

OBSERVATION D'UN BITUME MODIFIÉ SOUS MICROSCOPE A EPI-FLUORESCENCE

Mohammed LIZOUL

[Centre d'Etudes et de Recherches des Infrastructures de Transport], [Laboratoire Public d'Essais et d'Etudes], [Maroc], [lizoul@lpee.ma]

RÉSUMÉ :

Connu depuis la plus Haute Antiquité, le bitume a toujours été utilisé pour ses qualités d'adhésivité, d'imperméabilité, d'élasticité. Il peut conduire par ajout des agents chimiques, à des bitumes modifiés. Ces agents comprennent le caoutchouc naturel, les polymères synthétiques, le soufre et certains composés organométalliques. Ils ne comprennent pas l'oxygène, les catalyseurs d'oxydation, les fibres, les poudres minérales, les agents d'adhésivité.

La morphologie des mélanges bitumeux est étudiée par microscopie optique de fluorescence par réflexion (Epi-Fluorescence). La fluorescence est la propriété que possèdent certains corps de transformer une radiation reçue en une radiation de plus grande longueur d'onde.

La morphologie est définie comme la partition de phases riches en polymère et riches en bitume. La phase riche en polymère présente une fluorescence plus élevée aux UV que la phase de bitume, et par conséquent les phases de polymère apparaissent claires, tandis que le bitume apparaît sombre.

La microscopie à fluorescence est ainsi utilisée, pour la première fois au Maroc pour contrôler la présence ou non de deux phases, étudier l'aspect morphologique : surfaces hétérogènes et qualité de dispersion, nature de la matrice (bitume ou polymère) si possible.

Le présent article présente le principe de la microscopie Epi-fluorescence, les facteurs qui influencent la morphologie des bitumes modifiés (type et dosage en polymères, l'histoire thermique) avec des illustrations photographiques des visualisations obtenues sur les premières observations réalisées.

I. Généralités sur les bitumes modifiés

1. Liants modifiés

a. Définition

Il s'agit des liants bitumineux dont les propriétés ont été modifiées par emploi d'un agent chimique qui, introduit dans le bitume de base, en modifie la structure chimique et/ou les propriétés physiques et mécaniques. Il s'agit de liants préfabriqués soit dans une usine séparée du lieu d'utilisation, soit immédiatement avant l'emploi par une unité mobile spécialisée. Le liant ainsi modifié peut-être caractérisé en tant que tel séparément du mélange bitumineux.

Les véritables recherches d'amélioration des propriétés des bitumes par modification de sa structure ou par l'ajout d'additif remontent aux années 1966.

b. Domaine d'utilisation :

Les bitumes modifiés ont été développés pour les domaines d'utilisation suivants :

- Couches de surface en faible épaisseur (Enduit superficiel, Enrobé mince BBM 3 à 4 cm, BBTM 2 à 3cm et BBUM 1 à 2cm....) ;
- Enrobés drainants ;
- Couches de roulement pour routes à trafic intense ;
- Couche d'assise pour routes à trafic intense ;
- Membranes anti-fissures et des chapes d'étanchéité ;
- Chapes d'étanchéité d'ouvrages d'art.

2. Apport des bitumes modifiés

Les principales améliorations des bitumes modifiés sur les caractéristiques des enrobés et enduits sont :

- Une diminution de la susceptibilité thermique manifestée par :
 - o Une résistance à l'orniérage satisfaisante sous trafic très lourd et canalisé pour des températures durablement élevées ;
 - o Une Diminution des risques de fissuration thermique à basse température ;
- Une augmentation de la résistance à la fatigue de l'enrobé sous les chargements répétés et un apport de certaine flexibilité ;
- Une augmentation des capacités d'allongement ;
- Une amélioration des caractéristiques viscoélastiques ;
- Une amélioration de l'intervalle de plasticité : élévation du point de ramollissement B.A et diminution de la température de fragilité.
- Une résistance mécanique et une durabilité satisfaisante ;
- Des qualités mécaniques et d'adhésivité durables pour les enduits superficiels sous trafic élevé et lourd ;
- Une amélioration de la cohésivité permettant une meilleure tenue à l'arrachement ;
- Une amélioration de l'adhésivité des granulats, pour diminuer le risque de désenrobage par l'eau ;
- Une minimisation de l'épaisseur de rechargement.

