

www.brrc.be

Auteurs

Luc De Bock

I.debock@brrc.be

Nathalie Pierard *n.pierard@brrc.be*

Stefan Vansteenkiste s.vansteenkiste@brrc.be

Ann Vanelstraete a.vanelstraete@brrc.be

Janvier 2020

© CRR – Tous droits réservés.

Editeur responsable: Annick De Swaef, Boulevard de la Woluwe 42, 1200 Bruxelles.

▶ 1 Introduction

1.1 Objet de ce dossier

Dans ce dossier, nous analyserons les différents types de produits en développement ou déjà disponibles sur le marché comme régénérants pour le recyclage de l'enrobé.

Nous proposons une catégorisation par classes ou groupes, afin d'évaluer les facteurs de réussite et de risque. Pour chaque groupe, nous donnons quelques exemples de produits commercialisés.

Pour la catégorisation en groupes, nous nous basons surtout sur la nature et l'origine du produit. Pour chaque groupe, une analyse des différents produits régénérants est ensuite réalisée, comprenant les points positifs et négatifs des différentes familles, en mettant l'accent sur les éléments suivants:

- origine et procédé de production;
- composition chimique;
- fonctionnement;
- disponibilité et expériences pratiques;
- hygiène environnementale, sécurité au travail et aspects spécifiques liés au développement durable tels que les émissions et la lixiviation.

Les aspects d'hygiène environnementale et de sécurité au travail (repris sous l'abréviation HSE, health, safety, environment) sont souvent étroitement liés. Ainsi, les émissions sont d'une part évaluées sur base de leur impact sur la santé humaine à la fois des travailleurs et des personnes à proximité et, d'autre part sur base de leur impact sur l'environnement naturel et bâti.

Les aspects environnementaux, de santé et de sécurité de l'utilisation des régénérants lors du recyclage des enrobés constituent donc un élément essentiel de l'évaluation du recyclage des enrobés dans un contexte plus large de développement durable.

Par ailleurs, ce dossier n'abordera pas les performances mécaniques de ces produits; cet aspect sera abordé ailleurs, par exemple dans le projet de recherche Re-RACE¹ du CRR. L'étude bibliographique approfondie réalisée dans le cadre de ce projet de recherche a également été utile pour la rédaction du présent document.

1.2 Qu'est-ce qu'un produit régénérant et à quoi cela sert-il?

Les débris d'enrobés bitumineux des routes peuvent être réutilisés avec succès comme matière première d'un nouvel enrobé grâce à leur recyclage sous forme d'agrégats d'enrobés bitumineux (AEB). A ce niveau, les caractéristiques de l'ancien bitume jouent un rôle très important. Les agrégats d'enrobés bitumineux sont en effet plus qu'une fraction de pierre et de sable de couleur noire (*black rock*); les caractéristiques du liant bitumineux représentent une fraction au moins aussi importante et ont une influence qualitative majeure sur la réussite ou non du processus de recyclage de l'enrobé.

Rejuvenation of Reclaimed Asphalt in a Circular Economy (Re-RACE) – projet de recherche prénormatif du Centre de recherches routières, 2 biennales (du 1/06/2017 au 31/05/2019 et du 1/06/2019 au 31/05/2021), avec le soutien de l'Etat fédéral (via le Bureau de Normalisation – NBN et le SPF Economie) [1] [2] [21].

Cela sera d'autant plus important que le degré de recyclage (taux de recyclage) est élevé ou en cas de recyclage multiple, où les agrégats d'enrobés bitumineux recyclés proviennent d'un enrobé contenant lui-même déjà des AEB recyclés.

Malgré plusieurs décennies d'expérience et de recherche, de nombreuses questions subsistent concernant les aspects qualitatifs du liant recyclé et sur la manière de l'améliorer, notamment en vue d'applications de qualité supérieure (par exemple, dans les couches de roulement), de taux de recyclage plus élevés et de recyclages multiples. Dans ces cas, le «vieillissement» du bitume utilisé joue un rôle clé. Ce sont des cas typiques dans lesquels l'incorporation de produits régénérants est recherchée.

Au cours de sa vie, l'enrobé est exposé à certaines agressions physicochimiques et mécaniques qui entraînent une réduction des performances. Le liant bitumineux subit entre autres un processus de vieillissement dû à l'oxydation par le contact avec l'oxygène atmosphérique, ce qui peut avoir pour conséquence une baisse de performance de certaines propriétés dans le temps. Cette baisse se traduit par une viscosité, une rigidité et une fragilité croissantes du matériau et une moins bonne capacité de réparation (diminution de la flexibilité ou de la recouvrance élastique). Au niveau de l'enrobé, cela signifie de plus grands risques de fissuration et de défauts de fatigue ainsi qu'une moindre ouvrabilité des enrobés contenant des agrégats d'enrobés bitumineux.

Si ces procédés continuent au fil du temps, les bitumes peuvent perdre leurs propriétés fonctionnelles et l'AEB est réduit à du simple *black rock*.

Sur le plan chimique, le vieillissement oxydatif se traduit par un changement de la composition générique du liant. Dans ce cadre, le terme de «fractions SARA» est couramment utilisé (figure 1). SARA est un, acronyme en anglais pour «Saturates, Aromatics, Resins, Asphaltenes» (composants saturés, compo-

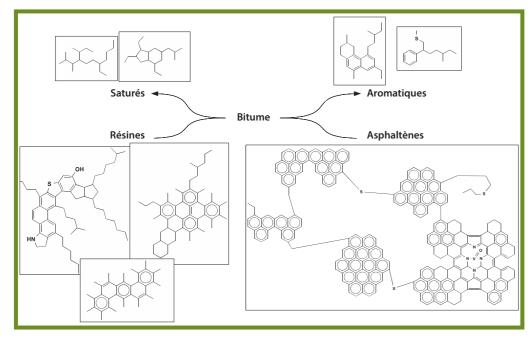


Figure 1 – Composants essentiels du bitume et quelques exemples de leurs structures types moléculaires (source: [3])

sants aromatiques, résines et asphaltènes), qui fait référence aux quatre sous-familles ou éléments principaux des bitumes. Les trois premières sous-familles (composants saturés, composants aromatiques et résines) sont reprises sous le nom de groupe «maltènes» ou «fraction des maltènes».

En utilisant une technique de séparation chromatographique basée sur la différence de polarité des différentes sous-familles, tant les maltènes que les asphaltènes, les fractions SARA peuvent être déterminées quantitativement.

La proportion relative de ces différentes sous-familles donne des informations détaillées concernant la structure colloïdale (sol-gel) d'un liant. Ainsi, le vieillissement est corrélé avec une augmentation de la fraction des asphaltènes, et ce au détriment de la fraction des maltènes, avec pour résultat une structure de plus en plus «gel» du liant (figure 2). Cet ordonnancement croissant de la structure colloïdale de la matrice bitumineuse est appelé *steric hardening* [4]. Tant l'augmentation de la fraction des asphaltènes que l'ordonnancement croissant se manifeste par une viscosité augmentée du liant bitumineux.

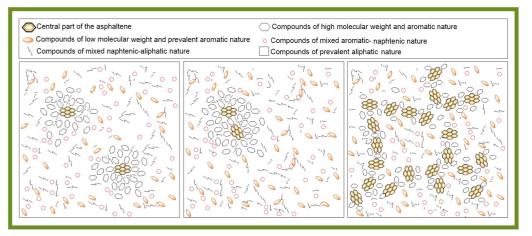


Figure 2 – Représentation schématique de la structure sol-gel du bitume (source: [5]): type «sol» (à gauche), micelles d'asphaltènes floculées (au centre), type «gel» (à droite)

Traditionnellement, dans le cadre du recyclage des enrobés, l'objectif est de réduire la viscosité élevée de l'ancien liant en ajoutant une dose de nouveau bitume plus mou (celui-ci a une viscosité faible et un indice de pénétration ou PEN élevé). En Belgique, le dosage en bitume mou est calculé à l'aide de la règle de mélange classique (règle logarithmique PEN²) partant de l'Indice PEN souhaité du bitume mixte (ancien et nouveau ensemble) dans l'enrobé contenant de l'AEB.

Comme alternative à cette solution reposant sur le bitume mou, le secteur cherche d'autres moyens qui, outre cet effet sur la viscosité, pourraient combiner d'autres effets positifs: les produits appelés **régénérants** [6].

