, réchauffés et re-malaxés 30s à 60°C ou 80°C. L'aspect visuel de tous les produits testés était satisfaisant (bonne qualité d'enrobage)

N° Formulation		Témoins C		Enrobé 5		
Série DURIEZ		A	B	H	E	F
Température (°C)		60	80	20	60	80
Mûrissement 7 Jours 18°C	% vides géométriques	4,8	4,3	9,0	3,2	3,1
	% vides hydrostatiques	5,1	3,5	8,3	3,6	3,0
	R (MPa)	18,3	19,1	10,7	11,1	10,6
	r (MPa)	12,1	13,7	5,7	7,9	7,9
	r/R (%)	66	72	53	71	75
Mûrissement 7 Jours 35°C	% vides géométriques	4,8	4,3	9,0	3,2	3,1
	% vides hydrostatiques	5,1	3,5	8,3	3,6	3,0
	R (MPa)	19,4	19,9	12,8	12,4	11,7
	r (MPa)	14,3	15,8	7,1	9,1	8,9
	r/R (%)	74	80	55	74	76

Un mûrissement de 7 jours à 35°C au lieu de 7 jours à 18°C, a amélioré les performances mécaniques et les tenues à l'eau de tous les produits. Pour la formule 100 % agrégats, ces résultats confirment l'intérêt de chauffer le produit à 80°C, pour améliorer la maniabilité et les performances. On obtient des performances proches de celle d'un enrobé au 35/50.

Les essais d'orniérage pour l'enrobé 5 ont été réalisés sur des plaques de 5 cm d'épaisseur pour regarder la conformité des produits vis-à-vis de l'avant propos de la norme NF EN 13108-1 avec un BBMC de classe 2, soit moins de 15% à 10000 cycles. Ces essais confirment le bon comportement de l'enrobé à l'orniérage.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de recyclage ou de rénovation d'une chaussée vieillie caractérisé en ce que l'on utilise un liant de régénération comprenant au moins un composé à base de matières grasses d'origine naturelle comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées, ces matières grasses d'origine naturelle ayant subi au moins une réaction de fonctionnalisation chimique ayant introduit au moins un groupe fonctionnel oxygéné.

2. Procédé de recyclage ou de rénovation selon la revendication 1 caractérisé en ce que le liant de régénération comprend en masse par rapport à la masse totale du liant de régénération :

- au moins 50%, en masse de composé à base de matières grasses d'origine naturelle,
- 0 à 50% en masse de bitume,
- 0 à 10% en masse d'additifs.

3. Procédé de recyclage ou de rénovation selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le composé à base de matières grasses d'origine naturelle est choisi parmi les dérivés de tallol estérifiés et époxydés et les esters d'acides gras monoinsaturés et polyinsaturés comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées linaires de 8 à 20, de préférence de 16 à 20 atomes de carbone.

4. Procédé de recyclage ou de rénovation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le liant de régénération est appliqué directement sur une chaussée vieillie n'ayant subi aucune étape de fraisage ou de concassage.

5. Procédé de recyclage ou de rénovation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

- on dispose d'au moins une partie fraisée ou concassée d'une couche de chaussée vieillie sous forme d'agréats d'enrobé,
- lesdits agréats d'enrobé sont mélangés avec le liant de régénération, sur place ou en poste pour former un enrobé hydrocarboné,
- l'enrobé est mis en œuvre pour former une nouvelle couche de chaussée.

6. Procédé de recyclage ou de rénovation selon la revendication 5 caractérisé en ce les agréats d'enrobé sont mélangés avec le liant de régénération à une température supérieure à 100°C.

7. Liant de régénération comprenant en masse par rapport à la masse totale du liant de régénération :

- au moins 50% en masse de composé à base de matières grasses d'origine naturelle, comprenant des chaînes grasses hydrocarbonées, ces matières grasses d'origine naturelle ayant subi au moins une réaction de fonctionnalisation chimique ayant introduit au moins un groupe fonctionnel oxygéné,
- 1 à 30% en masse de bitume de préférence choisi parmi les bitumes de grade 10/20 ou 20/30,
- 0 à 10% en masse d'additifs de préférence choisis parmi les agents de modification tels que les polymères, les tensioactifs, les agents modificateurs de pH.

8. Emulsion de liant de régénération comprenant en kg/t d'émulsion :

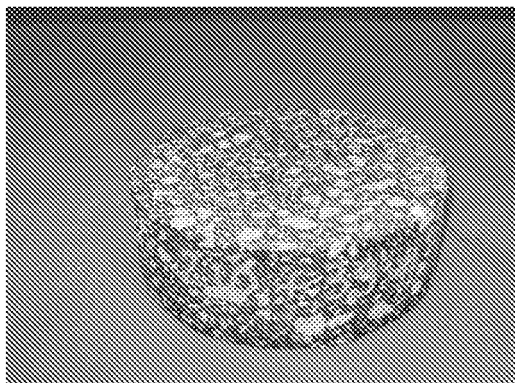
- 500 à 900 kg/t de liant de régénération tel que défini selon la revendication 7,
- le complément d'eau pour la préparation d'une tonne d'émulsion.