3. Différents agents de modification

Les agents de modification comprennent le caoutchouc naturel, les polymères synthétiques, le soufre et certains composés organométalliques. Ils ne comprennent pas l'oxygène, les catalyseurs d'oxydation, les fibres, les poudres minérales, les agents d'adhésivité.

Les principaux agents chimiques utilisés dans la modification des bitumes sont renseignés dans le tableau suivant :

Principaux agents chimiques utilisés dans la modification des bitumes		
Polymères thermoplastiques élastomères		
	Polymères thermoplastiques élastomères	SBS
	Copolymère styrène-isoprène-styrène	SIS
	Styrène-butadiène	SB
	Copolymère statistique styrène-butadiène	SBR
Polymères thermoplastiques plastomères		
	Copolymère éthylène-acétate de vinyle	EVA
	Copolymère éthylène-acrylate de méthyle	EMA
	Copolymère éthylène-acrylate de butyle	EBA
	Polyisobutylène	PIB
Latex		
	Polychloroprène	
	Caoutchouc SBR	
	Caoutchouc naturel	
Poudrette de caoutchouc		

4. Mécanisme de modification

Matrice bitume :

Le bitume est caractérisé par la coexistence dans un milieu quasi homogène d'entités chimiques à priori incompatibles (non miscibles). La plupart des bitumes routiers ont un comportement viscoélastique, ils ont une structure caractérisée par des agrégats de micelles d'asphaltènes baignant dans un milieu dispersant structuré par les résines.

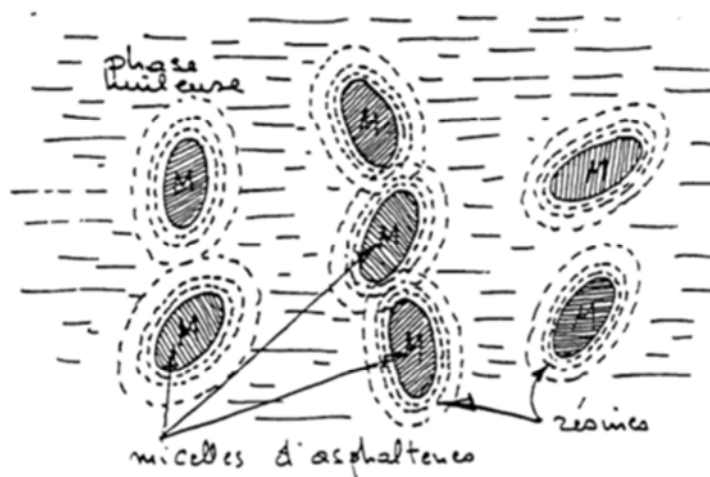


Fig1. Représentation schématique d'une structure colloïdale d'un bitume routier

Le corps viscoélastique qu'est le bitume peut présenter des structures diverses et variées en fonction des concentrations de ses constituants.

Matrice bitume modifié :

La modification des propriétés des bitumes par l'ajout du polymère est souvent expliquée par le gonflement du polymère dans les huiles légères du bitume. Ce sont les huiles aromatiques et saturées qui solvantent le polymère. Il se constitue deux phases :

- Une phase de polymère gonflé.
- Une phase bitume regroupant les constituants n'intervenant pas dans la solvation (plus riche en résines et en asphaltènes que le bitume de base).