Un régénérant est un additif qui est ajouté aux agrégats d'enrobés bitumineux recyclés dans le but d'interagir avec l'ancien liant et d'assurer ainsi, dans la mesure du possible, une régénération et une restauration de ses caractéristiques originales. Le régénérant a donc un effet positif sur les propriétés

où $b_0 + b_n = 100$.

La relation entre les valeurs PEN de l'ancien liant, du nouveau liant et du mélange en résultant peut être calculée comme suit: $\log pen_m = (b_0/100)x \log pen_0 + (b_n/100)x \log pen_n$, où $pen_m = valeur$ PEN du mélange des liants, $pen_0 = valeur$ PEN de l'ancien liant, $pen_n = valeur$ PEN du nouveau liant et $b_0 = pourcentage$ de l'ancien liant, $b_n = pourcentage$ du nouveau liant; b_0 et b_n sont des nombres (entiers) de 0 à 100,

empiriques et rhéologiques (de l'ancien liant, et donc du mélange d'ancien et de nouveau liant) sans toutefois pouvoir annuler l'oxydation de l'ancien liant qui est irréversible.

Le régénérant est utilisé pour adapter et améliorer les propriétés physiques et chimiques du liant vieilli. L'objectif est de rendre le mélange à base d'AEB recyclé plus souple, d'améliorer l'adhésion entre les agrégats et le bitume, de diminuer la viscosité et de rendre au liant les performances partiellement perdues en raison du processus de vieillissement [7].

Il existe une large gamme de produits régénérants sur le marché (voir plus loin dans ce dossier). Dans les grandes lignes, le fonctionnement de ces additifs porte sur l'un ou plusieurs des effets suivants (que nous indiquerons dans la suite de ce texte par les codes A, B et C).

A) Effet de plastifiant / baisse de la viscosité

Comme les régénérants se présentent physiquement sous la forme d'une huile, leur ajout entraîne toujours une baisse de la viscosité (de la fraction des maltènes) du bitume vieilli. La viscosité du régénérant et du nouveau liant doit être telle que l'ensemble du produit régénérant + l'ancien bitume + le nouveau bitume atteint finalement la viscosité adéquate dans le mélange. Cet effet peut être considéré comme un ramollissement de l'ancien liant. Parallèlement à cela, un effet de lubrification ou réduction de la friction (*lubrification*) peut également se produire, car l'ajout d'un produit liquide améliore par son pouvoir mouillant (*wettability*) l'ouvrabilité des agrégats dans l'enrobé.

B) Effet de compensation dans la composition chimique (rapport maltènes/asphaltènes)

Les régénérants issus de la pétrochimie sont riches en aromatiques et restaurent ainsi l'équilibre dans la composition générique (fractions SARA) d'un liant vieilli en enrichissant à nouveau la fraction des maltènes.

C) Effet d'agent dispersant

Certains régénérants agissent comme dispersants et sont donc en mesure de rompre les interactions/ associations entre les asphaltènes présents en grande quantité (suite à l'oxydation). Leur action peut, dans ce cas, être considérée comme une «remobilisation» d'un liant vieilli.

Dans la littérature anglophone, les effets précités sont parfois différenciés en utilisant les termes *softening agents* pour les plastifiants (code A ci-dessus) et *recycling agents* pour les additifs qui interviennent également sur la composition chimique (code B ci-dessus) et/ou la structure de la matrice bitumineuse (code C ci-dessus). Parfois, ces concepts sont utilisés indifféremment, mais plusieurs auteurs insistent sur le fait qu'il faut clairement faire la différence entre ces termes [8, 9].

L'application actuelle de bitumes mous utilise également l'effet de réduction de la viscosité des liants pauvres en asphaltènes.

La plupart du temps, les détails précis concernant la composition chimique et le principe de fonctionnement des différents régénérants potentiels ne sont pas révélés par les producteurs et restent un secret d'entreprise bien gardé et protégé.

Pour déterminer le dosage en régénérant, il convient de tenir compte, entre autres, des caractéristiques tant de l'ancien liant que du régénérant, ainsi que de la règle de calcul pour leur mélange (blendline). Le dosage en régénérant doit être telle que le liant (composé de l'ancien et du nouveau bitume et du régénérant) ait la viscosité appropriée pour obtenir un enrobage complet des granulats et une bonne homogénéité au sein du nouvel enrobé.

La manière dont le produit est ajouté dans la centrale d'enrobage joue également un rôle. En théorie, les possibilités pour ce faire sont nombreuses (figure 3).

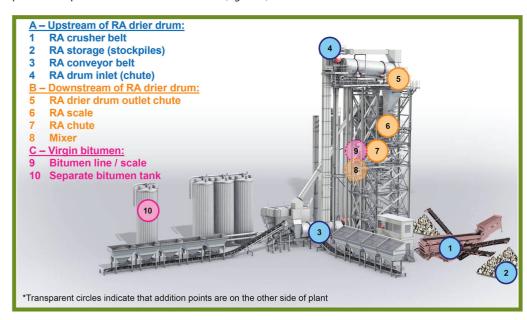


Figure 3 – Représentation schématique des différentes manières et des différents endroits pour l'ajout d'un produit régénérant lors de la production d'un enrobé (source: [10])



Figure 4 – Ajout de produit régénérant aux AEB sur le tapis convoyeur à l'aide d'un dispositif de pulvérisation (source: CRR [21])

Cependant, les principales méthodes utilisées en pratique sont les suivantes:

- l'ajout contrôlé du régénérant préalablement mélangé au bitume (mélange effectué par le fournisseur de bitume) via la conduite de bitume (le numéro 10 sur la figure 3);
- l'ajout contrôlé via une conduite séparée directement dans le malaxeur (le numéro 8 sur la figure 3);
- l'ajout ou la nébulisation en plein air au moyen d'un dispositif de pulvérisation (dosage volumétrique) du régénérant pur sur le tapis convoyeur d'agrégats d'enrobés bitumineux vers le tambour sécheur ou vers le tambour parallèle dans la centrale d'enrobage (figure 4) (le numéro 3 sur la figure 3).

Classification en fonction de l'origine des produits

Compte tenu de la finalité des régénérants (à savoir la compensation de la détérioration des caractéristiques de l'ancien bitume), de la nécessité de compatibilité de ces produits avec le bitume (l'ancien et le nouveau liant pour l'enrobé avec AEB recyclés) mais aussi avec les composants minéraux de l'enrobé, les chercheurs se sont intéressés à un large éventail de substances et produits d'origines diverses en vue de développer de potentiels régénérants.

Afin de pouvoir y distinguer une certaine structure, les différents produits sont répartis ci-après en catégories basées sur l'origine ou la provenance des produits.

De manière plus spécifique, nous trouvons dans la littérature différentes sortes de produits régénérants qui peuvent être listés comme suit:

- les extraits aromatiques et les huiles naphténiques, spécialement distillés du pétrole brut;
- les huiles d'origine biologique, directement extraites de la production végétale (agro-industrie ou sylviculture) ou spécialement développées à cette fin (produits dérivés; engineered bio-based oils);
- toutes sortes d'huiles et de matières grasses recyclées et transformées de l'industrie alimentaire ou d'activités industrielles (huiles pour machines et moteurs);
- une catégorie résiduelle comprenant les additifs spécifiquement développés.

D'une manière générale, en ce qui concerne leur origine, nous pouvons les diviser en «dérivés pétrochimiques» d'une part (comme c'est également le cas du bitume) et en «produits alternatifs d'origine végétale ou biologique» d'autre part.

Il est également possible de classer ces produits en substances produites directement et celles issues du recyclage de matières utilisées auparavant à d'autres fins.

La combinaison de ces deux approches conduit à une répartition en quatre quadrants (complétés par une catégorie résiduelle), comme le présente le tableau 1 ci-dessous.