9. Enrobé hydrocarboné pour revêtement routier comprenant des granulats, un liant hydrocarboné et éventuellement des additifs caractérisé en ce qu'il comprend en masse par rapport à la masse totale de l'enrobé hydrocarboné :

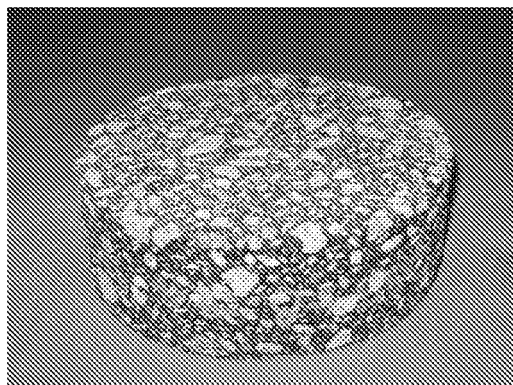
- au moins 80% en masse d'agréats d'enrobés,
- 0,1 à 2% en masse d'un liant de régénération selon la revendication 7,
- 0 à 15 % en masse d'additifs.

10. Enrobé hydrocarboné selon la revendication 9 caractérisé en ce que les granulats sont composés d'au moins 80% en masse des granulats provenant des agrégats d'enrobés par rapport à la masse totale des granulats de l'enrobé.

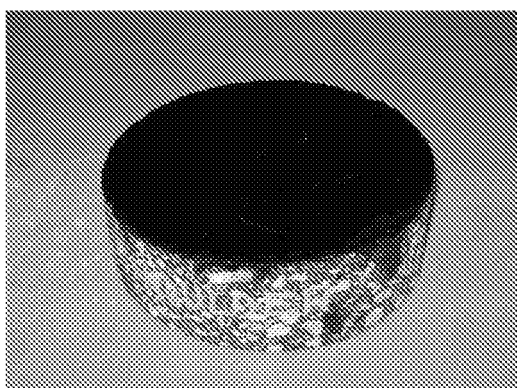
Fig .1



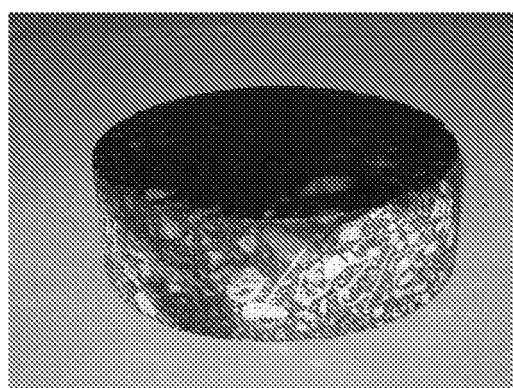
(a)



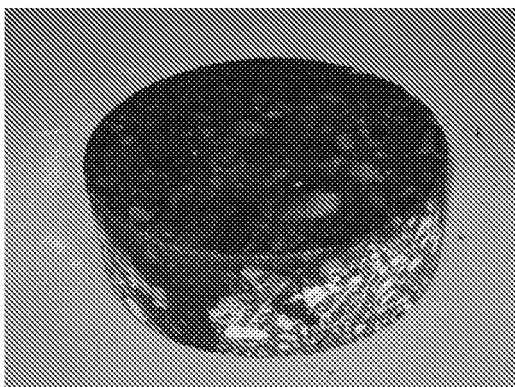
(d)



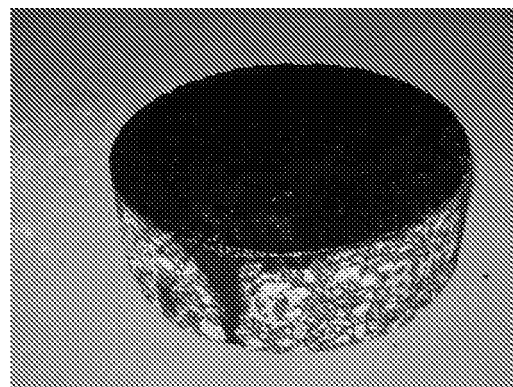
(b)



(e)



(c)



(f)