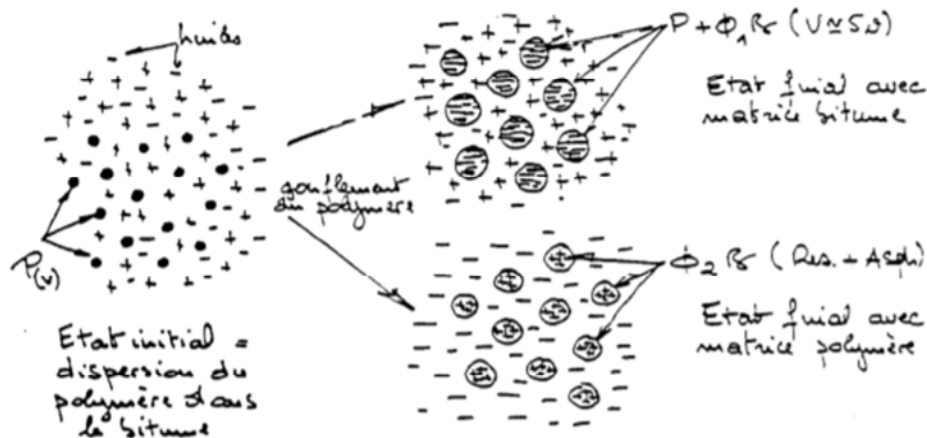


Fig2. Représentation schématique de la matrice bitume et la matrice polymère

Nous obtenons un mélange biphasique (Soit à matrice bitume, soit à matrice polymère selon le taux de polymère et les conditions de fabrication) :

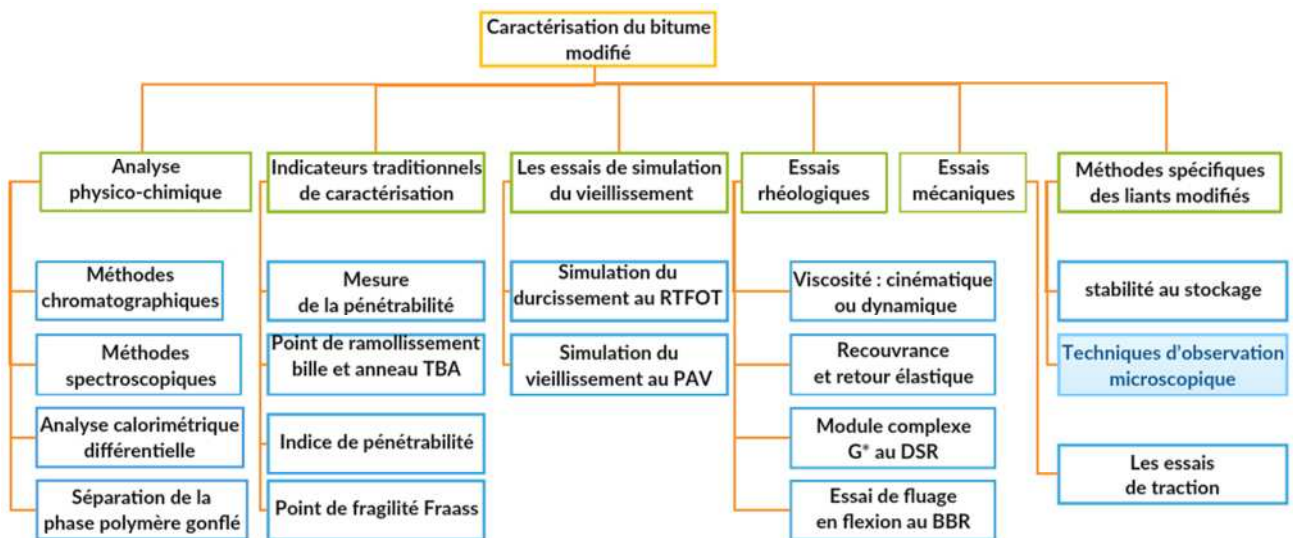
- Pour une teneur en polymère inférieure à la concentration critique, le polymère est dispersé dans une matrice bitume.
- L'augmentation de la teneur en polymère conduit au-delà d'une concentration critique (8 à 10% de polymère) à des liants pour lesquels la phase polymère est la phase continue (Matrice polymère).