Origine	Première fabrication ou extraction	Recyclage de déchets
lssu de la pétrochimie / du pétrole	Extraits aromatiques et huiles naphténiques provenant du pétrole	Waste-derived oils: recyclage d'huiles pour machines
Végétal / biologique	4) Huiles d'origine végétale issues de l'agro-industrie 5) Engineered bio-based oils (p. ex. dérivés d'huile de tall)	Waste-derived oils: recyclage d'huiles alimentaires
Catégorie résiduelle	Additifs spécifiquement développés	

Tableau 1 – Classification des régénérants par groupe (1 à 6) en fonction de leur origine

Dans la suite de ce document, nous abordons chaque groupe plus en détail. Nous réalisons alors une brève analyse de la potentielle adéquation des différents régénérants sur base des éléments suivants:

- le nom, l'origine et le procédé de production: ces éléments fournissent des informations sur l'origine et le type du produit;
- la composition chimique: celle-ci donne des informations sur les groupes chimiques en principe actif, ce qui permet de comprendre le fonctionnement;
- le fonctionnement: soit uniquement comme plastifiant et pour diminuer la viscosité (code A), soit pour rééquilibrer la composition chimique (code B) ou soit comme dispersant pour les asphaltènes (code C):
- la disponibilité et les expériences pratiques: sous ce point, nous donnons des exemples de produits commercialisés ainsi que des informations concernant les expériences pratiques et la recherche effectuée. Il convient de souligner qu'il s'agit d'une liste non-exhaustive de produits possibles; le but n'est pas de fournir une liste complète;
- l'hygiène environnementale et la sécurité au travail: ces éléments fournissent des informations sur les opportunités et problèmes éventuels d'un point de vue opérationnel et de durabilité.

Si aucun problème n'est attendu, cela est mentionné comme tel.

Les facteurs suivants dans le domaine de l'hygiène environnementale, de la santé et de la sécurité au travail (HSE) sont dès lors vérifiés:

- toxicité;
- stabilité thermique, point d'inflammation;
- nuisance olfactive;
- émissions;
- lixiviation (principalement de métaux lourds).

L'information concernant la température du point d'inflammation est une donnée importante pour évaluer le risque d'incendie. Le point d'inflammation d'une substance chimique est la température la plus basse à laquelle la substance émet encore suffisamment de vapeur pour pouvoir s'enflammer lorsqu'elle entre en contact avec une source d'inflammation (flamme, étincelle ou objet enflammé).

C'est d'autant plus problématique si cette température est relativement basse, par exemple proche ou inférieure à des températures courantes de production et de mise en œuvre de l'enrobé (environ 150 à 200 °C). Etant donné la nature des régénérants, cela doit être surveillé.

Le Règlement européen pour les produits de construction impose aux producteurs de publier ces données de sécurité sur la fiche MSDS (*Material Safety Data Sheet*).

Analyse systématique par catégorie de régénérant

3.1 Groupe 1: extraits aromatiques et huiles naphténiques issus de pétrole brut / de la pétrochimie

3.1.1 Origine et procédé de production

Ce premier groupe de produits est obtenu par la distillation de pétrole (séparation en fractions sur base de la différence de point d'ébullition), comme c'est également le cas pour le bitume lui-même (figure 5).

Etant donné que la fonction visée d'un régénérant est, entre autres, de contrer la viscosité élevée du bitume vieilli, l'on recherche principalement des fractions présentant un point d'ébullition élevé et une viscosité plus basse que celle de la fraction bitumineuse (tel qu'exposé au § 1.2).

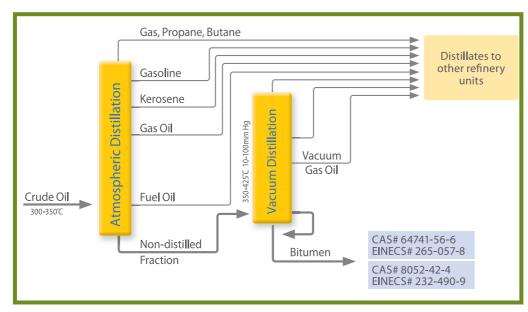


Figure 5 – Représentation schématique simplifiée d'une tour de distillation de pétrole (source: [11])

A l'heure actuelle, l'utilisation d'un bitume routier mou à indice de pénétration ou PEN élevé est l'approche «traditionnelle» pour traiter et réactiver le liant fortement vieilli contenu dans les agrégats d'enrobés bitumineux en vue d'un recyclage. Les bitumes routiers mous se caractérisent en effet par une viscosité plus basse accompagnée, la plupart du temps, par un taux élevé de maltènes (et donc une faible proportion d'asphaltènes). Ainsi, la viscosité élevée du vieux bitume et la concentration importante en asphaltènes due à l'oxydation sont contrées.

Une alternative possible à cette approche «traditionnelle» sont les «huiles hydrocarbonées» qui sont également obtenues lors de la distillation du pétrole brut. Ces derniers produits sont peu visqueux (huile) et contiennent une fraction de composés aromatiques, qui peut rétablir l'équilibre SARA (enrichissement de la fraction des maltènes).

3.1.2 Composition chimique

Il s'agit dans ce cas de figure d'huiles obtenues par la distillation de pétrole brut, également connues comme les extraits aromatiques ou les huiles naphténiques légères et lourdes. Ces fractions peuvent être traitées de manière chimique dans un second temps, par exemple par hydrogénation (réduction par hydrogène) des composés aromatiques, ce qui permet d'obtenir un taux plus élevé d'hydrocarbures saturés et une diminution du taux d'aromatiques.

Les producteurs tiennent compte et satisfont aux spécifications légales en accordant la composition chimique. En ce qui concerne les exigences en matière d'emballage et d'étiquetage, la réglementation [12] reprise dans le Règlement (CE) n°1272/2008 [CLP] Annexe VI Note L (portant sur les huiles de base présentes dans un distillat pétrolifère hydrogéné très concentré en asphaltènes) est importante. En effet, ces substances ne doivent pas être classifiées comme cancérogènes s'il peut être établi qu'elles contiennent moins de 3 % d'extrait de DMSO (selon la méthode d'essai IP346).

Il convient toutefois de mentionner que les extraits aromatiques ou les huiles naphténiques lourdes non traitées peuvent contenir un pourcentage non négligeable de composés aromatiques (comme les naphtalènes par exemple). Etant donné que, par définition, le naphtalène a une structure cyclique aromatique insaturée (le naphtalène est le HAP le plus simple et le plus léger en termes de masse moléculaire), la question se pose de savoir quelle en est la conséquence sur les propriétés liées à l'hygiène environnementale. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont en effet reconnus par le Centre international de Recherche sur le Cancer (CRIC) comme des substances aux propriétés cancérogènes prouvées [13].

3.1.3 Fonctionnement

Le vieillissement oxydatif modifie la composition chimique du bitume dans le sens que le rapport entre les asphaltènes et les maltènes change, mais aussi le rapport entre les résines et les aromatiques. De manière plus spécifique, le vieillissement du bitume entraîne une augmentation de la fraction des asphaltènes, et ce au détriment de la fraction des maltènes (p. ex. la quantité d'aromatiques), ce qui perturbe l'équilibre dans la composition générique du bitume. Le but est dès lors précisément de restaurer à l'aide de ces produits régénérants l'équilibre générique dans la composition de l'ensemble du liant (voir § 1.2, code B).

La baisse de la viscosité peut réduire la rigidité du liant à des températures de fonctionnement, ce qui peut compromettre la résistance à l'orniérage.

3.1.4 Viabilité commerciale, disponibilité et expériences pratiques

De nombreuses études ont déjà été réalisées avec les produits de ce groupe, et ce dans plusieurs régions à travers le monde. De tous les types de régénérants, c'est le groupe pour lequel on a le plus d'expérience, avec une longue histoire dans l'industrie des enrobés (le plus ancien est utilisé depuis plus de 50 ans [14]).

A partir des années 1960, les produits régénérants ont été utilisés pour tenter de rétablir les performances des revêtements bitumineux vieillis, principalement sous la forme d'une huile à pulvériser sur la surface de la chaussée afin de pénétrer ainsi dans l'ancien enrobé.

A l'heure actuelle, de plus en plus d'études sont réalisées sur ces produits, dans le but d'améliorer le recyclage de l'enrobé d'un point de vue quantitatif ou qualitatif.

Bien que notre objectif n'est pas de dresser une liste exhaustive des produits, nous citons pour le groupe 1 (dérivés de la pétrochimie), à titre d'exemple quelques produits plus ou moins couramment utilisés:

- Nygen 910 de Nynas AB;
- Reclamite de Tricor Refining LLC;
- Cyclogen de Tricor Refining LLC;
- ValAro 130A de PBF Energy Inc.

3.1.5 Aspects relatifs à l'hygiène environnementale et à la sécurité au travail

Pour travailler en toute sécurité avec les produits du groupe 1, il faut prêter attention aux aspects relatifs à la sécurité au travail et à l'hygiène environnementale décrits ci-après.

- Point d'inflammation (flash point)

Les données de sécurité sont à vérifier sur la fiche MSDS (Material Safety Data Sheet).