2/3

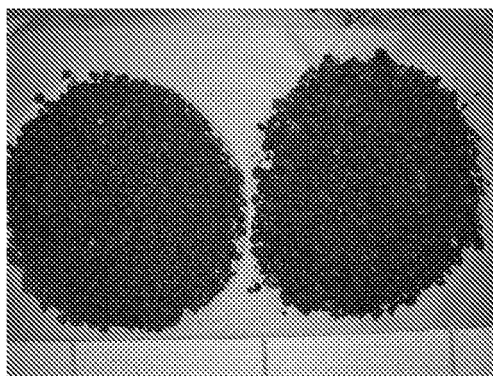
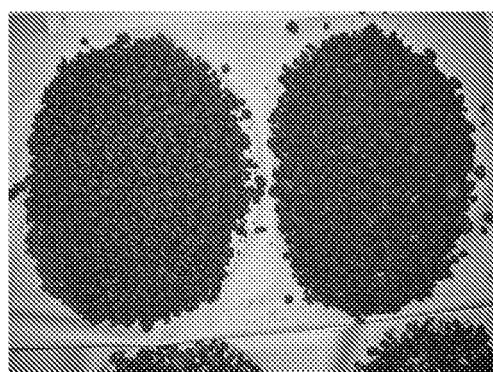
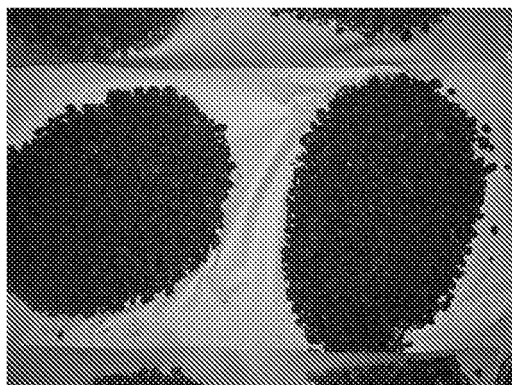
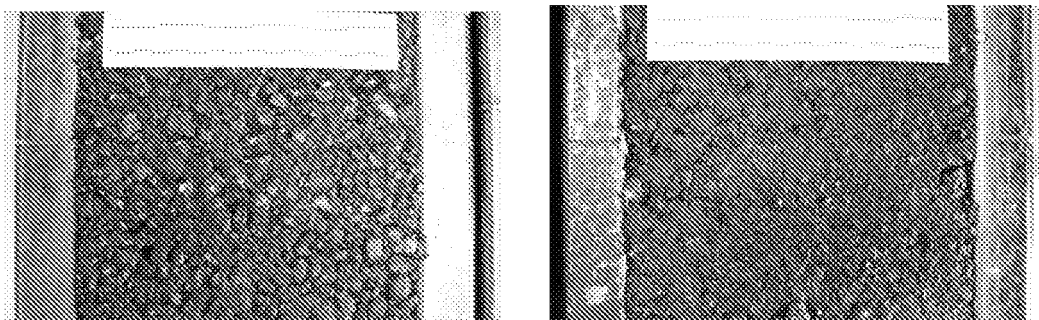
Fig. 2***Enrobé 1******Enrobé 2******Enrobé 3***

Figure 3



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 751836
FR 1155108

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		
X	"Liant Anhydre Fluxé, Végéflux R", , 1 juin 2008 (2008-06-01), pages 1-6, XP55017761, Boulogne-Billancourt Cedex Extrait de l'Internet: URL:http://www.colas.com/fichiers/fckedito r/File/pdf/produit/vegefluxR_1[1].pdf [extrait le 2012-01-27]	1-4,7-10	C08L91/00 C08L95/00 E01C7/18 E01C23/06
Y	* le document en entier *	5,6	
Y	"Innovative Practices for Greener Roads", International Road Federation, 1 janvier 2009 (2009-01-01), pages 1-57, XP55017576, Geneva Extrait de l'Internet: URL:http://www.irfnet.ch/files-upload/pdf- files/IRF_BP_Environment_Web.pdf [extrait le 2012-01-26]	5,6	
A	* le document en entier *	1-4,7-10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	Steve Phillips: "Strategic European Road Research Programme & Future Vision", , 1 novembre 2003 (2003-11-01), pages 1-31, XP55017961, Extrait de l'Internet: URL:http://www.e-core.org/content/workshop s/nov03/phillips.pdf [extrait le 2012-01-31]	5,6	C08L
A	* le document en entier *	1-4,7-10	
X	EP 2 135 851 A1 (COLAS SA [FR]) 23 décembre 2009 (2009-12-23) * le document en entier *	1-10	
-/--			
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
31 janvier 2012		olde Scheper, Bernd	
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			



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 751836
FR 1155108

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		
E	FR 2 954 363 A1 (COLAS SA [FR]) 24 juin 2011 (2011-06-24) * le document en entier *	1-10	
X	EP 0 900 822 A1 (SAADA SA [FR] APPIA [FR]) 10 mars 1999 (1999-03-10) * le document en entier *	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
31 janvier 2012		olde Scheper, Bernd	
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 1155108 FA 751836

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 **31-01-2012**

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
EP 2135851	A1	23-12-2009	CA 2669697 A1	20-12-2009
			EP 2135851 A1	23-12-2009
			FR 2932797 A1	25-12-2009
			US 2009318602 A1	24-12-2009

FR 2954363	A1	24-06-2011	AUCUN	

EP 0900822	A1	10-03-1999	AT 262004 T	15-04-2004
			CA 2256045 A1	15-06-2000
			DE 69822385 D1	22-04-2004
			DE 69822385 T2	17-02-2005
			DK 0900822 T3	09-08-2004
			EP 0900822 A1	10-03-1999
			ES 2217519 T3	01-11-2004
			FR 2768150 A1	12-03-1999
			PT 900822 E	31-08-2004
			US 6156113 A	05-12-2000