5. Caractérisation des liants modifiés

Un liant modifié est caractérisé par les constituants entrant dans le système :

- La composition générique du bitume
- La composition du polymère
- Les proportions relatives de polymère et de bitume
- La composition des phases et le rapport des phases (Phase polymère gonflé et phase bitume).

Par ailleurs, les principales méthodes les plus appropriées à l'étude des bitumes modifiés par des polymères sont consignés dans le diagramme ci-après :



La microscopie optique d'épifluorescence est la technique la plus utilisée pour apprécier l'état de dispersion des phases polymères et bitume. Elle est basée sur le principe que les polymères, gonflés par certains composants du bitume auquel ils sont ajoutés, sont fluorescents lorsqu'ils sont éclairés par une lumière UV. Ils réémettent une lumière jaune-vert alors que la phase bitume restante apparaît noire.

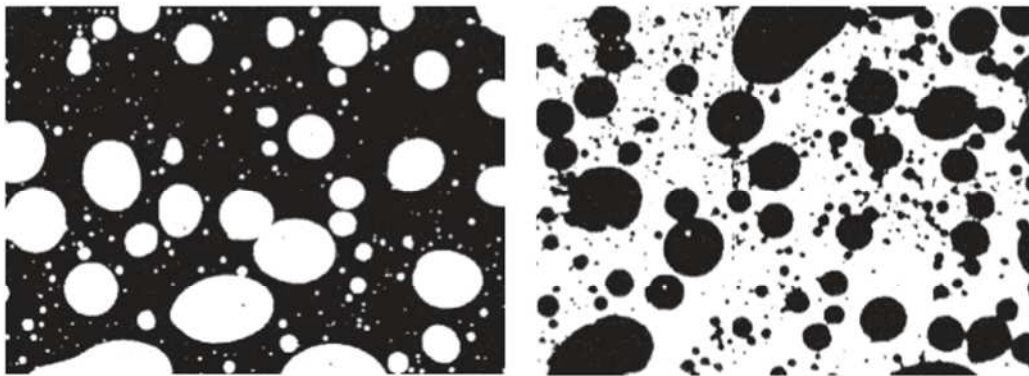


Fig3. Observation de la microstructure d'un bitume modifié par microscopie de fluorescence (0.5x0.7mm)

Gauche : Bitume modifié par 5% de SBS – Droite : Bitume modifié par 7% d'EVA

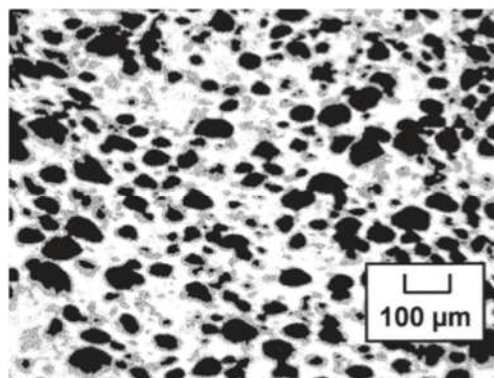


Fig4. Photo de microscopie en fluorescence d'un mélange bitume modifié à 7% SBS

II. Morphologie des produits bitumineux sous microscope à épifluorescence

1. Définition de microscopie à fluorescence

La morphologie des produits bitumineux est étudiée par microscopie optique de fluorescence par réflexion (Epi-Fluorescence). La fluorescence est la propriété que possèdent certains corps de transformer une radiation reçue en une radiation de plus grande longueur d'onde.

La morphologie est définie comme la partition de phases riches en polymère et riches en bitume. La phase riche en polymère présente une fluorescence plus élevée aux UV que la phase de bitume, et par conséquent les phases de polymère apparaissent claires, tandis que le bitume apparaît sombre.