- Stabilité thermique

Pour cet aspect, nous ne nous attendons à aucun problème pour les produits du groupe 1, étant donné qu'il s'agit de produits originellement obtenu par un procédé de distillation à haute température.

- Emissions

Ces huiles contiennent potentiellement des composés légers et donc volatils (p. ex. des composants aromatiques ou composés saturés. Les émissions de gaz qui surviennent lors de leur traitement peuvent entraîner des problèmes de santé. Certains produits de distillation sont considérés comme (partiellement) cancérogènes (entre autres le diesel) et donc problématiques en termes de santé au travail.

Nous ne disposons pas toujours d'informations suffisantes à ce sujet, ce qui en fait un point d'attention. La prudence est de rigueur, en particulier lors de la nébulisation du produit sur l'AEB.

La manière dont le produit est ajouté dans la centrale d'enrobage (traitement manuel, nébulisation, en plein air, etc.) détermine en grande partie la sensibilité au risque par rapport aux aspects liés à la sécurité au travail, à l'hygiène environnementale et à la santé (HSE). Il y a lieu de recourir à un procédé d'ajout automatisé via une conduite (de bitume) ou d'injection directe dans le silo d'agrégats d'enrobés bitumineux chauffés et ce préalablement au traitement dans le malaxeur.

La préparation au préalable lors de la production d'un *blend* prêt à l'emploi du produit régénérant et du bitume réduit les émissions issues du produit pur; il en va de même si le produit est ajouté à température ambiante. Le faible dosage limite dans ce cas les risques liés aux émissions et à la sécurité au travail pour le producteur d'enrobé.

3.2 Groupe 2: produits recyclés à partir d'huiles usagées (huile pour machines)

3.2.1 Origine et procédé de production

Outre les contaminations dues à l'utilisation, les huiles pour machines comme les huiles pour moteurs, les huiles lubrifiantes, etc. contiennent à la fin de leur durée de vie utile encore certaines fractions qui peuvent être recyclées. L'huile usagée est collectée via un circuit professionnel. Elle est ensuite séparée en différentes fractions par une distillation poussée (y compris sous vide). Le résidu de la distillation est une fraction lourde, qui peut être utilisée en tant que substitut de bitume ou *extender*.

Il est alors question de produits (waste-derived oils) tels que:

- REOB (*re-refined engine oil bottoms*; dénomination utilisée par les administrations routières aux Etats-Unis);
- VTAE (vacuum tower asphalt extender; dénomination utilisée par les raffineries);
- d'autres dénominations³ de groupe comparables ou dérivées (comme, entre autres, EOR (*engine oil residue*), RHVDB (*re-refined heavy vacuum distillation bottoms*), VTB (*vacuum tower bottom*), WEOR (*waste engine oil residue*), etc.).

La figure 6 présente de manière schématique les différentes étapes de la transformation (*re-refining*) des huiles usagées en huiles lubrifiantes et huiles de base recyclées [15].

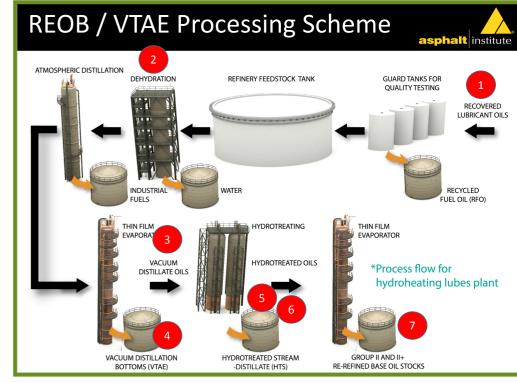


Figure 6 – Représentation schématique du procédé de transformation des REOB/VTAE (source: [15])

³ La lettre B dans le nom correspond à *bottoms* en anglais ou résidu (R), la fraction qui ne se distille pas.

La numérotation dans la figure 6 fait référence aux différents produits (intermédiaires): 1. Raw feed, unprocessed used oil, 2. Dehydrated used oil, 3. Vacuum oil, 4. REOB/VTAE, 5. Hydrotreated 80 base oil, 6. Hydrotreated 150 base oil, 7. Hydrotreated low sulfur fuel (HT-LS).

Environ 12 à 15 % des produits (intermédiaires) obtenus au moyen de ces nouveaux raffinages d'huiles usagées concernent la fraction REOB/VTAE (le numéro 4 dans la figure 6), le reste devient du combustible liquide et de l'huile lubrifiante recyclés.

3.2.2 Composition chimique

Du fait des antécédents très divers de ces huiles, la composition chimique exacte est généralement incertaine et, dans tous les cas, très variée et variable dans le temps. Toutefois, il s'agit toujours de mélanges de différentes huiles pour machines et des contaminants qu'elles contiennent.

L'huile pour moteurs recyclée peut également contenir de la paraffine provenant de composants de *parafinic oil* dans les REOB/VTAE. La cristallisation à des températures plus basses entraîne des risques pour le comportement à basse température et la sensibilité à la rétraction liée, ce qui fait qu'elle ne convient pas pour une utilisation dans des climats froids.

De plus, les contaminants tels que les métaux lourds (nickel, chrome, etc.) présents suite aux utilisations précédentes des huiles usagées se concentrent dans cette fraction qui ne se distille pas. Cela est néfaste pour les propriétés liées à l'hygiène environnementale. Les contaminants introduisent une grande diversité dans le matériau, ce qui mène à des performances variables.

3.2.3 Fonctionnement

Ce type de produit régénérant agit comme un plastifiant (voir § 1.2, code A): en substitut au bitume mou, l'ajout de ce type de produit régénérant à base d'huiles recyclées réduit la viscosité (plus grande pénétrabilité) du mélange de liant en résultant.

Par rapport au bitume mou ou aux produits régénérants du groupe 1, les matières premières utilisées sont moins nobles. Il s'agit d'une méthode de traitement des déchets jugée intéressante et économique par le secteur de traitement des déchets, mais la plus-value pour le secteur des enrobés est incertaine.

Le mécanisme de rééquilibrage de la composition générique (composition SARA) (voir § 1.2, code B) ne s'applique pas dans ce cas.

3.2.4 Viabilité commerciale, disponibilité et expériences pratiques

Il existe une large gamme pour ce type de produits. La fédération américaine des entreprises de recyclage des déchets liquides NORA⁴ estime que, chaque année, environ 160 000 tonnes d'huiles recyclées de type REOB/VTAE sont produites en Amérique du Nord par dix-sept usines, ce qui correspond à environ 0,5 % de la production totale de bitume [15, 16]. La quantité utilisée en tant que produit régénérant dans un enrobé (hors application dans le matériau de toiture *roofing asphalt*) n'est pas connue.

Un groupe de travail au sein de l'association américaine *The Asphalt Institute* a effectué une étude bibliographique commentant vingt-six études publiées aux Etats-Unis, qui traitent de l'utilisation d'huiles REOB/VTAE en tant qu'agent modificateur du bitume [15, 16]. En ce qui concerne leur influence sur les performances de l'enrobé (point sur lequel nous ne nous attardons pas dans ce dossier), il n'y a pas

de conclusion univoque relative à leurs avantages ou inconvénients: près de la moitié des études ont constaté un effet légèrement positif (ou pas d'effet négatif), tandis que l'autre moitié a constaté un effet négatif. Ce n'est pas étonnant, étant donné la grande diversité d'origine de ces huiles (voir plus haut).

3.2.5 Aspects relatifs à l'hygiène environnementale et à la sécurité au travail

Le secteur de la collecte des huiles usagées est bien réglementé en ce qui concerne l'hygiène environnementale, mais cela ne dit rien sur les produits à la fin de leur durée de vie et leur transformation. Dès lors, il existe de nombreuses et fortes inquiétudes à propos de:

- la composition et la présence de contaminants et de substances dangereuses (cancérogènes, mutagènes). Ces contaminants sont apparus lors de la première étape d'utilisation en tant qu'huile pour machines à haute température/charge. Leurs concentrations y sont dès lors plutôt limitées, mais la transformation ultérieure fait que les huiles peuvent s'enrichir dans la fraction non distillable que nous étudions ici;
- les métaux lourds (zinc, chrome et cuivre; ceux-ci peuvent occasionner un lixiviation);
- les émissions lors de la production d'enrobé (en fonction de la composition).

Bien que les huiles usagées brutes non traitées obtiennent un mauvais score au niveau HSE (sécurité au travail, santé et environnement), en raison de la présence, entre autres, de PCB (polychlorobiphényles) et de HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques) qui sont cancérogènes, les produits distillés obtiennent un meilleur score. Comme indiqué à la figure 7, plus l'on avance dans la transformation (avec distillation sous vide) de l'huile usagée brute, plus l'indice de mutagénicité baisse, et donc moins le

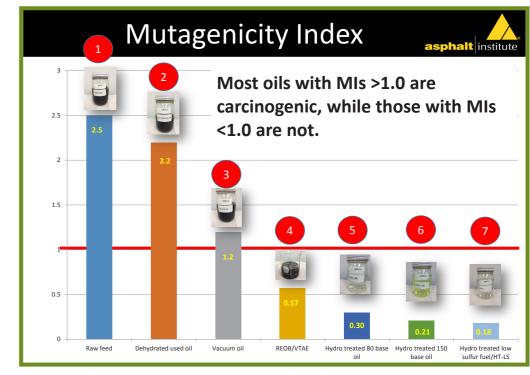


Figure 7 – Indice de mutagénicité pour un large éventail de produits dérivés d'huiles pour machines tels que REOB/VTAE (source: [15])

produit est dangereux. L'indice de mutagénicité d'une matière chimique est une mesure pour le risque de dommages au matériel génétique tel que l'ADN, ce qui peut rendre la matériel cancérogène. La concentration totale en HAP (qui s'élève à environ 2 000 mg/kg dans l'huile usagée brute) baisse à moins de 100 mg/kg dans les produits REOB/VTAE.

Lors de la distillation sous vide, les HAP disparaissent du résidu et se retrouvent sous la forme d'huiles naphténiques dans les fractions d'huile lourde et de lubrifiants. Voir les produits numérotés 4 à 7 dans le graphique (la numérotation dans la figure 7 fait référence à la numérotation des produits intermédiaires tels qu'abordés au § 3.2.1, après la figure 6).

3.3 Groupe 3: produits recyclés issus de l'industrie alimentaire (huiles et graisses d'origine végétale ou animale)

3.3.1 Origine et procédé de production

Ce groupe se compose de produits issus du recyclage d'huiles usagées de l'industrie alimentaire (appelées waste-derived oils / waste vegetal oils / yellow grease), décrites dans la littérature anglophone comme suit:

- WCO (waste cooking oil);
- WEVO (waste edible vegetal oil).

Ce sont par exemple les huiles usagées de tournesol, de colza, d'arachide ou certaines graisses provenant de l'industrie alimentaire.

3.3.2 Composition chimique

Etant donné qu'il s'agit d'une large catégorie d'huiles et de graisses recyclées issues de l'industrie alimentaire, il faut s'attendre à une composition chimique variée. Ce sont surtout des mélanges d'acides gras tels que l'acide palmitique, l'acide oléique ou l'acide linoléique, complétés par toutes sortes de contaminants de la phase d'utilisation [17].

Ces acides gras apparaissent lorsque les aliments sont chauffés dans l'huile alimentaire, du fait que l'eau dans les aliments ne peut pas être éliminée assez rapidement. Cela provoque une hydrolyse, où les esters d'acide gras sont convertis en acides gras. Ces acides ont toutefois un effet négatif pour les applications dans un second cycle de vie: l'acide (en particulier à haute température) peut entraîner une corrosion accélérée (p. ex. de pièces métalliques dans les machines) et est très irritante (p. ex. pour les yeux ou la peau). Ces acides gras doivent dès lors être convertis sous la forme d'esters lors d'une première étape du procédé de recyclage.

L'exemple le plus connu d'un tel procédé se manifeste lors de la production de biodiesel (à partir d'huiles usagées). Dans ce cas, et ce contrairement au domaine d'application des produits régénérants, des exigences strictes s'appliquent en termes de composition, comme une concentration limitée en acides gras libres (< 15 %), et presque libres (< 2 %) d'eau, d'impuretés et de fraction insaponifiable (unsaponifiables). C'est pourquoi la production de biodiesel à partir d'huiles usagées requiert généralement aussi un procédé de distillation préalable.

De plus, de nombreuses chaînes d'acides gras contiennent un ou plusieurs composés insaturés, rendant ces produits sensibles à l'oxydation (et donc aussi à la température). Dès lors, ces produits peuvent changer avec le temps. Ces modifications chimiques peuvent entraîner des risques potentiels pour la santé, par exemple par l'apparition de composés intermédiaires nocifs tels que les composés époxy.

3.3.3 Fonctionnement

Ce type de produit agit principalement comme un plastifiant (voir § 1.2, code A): l'ajout de ce type de produit régénérant à base d'huiles recyclées réduit la viscosité du mélange de liant obtenu.

Par rapport au bitume mou ou aux produits régénérants du groupe 1, des matières premières moins nobles sont utilisées.

Le mécanisme de compensation SARA (voir § 1.2, code B) ne s'applique pas dans ce cas.

3.3.4 Viabilité commerciale, disponibilité et expériences pratiques

De nombreuses études ont déjà été réalisées avec les produits de ce groupe, particulièrement en Asie, surtout parce que beaucoup d'huiles alimentaires sont utilisées en cuisine dans cette partie du monde et que de nombreuses recherches subsidiées sont effectuées concernant l'utilisation après le recyclage.

L'utilisation en tant que produit régénérant dans l'industrie des enrobés est jugée intéressante et économique par le secteur du traitement des déchets mais la plus-value pour le secteur des enrobés est incertaine.

Sur le marché européen, ces produits recyclés sont néanmoins beaucoup moins disponibles (parce que ces huiles y sont moins utilisées).

3.3.5 Aspects relatifs à l'hygiène environnementale et à la sécurité au travail

Comme pour les produits du groupe 2 (huiles pour machines recyclées), les produits du groupe 3 proviennent de déchets qui peuvent avoir été contaminés pendant leur utilisation par toutes sortes de substances polluantes, expliquant une certaine inquiétude au niveau HSE.

Même si le secteur de la collecte des huiles usagées est bien réglementé au niveau de l'hygiène environnementale, cela ne dit rien sur les produits finaux obtenu suite à leur traitement ultérieur.

Dès lors, il y a des inquiétudes fortes et nombreuses à propos:

- de la composition et de la teneur en contaminants et en substances dangereuses; ceux-ci peuvent être apparus durant la première étape d'utilisation en tant qu'huile alimentaire à haute température⁵;
- des métaux lourds, bien que l'on peut s'attendre à ce qu'ils y soient moins présents que dans les huiles pour moteurs (groupe 2);
- du point d'inflammation (flash point): celui-ci est faible en raison des composants paraffiniques;
- du manque de thermostabilité (produits intermédiaires instables ou plus dangereux).

Utilisées à une température élevée, les huiles de friture contiennent souvent de plus hautes concentrations en acrylamide, suite au contact entre des aliments riches en amidon et en asparagine et l'huile chauffée. Dans le corps humain, l'acrylamide peut se convertir en glycidamide, dont on pense qu'elle a des propriétés mutagènes.

L'application de tels produits lors de la production d'enrobés peut dès lors occasionner des émissions indésirables et des nuisances olfactives (en fonction de la composition).

Ces inquiétudes font de l'éventuelle utilisation de ce type de produits en tant que produit régénérant dans l'enrobé un point d'attention.

3.4 Groupe 4: huiles d'origine végétale issues de l'agro-industrie

3.4.1 Origine et procédé de production

Ce groupe de produits provient d'un large éventail de sources (génériques), principalement issues de l'agriculture et de la transformation de produits de récolte d'origine végétale dans l'agro-industrie:

- l'huile de tournesol;
- l'huile de soja;
- l'huile de palme;
- l'huile de ricin;
- l'huile de noix de cajou;
- l'huile de coton;
- l'huile de lin;
- etc.

Contrairement aux huiles du groupe 3 (traitement d'huiles usagées recyclées issues de l'industrie alimentaire), il ne s'agit pas dans ce groupe 4 de matières qui ont déjà connu une première étape d'utilisation complète, mais bien d'huiles qui viennent d'être récoltées et traitées.

Par rapport aux produits du groupe 1, il ne s'agit pas de matières premières fossiles, mais de matières premières renouvelables.