2. Principe de la technique

Le microscope à épifluorescence utilisé pour cette technique est doté d'une source de lumière et d'un système de filtres :

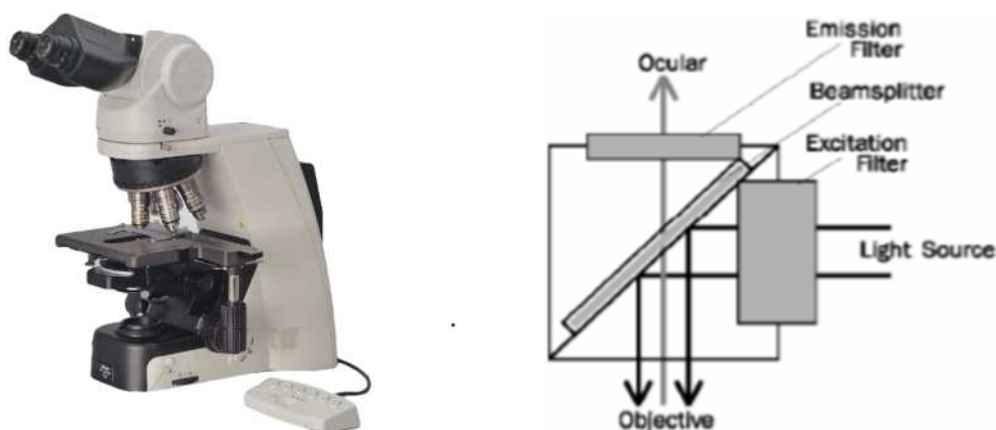


Fig5. Principe de la microscopie à fluorescence

Exemple de source de lumière et de système de filtres :

-Source de lumière : Lampe au xénon à haute pression, 75 W

-Filtre d'excitation : BP 420/490 (transmet les longueurs d'onde de 420 nm à 490 nm)

-Filtre de séparation du faisceau : RKP 510 (réfléchit les longueurs d'onde en dessous de 510 nm et transmet la lumière avec des longueurs d'onde supérieures) **-Filtre de barrage :** LP 515 (transmet les longueurs d'onde supérieures à 515 nm)

La lumière provenant de la source de lumière arrive sur le filtre d'excitation, qui transmet la lumière de 420 nm à 490 nm. Puis la lumière avec cette longueur d'onde arrive sur la surface de l'échantillon. La lumière d'excitation non absorbée et la lumière émise sont alors réfléchies vers le filtre chromatique de séparation du faisceau, qui réfléchit la lumière en dessous de 510 nm et transmet la lumière de longueur d'onde supérieure. Selon la loi de Stokes, la lumière émise aura une longueur d'onde supérieure à celle de sa lumière d'excitation, par conséquent le filtre de séparation du faisceau réfléchit effectivement la lumière d'excitation et transmet la lumière émise, et de cette manière les deux sont séparées. Pour éliminer toute lumière d'excitation résiduelle, la lumière émise/transmise avec une longueur d'onde supérieure à 510 nm arrive finalement sur le filtre de barrage, qui a un haut niveau de transmission pour les longueurs d'onde supérieures à 515 nm.

3. Méthodes utilisées pour déterminer la morphologie du bitume

Dans la littérature plusieurs méthodes ont été proposées pour étudier la morphologie des surfaces de bitume par microscopie UV :

L'observation est faite soit sur :

- Des échantillons opaques résultant de fractures réalisées à froid (température inférieure à -20°C), réalisées sur une plus grande quantité d'échantillon. (NF EN 13632, Brûlé et al., 1988) ;
- Des lames minces coulés dans des moules appropriés (Pasquier et al., 1997).