3.4.2 Composition chimique

Il s'agit principalement de mélanges d'acides gras (et d'esters). Plus particulièrement:

- l'huile de tournesol: contient surtout des acides palmitiques, stéariques, oléiques et linoléiques;
- l'huile de soja: contient principalement des esters et d'autres acides gras de l'huile de soja;
- l'huile de palme: contient surtout de la palmitine et de l'oléine;
- l'huile de ricin: contient principalement du triglycéride d'acide ricinoléique;
- l'huile de noix de cajou (huile extraite de la coque de la noix de cajou): composée principalement de dérivés phénoliques à longues chaînes (acides anacardiques, cardol et cardanol);
- l'huile de coton: contient surtout de l'acide linoléique et de l'oléine;
- l'huile de lin: contient surtout de l'acide linolénique et linoléique et dans une moindre mesure de l'oléine;
- etc.

Etant donné que les matières premières sont d'origine biologique / végétale, nous parlons également de sources biogènes.

3.4.3 Fonctionnement

Ces produits agissent principalement comme un plastifiant, en diminuant la viscosité (voir § 1.2, code A): l'ajout de ce type de produit régénérant à base d'huiles d'origine végétale réduit la viscosité du mélange de liant résultant.

3.4.4 Viabilité commerciale, disponibilité et expériences pratiques

Plusieurs producteurs, aux Etats-Unis surtout, transforment ces matières premières en produits pouvant être utilisés comme régénérants lors du recyclage des enrobés.

Les produits sont donc bien prêts pour être mis sur le marché, même si les études se limitent souvent à des essais en laboratoire.

Bien que notre objectif n'est pas de dresser une liste exhaustive des produit, nous citons pour ce groupe à titre d'exemple les produits plus ou moins couramment utilisés:

- Rheofalt HP-AM de Ventraco Chemie;
- ReJUVN8 de Sripath Technologies, LLC;
- RePLAY 18 de BioSpan Technologies Inc.;
- Biorestor de BioBased Spray Systems LLC.

3.4.5 Aspects relatifs à l'hygiène environnementale et à la sécurité au travail

De manière générale, il y a peu d'attention prêtée aux aspects HSE. Dès lors, des risques importants subsistent pour beaucoup de produits de ce groupe. Ceux-ci sont liés à un manque de connaissances des produits et des conditions d'utilisation adéquates.

Comme les produits régénérants dans ce groupe proviennent d'huiles qui sont normalement obtenues ou utilisées à température ambiante, comme les huiles extraites de graines ou de fruits, des questions se posent concernant leur comportement à plus hautes températures (> 150 à 180 °C), notamment en termes de stabilité thermique, de point d'inflammation, ainsi que d'émissions et de nuisances olfactives.

3.5 Groupe 5: bio-based engineered oils

3.5.1 Origine et procédé de production

Dans ce groupe, nous abordons principalement les huiles produites d'une manière spécifique à partir d'une transformation de matières premières biologiques, pour la plupart issues de bois de pin, dont l'huile de tall brute (*Crude Tall Oil* ou CTO) constitue une matière première intermédiaire essentielle (figure 8).

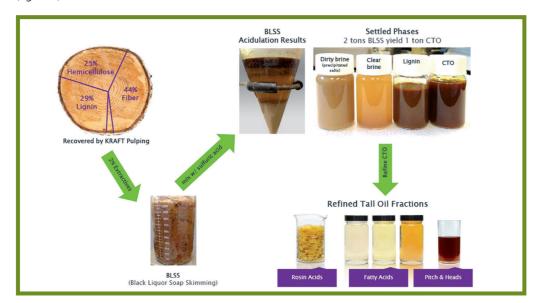


Figure 8 – *Représentation schématique du procédé de production de* bio-based engineered oils (source: [18])

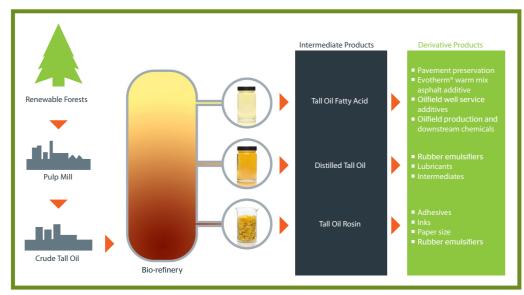


Figure 9 – Production de produits issue de l'huile de tall par bioraffinage de CTO (source: [18])

L'huile de tall brute est un produit résineux de conifères appartenant à la famille des pins (*Pine*). Elle contient un mélange d'acides résiniques, d'acides gras, d'acide abiétique et d'autres matières (terpènes et résine de pin, colophane) obtenu par le traitement à l'acide des bases issues des produits de décomposition du bois de conifère; il s'agit donc d'un sous-produit de l'industrie du papier. Un large éventail de substances chimiques sont extraites de l'huile de tall brute par raffinage en bioraffinerie (figure 9).

3.5.2 Composition chimique

Les produits distillés d'huile de tall sont divers et comportent entre autres *Tall Oil Fatty Acids* ou TOFA (large éventail d'acides gras, dont principalement des chaines carbonées C16- -C20), *Distilled Tall Oil* (DTO) et *Tall Oil Rosin* (acides résiniques).

Avant toute application en tant que produit régénérant, il faut toutefois effectuer une estérification des acides gras (voir figure 9 en haut à droite), et ce pour les mêmes raisons que celles expliquées pour la production de biodiesel (voir § 3.3.2).

3.5.3 Fonctionnement

Ces produits agissent d'une part comme plastifiant (réduction de la viscosité; voir § 1.2, code A) et, d'autre part, comme agent dispersant/émulsifiant/mobilisateur de l'ancien liant (voir § 1.2, code C) [19].

L'huile de tall appartient ainsi à la même famille chimique que les dopes d'adhésivité liquides (antistripping agents) et des émulsifiants.

3.5.4 <u>Viabilité commerciale, disponibilité et expériences pratiques</u>

L'expérience avec cette huile est largement répandue, avec des producteurs dans différents pays, non seulement aux Etats-Unis, mais aussi en Europe. Les ouvrages publiés concernent à la fois des études en laboratoire et des expériences pratiques du secteur des enrobés.

Bien que notre objectif n'est pas de dresser une liste exhaustive des produits (voir § 1.3), nous citons pour ce sous-groupe à titre d'exemple quelques produits plus ou moins couramment utilisés:

- SylvaRoad RP1000 Performance Additive de Kraton Chemical;
- Evoflex d'Ingevity;
- Anova 1817 Rejuvenator de Cargill Industrial Specialities;
- Delta S de Collaborative Aggregates LLC;
- BituTech RAP d'Engineered Additives LLC. et (nouveau nom) Hydrogreen S™ (de PVS Meridian Technologies Inc).

3.5.5 Aspects relatifs à l'hygiène environnementale et à la sécurité au travail

Dans ce groupe, il s'agit de produits spécialement conçus (engineered) pour un usage bien défini. Cela permet de prêter d'avantage de l'attention à des aspects qui pourraient dans d'autres cas (par exemple pour les produits de récolte du groupe 4) être plus problématiques, comme la stabilité (ou l'instabilité) thermique, le point d'inflammation (trop bas) ou les nuisances olfactives.

Le point d'inflammation pour Evoflex™ est de 298 °C (méthode d'essai AASHTO T48). Pour Delta S, le point d'inflammation est supérieur à 260 °C (selon la *Cleveland open cup method*). Quant à SylvaRoad™ RP1000, son point d'inflammation est également supérieur à 280 °C. Donc, le point d'inflammation n'est plus un problème dans le cas d'enrobés à chaud.

3.6 Groupe 6: various engineered additives

3.6.1 Origine et procédé de production

Comme le nom du groupe l'indique, il s'agit d'un groupe très diversifié de produits/additifs, conçus de manière spécifique, à base de matières premières d'origines variées, provenant tant de sources biologiques (végétales) que de la pétrochimie, parmi lesquels:

- des produits (bio-huiles) obtenus par pyrolyse de toutes sortes de biomasses (figure 10);
- des mélanges bio-génériques auxquels des additifs supplémentaires sont ajoutés (p. ex. cires);
- des huiles de fluxage ajoutées au bitume et éventuellement des additifs supplémentaires.

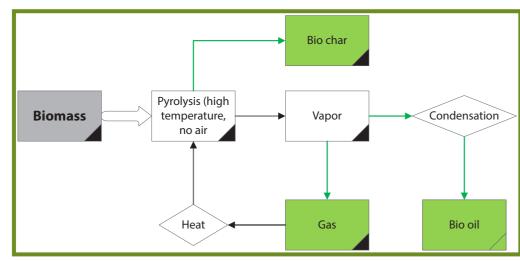


Figure 10 – Représentation schématique de la production des bio-huiles par pyrolyse et ensuite sa condensation de biomasse (source: [20])

3.6.2 Composition chimique

Etant donné la grande variété de matières premières dont proviennent les produits de ce groupe, leur composition chimique est également très diverse.

 Dans le cas des produits obtenus par pyrolyse, la composition est, de manière inhérente, très variée, puisque les procédés de recyclage à haute température résultent presque toujours en un large éventail de composés chimiques. Par ailleurs, de nombreuses sources d'approvisionnement sont utilisées, que ce soit d'origine végétale ou animale. Ces dernières peuvent en outre varier avec le temps.

- Pour certains produits régénérants d'origine végétale ou bio-générique (composés de mélanges d'esters d'acides gras), des additifs complémentaires sont ajoutés, et ce afin d'élargir l'action du produit régénérant (additif multifonctions). Un exemple typique dans ce contexte est l'ajout de cires synthétiques pour permettre l'association d'une réutilisation durable des AEB avec la production d'enrobé à température réduite (ETR).
- Les huiles de fluxage peuvent provenir de la distillation de pétrole brut (figure 4) ou être d'origine végétale. Dans le premier cas, elles consistent en un mélange d'hydrocarbures aromatiques et aliphatiques et sont souvent ajoutées au bitume pour servir de produit régénérant. Lorsqu'elles sont d'origine végétale, leur composition est comparable à celle du groupe 4 (p. ex. esters de colza ou de lin).

3.6.3 Fonctionnement

Ces produits ont surtout une fonction de plastifiant, pour réduire la viscosité (voir § 1.2, code A). Des additifs multifonctions peuvent éventuellement permettre d'envisager également la production à température réduite ou de meilleures propriétés adhésives. Il convient de mentionner que, de manière générale, peu d'informations sont disponibles concernant le fonctionnement précis.

Les huiles de fluxage sont en effet des substances ou dérivés qui ont précisément pour but de rendre le matériau auquel elles sont ajoutées plus liquide et moins visqueux. Leur utilisation dans d'autres domaines de la construction routière comme les applications bitumineuses à froid sont largement connues.

3.6.4 Viabilité commerciale, disponibilité et expériences pratiques

Les expériences sont plutôt limitées et concernent surtout des études en laboratoire.

Des problèmes peuvent se poser avec les produits auxquels l'on ajoute des cires synthétiques par rapport aux propriétés à basse température de l'enrobé (p. ex. fissuration).

Voici une liste non exhaustive de produits appartenant à ce groupe:

- Storbit Storflux Plus de Storimpex Asphaltec GmbH;
- Bioflux de Neste Oil.

3.6.5 Aspects relatifs à l'hygiène environnementale et à la sécurité au travail

Etant donné la variabilité, il est difficile de fournir des informations d'ordre général à ce sujet pour ce groupe. Cela doit être examiné individuellement pour chaque produit, ce qui n'est pas l'objet de ce dossier.

Les produits issus de pyrolyse (procédé au cours duquel des matières organiques contenant du carbone sont décomposées en les chauffant à haute température en l'absence d'oxygène, donc sans combustion) contiennent en général plusieurs composants chimiques qui demandent une attention supplémentaire, comme les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (en dehors d'autres substances potentiellement nocives).

De ce fait, il existe de sérieux doutes et réserves pour nombre de ces produits obtenus par la pyrolyse à partir de biomasse, quant à leur adéquation en tant qu'additif et, plus particulièrement, comme produit régénérant.

▶ 4 Conclusions

Il existe un large éventail de produits potentiellement régénérants qui peuvent améliorer le recyclage des agrégats d'enrobés bitumineux dans un nouvel enrobé d'un point de vue qualitatif. Etant donné la diversité des types existants et la variété de termes de dénomination et de terminologie, ce dossier propose une classification en groupes. Dès lors, il est plus simple d'aborder le fonctionnement et les facteurs de réussite et de risque pour chaque groupe. Pour chaque groupe, nous donnons également quelques exemples de produits disponibles sur le marché.

Pour la classification en groupe, nous nous sommes essentiellement basés sur la nature et l'origine du produit. Nous distinguons les dérivés pétrochimiques d'une part (comme c'est le cas du bitume) et les produits d'origine végétale ou biologique d'autre part.

De plus, il est possible de faire la distinction entre les substances produites directement et celles issues du recyclage de matières utilisées auparavant à d'autres fins.

Les produits régénérants peuvent être répartis en six groupes en fonction de leur origine:

- les extraits aromatiques et huiles naphténiques, spécialement produits à partir de la distillation de pétrole brut (groupe 1);
- toutes sortes d'huiles et de graisses recyclées et traitées issues d'activités industrielles (huiles pour machines et moteurs) (groupe 2) ou de l'industrie alimentaire (groupe 3);
- les huiles d'origine biologique (production d'origine végétale), directement extraites de la production végétale (agro-industrie ou sylviculture) (groupe 4), ou spécialement développées à cette fin (produits dérivés; engineered bio-based oils) (groupe 5);
- une catégorie résiduelle reprenant des produits spécifiques (huiles de fluxage, bio-huiles issues de la pyrolyse de biomasse, etc.) (groupe 6).

Nous analysons ensuite plus en détail chaque groupe et abordons les facteurs de réussite ou de risque en focalisant sur les éléments suivants:

- origine et procédé de production;
- composition chimique;
- fonctionnement;
- disponibilité et expériences pratiques;
- hygiène environnementale et sécurité au travail.

Les produits fabriqués spécifiquement pour un usage précis, comme ceux des groupes 1, 4, 5 (et 6 en partie), sont issus de matières premières aux origines bien définies. Leurs caractéristiques sont ainsi mieux contrôlables et moins variables dans le temps que les produits provenant du recyclage d'huiles usagées (groupes 2 et 3). Les connaissances des caractéristiques de ces derniers produits tant en termes de performances que d'hygiène environnementale et de sécurité au travail (HSE) sont plus souvent limitées ou moins ouvertement disponibles.

Sur base de l'analyse, il s'avère qu'il existe des risques importants, principalement au niveau HSE pour certains groupes de produits. Ces risques sont fortement liés à leur origine ou au procédé de production, à leur hétérogénéité et aux incertitudes concernant leurs antécédents:

- pour les produits obtenus ou normalement utilisés à température ambiante, comme dans le groupe 4 les huiles extraites de graines ou de fruits, des questions quant à leur comportement à plus hautes températures (> 150 à 200°C comme c'est l'usage pendant la production d'enrobé) se posent, notamment en termes de stabilité thermique, d'inflammabilité et de point d'inflammation, ainsi que d'émissions et de nuisances olfactives;
- pour les produits issus du recyclage d'huiles usagées, d'une part ceux dans le groupe des huiles pour machines (groupe 2) et d'autre part ceux dans le groupe des huiles alimentaires (groupe 3), il existe des risques d'émission de substances dangereuses suite à l'utilisation antérieure, à la présence de substances potentiellement cancérogènes et mutagènes et de métaux lourds (surtout dans le groupe des huiles pour machines). De plus, des questions se posent sur la thermostabilité et des nuisances olfactives (principalement dans le groupe des huiles alimentaires);
- pour les produits du groupe 6 reprenant les divers engineered additives, il existe de sérieux doutes et réserves concernant l'adéquation en tant qu'additifs pour les produits issus de la pyrolyse de biomasse, car cette technique est connue pour faire apparaître davantage de substances dangereuses telles que les HAP dans leur composition.

5 Bibliographie

1. Vansteenkiste, S., Tanghe, T., Duerinckx, B., Vanelstraete, A., Porot, L., Govers, B., Libbrecht, D. & Modde, P.-P. (2020)

Impact of bio-based rejuvenator on bitumen and asphalt mix performance: laboratory and field evaluation.

In: Proceedings of the 7th Eurasphalt & Eurobitmue congress (7th E&E congress), Madrid, May 12-14; 2020.

Brussels: Eurobitume.

2. Tanghe, T., Vansteenkiste, S. & Vanelstraete, A. (2020)

Development of a protocol for the initial type testing of asphalt mixtures with the use of rejuvenators. In: Proceedings of the 7th Eurasphalt & Eurobitmue congress (7th E&E congress), Madrid, May 12-14; 2020.

Brussels: Eurobitume.

3. Agence Nationale de Sécurité Sanitaire de l'Alimentation, de l'Environnement et du Travail (ANSES) (2013)

Evaluation des risques sanitaires liés à l'utilisation professionnelle des produits bitumineux et de leurs additifs.