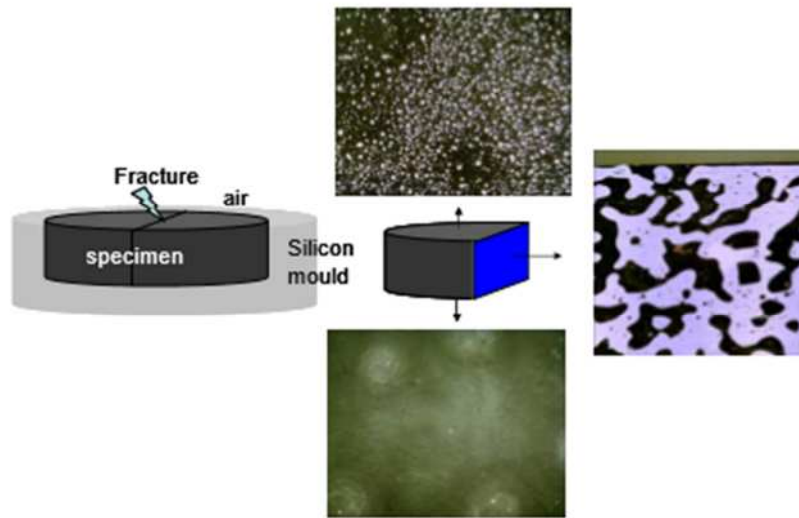


Fig6. Observation de la morphologie bitume à 5% SBS : Comparaison de différentes surfaces après refroidissement lent de l'échantillon de 200 ° C à la température ambiante à -2 ° C / min; la surface à l'air, la surface congelée fracturée et la surface au moule de silicium

La photo montre que la morphologie obtenue à partir d'une surface fracturée par congélation, est différente de la morphologie observée sur la surface qui a été en contact avec l'air ou avec le silicium

4. Intérêt de la technique

Cette technique est utilisée dans de nombreux pays aussi bien pour le contrôle de qualité que pour accompagner la recherche sur les liants modifiés. Elle permet de :

- Contrôler la présence ou non de deux phases,
- Etudier l'aspect morphologique : surfaces hétérogènes (différentes réponses d'excitation UV) et qualité de dispersion, nature de la matrice (bitume ou polymère) si possible.
- Apprécier la tendance à la séparation de phases ;
- Evaluer à la fois la compatibilité, la stabilité et la conformité.

Il convient de noter que la microscopie de fluorescence ne permet pas d'obtenir une évaluation de la qualité finale ou une indication de la performance du liant. Elle fournit des informations importantes aidant à la compréhension du système et des paramètres qui pourraient avoir une influence sur la qualité finale du mélange.

5. Classement de la micromorphologie de liants bitume-polymère

Classement de Zenke :

Il a classé les liants bitumes-polymères selon trois critères micromorphologiques :

Taille de particules	Répartition des tailles des particules	Forme de particules
-Dispersion grossière (hétérogène) -Structure finement dispersée -(Quasi)-homogène	-Monodispersée -Polydispersée	-Globulaire -Fibrillaire

Classement et dispersions typiques de la norme NF EN 12632 :

La norme quant à elle, a mis des lettres de caractérisation et des images de quelques dispersions typiques selon quatre critères micromorphologiques :

Phase continue	Description de la phase	Description de la taille	Description de la forme
-P : Phase polymère continue -B : Phase bitume continue	-X : Les deux phases sont continues (phases entremêlées) -H : Homogène -I : Non homogène	-S : petite (< 10 µm) -M : moyenne (entre 10 µm et 100 µm) -L : grande (> 100 µm)	-r : ronde -s : striée -o : autre