Maisons-Alfort (France): ANSES. (Avis de l'ANSES). Disponible en ligne https://www.anses.fr/fr/system/files/CHIM2008sa0410Ra.pdf. Dernière consultation 02/12/2019. ISBN: 978-2-11-138287-9.

4. Masson, J.-F., Collins, P. & Polomark, G. (2005)

Steric hardening and the ordering of asphaltenes in bitumen. In: Energy & fuels, 19(2005)1. p. 120-122. Washington: American Chemical Society (ACS).

5. Behnood, A. & Gharehveran, M.M. (2019)

Morphology, rheology, and physical properties of polymer-modified asphalt binders. In: European polymer journal, 112(2019). p. 766-791.

Amsterdam: Elsevier.

Disponible en ligne https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2018.10.049. Dernière consultation 02/12/2019.

6. Moghaddam, T.B. & Baaj, H. (2016)

The use of rejuvenating agents in production of recycled hot mix asphalt: a systematic review. In: Construction and building materials, 114(2016). p. 805-816.

Amsterdam: Elsevier.

Disponible en ligne http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.015. Dernière consultation 02/12/2019.

7. European Asphalt Pavement Association (EAPA) (2018)

Recommendations for the use of rejuvenators in hot and warm asphalt production.

Brussels: EAPA.

Disponible en ligne https://eapa.org/eapa-position-paper-recommendations-for-the-use-of-rejuvenators-in-hot-and-warm-asphalt-production/. Dernière consultation 02/12/2019.

8. Zaumanis, M., Mallick, R.B. & Frank, R. (2015)

Evaluation of different agents for restoring aged asphalt binder and performance of 100% recycled asphalt.

In: Materials and structures, 48(2015)8. p. 2475-2488.

Bagneux (France): International Union of Testing and Research Laboratories for Materials and Structures (RII FM).

Disponible en ligne $\underline{\text{http://dx.doi.org/10.1617/s11527-014-0332-5}}$. Dernière consultation 02/12/2019.

9. Epps Martin, A., Kaseer, F. & et al. (2019)

Evaluating the effects of recycling agents on asphalt mixtures with high RAS and RAP binder ratios. [pre-publication draft].

Washington: Transportation Research Board (TRB). (NCHRP Report, 927).

Disponible en ligne http://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/nchrp/nchrp rpt 927.pdf. Dernière consultation 02/12/2019.

10. Zaumanis, M., Cavalli, C.M. & Poulikakos, L.D. (2018)

Comparing different rejuvenator addition locations in asphalt based on mechanical and chemical properties of binder.

In: Proceedings of the 97th annual meeting of the Transportation Research Board, Washington, January 7-11, 2018.

Washington: Transportation Research Board (TRB).

11. Asphalt Institute (AI) & European Bitumen Association (Eurobitume) (2015)

The bitumen industry: a global perspective: production, chemistry, use, specification and occupational exposure.

College Park (USA): Al; Brussels: Eurobitume. (Information Series (IS), 230). ISBN 978-1-934154-73-1

Disponible en ligne https://www.eurobitume.eu/public_downloads/General/

The%20Bitumen%20Industry%203rd%20edition.pdf. Dernière consultation 02/12/2019.

12. Commission Européen (EC) (2017)

Règlement (EU) 2017/776 du 4 mai 2017 modifiant, aux fins de son adaptation au progrès technique et scientifique, le règlement (CE) n° 1272/2008 du Parlement européen et du Conseil relatif à la classification, à l'étiquetage et à l'emballage des substances et des mélanges.

In: Journal officiel de l'Union européenne, 5.5.2017.L116/1-19.

Bruxelles: Union Européenne (UE).

13. International Agency for Research on Cancer (IARC) (2013)

Bitumens and bitumen emissions, and some N- and S-heterocyclic polycyclic aromatic hydrocarbons. Lyon: IARC. (IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, 103). ISBN 978-92-832-1326-0.

Disponible en ligne https://monographs.iarc.fr/wp-content/uploads/2018/06/mono103.pdf. Dernière consultation 02/12/2019.

14. Vallerga, B.A. (1963)

Emulsified petroleum oils and resins in reconstituting asphalts in pavements. In: Highway Research Record (HRR), (1963)24.

Washington: Highway Research Board (HRB).

15. Buncher, M. (2016)

REOB: Asphalt Institute's initiative. [presentation]
In: NCAUPG meeting, Indianapolis, March 17, 2016.
West Lafayette (USA): North Central Asphalt User/Producer Group (NCAUPG).

16. Asphalt Institute (AI) (2016)

State-of-the-knowledge: the use of REOB/VTAE in asphalt.
College Park (USA): Al. (Al Information Series (IS), 235). ISBN 978-1-934154-74-8.

17. Ahmed, R.B. & Hossain, K. (2020)

Waste cooking oil as an asphalt rejuvenator: a state-of-the-art review. In: Construction and building materials, 230(2020). [s.p.]. Amsterdam: Elsevier.

18. Jordahl, Stacy (2017)

Introducing Ingevity. [presentation]

North Charleston (USA): Ingevity.

Disponible en ligne www.ingevity.com. Dernière consultation 02/12/2019.

19. Tabatabaee, H., Brion, Y. & Moolenaar, H. (2017)

Anova: régénération, évaluation. [presentation]

In: PN MURE – ANR IMPROVMURE, Paris, March 15, 2017.

Paris: IREX; Villeurbanne: INDURA. Disponible en ligne https://www.pnmure.fr/wp-content/uploads/2017/03/09 MURE Journ%C3%A9e-r%C3%A9g%C3%A9n%C3%A9rants 2017-03-15 RexCargillTabatabaee.pdf. Dernière consultation 02/12/2019.

20. Yang, X. (2013)

The laboratory evaluation of bio oil derived from waste resources as extender for asphalt binder. [Thesis].

Houghton (USA): Michigan Technical University (Michigan Tech).

21. Vansteenkiste, S. & Duerinckx, B. (2017)

Première application d'un produit régénérant pour la réutilisation des enrobés en Belgique. In: Bulletin CRR, (2017)113. p. 6-7.

Bruxelles: Centre de recherches routières (CRR).

Sites web des producteurs de régénérants (en ordre alphabetique)

Anova 1817 rejuvenator: www.cargill.com/bioindustrial/anova/asphalt-rejuvenators

Bitutech RAP, brochure: http://engineeredadditives.com/resources/BituTechRAPHighRapWarm-MixAsphaltSolutions-62818.pdf

Cyclogen, brochure: https://correctiveasphalt.com/cyclogen/

Delta S, fiche de sécurité: https://collaborativeaggregates.com/wp-content/uploads/2018/11/
Delta-S-SDS Collaborative Aggregates 20181108.pdf; Collaborative Aggregates LLC est un spin-off de The Warner Babcock Institute for Green Chemistry, https://www.warnerbabcock.com/wbis-delta-s-scientifically-engineered-dual-action-reclaimed-asphalt-rejuvenator-wma-now-commercially-available

Evoflex, fiche de sécurité MSDS: https://www.atlanticbulk.com/wp-content/uploads/2016/12/Evoflex-CA.pdf

Nygen 910, brochure: https://notes.nynas.com/apps/1112.nsf/wpds/GB EN Nygen 910/\$File/Nygen 910 GB EN PDS.pdf

Reclamite, brochure: https://correctiveasphalt.com/wp-content/uploads/2018/09/Reclamite-Brochure-for-print-or-email.pdf (Tricor Refining Inc.)

ReJUVN8 (Sripath Technologies, LLC): https://sripath.com/asphalt-rejuvenator-for-paving/, brochure https://www.sripath.com/wp-content/uploads/2017/04/ReJUVN8-Brochure-8-31-2016.pdf et fiche de sécurité https://sripath.com/wp-content/uploads/2017/04/ReJUVN8-Brochure-8-31-2016.pdf et fiche de sécurité https://www.sripath.com/wp-content/uploads/2017/04/ReJUVN8-GHS-SDS-8-31-2015.pdf

Storbit / Storflux, brochure: http://www.storimpex.de/EN/pdf/impex_asphalt_innen.pdf

SylvaRoad RP1000: <u>www.kraton.com/literature/SYLVAROAD-RP1000-Performance-Additive-brochure.pdf</u>

Valaro 130A, brochure: https://www.pbfenergy.com/sites/default/files/documents/ PBF Extract Typicals.pdf