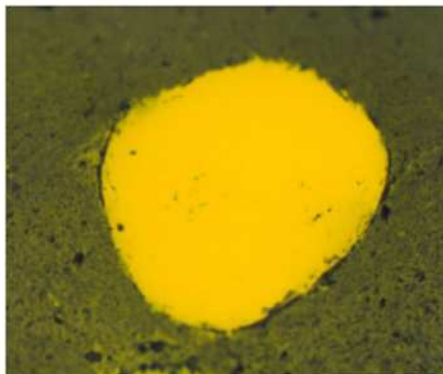


Figure A.1 — P/I/L/r

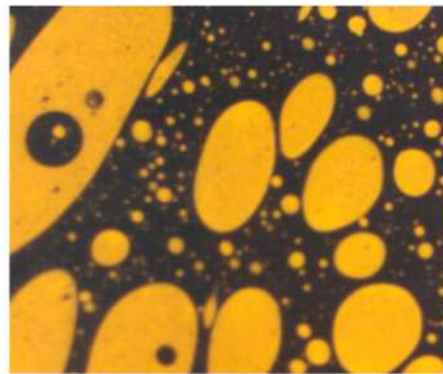


Figure A.2 — B/I/S/L/r

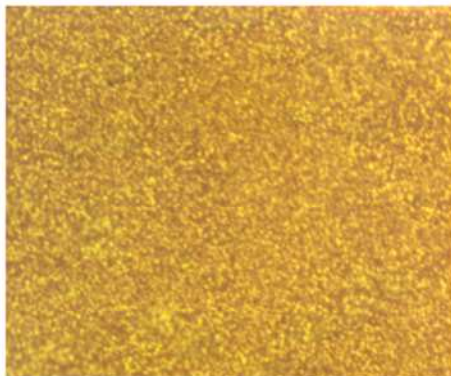


Figure A.3 — B/H/S/r

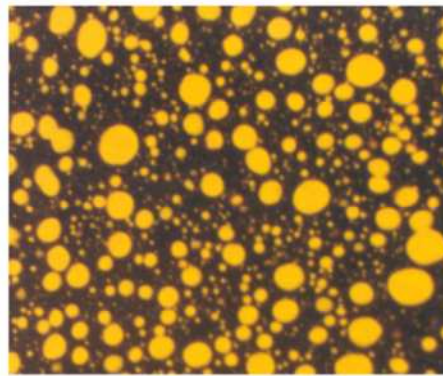


Figure A.4 — B/H/S/L/r



Figure A.5 — B/I/L/o

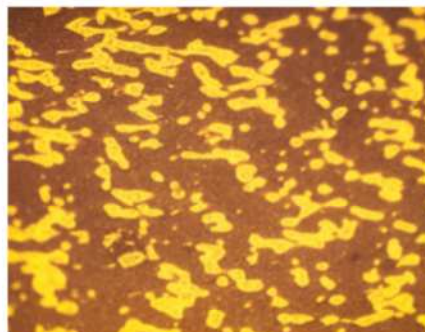


Figure A.6 — B/I/S/L/o

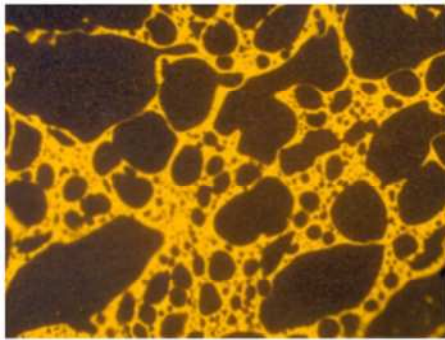


Figure A.7 — P/I/SL/o

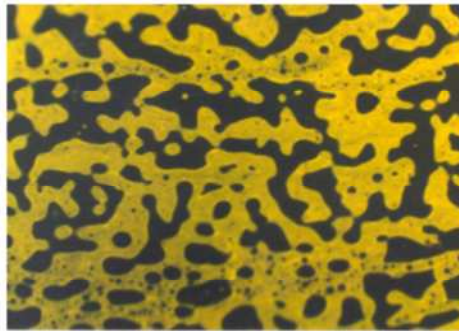


Figure A.8 — P/I/SL/o



Figure A.9 — P/I/SL/r



Figure A.10 — P/H/S/r



Figure A.11 — P/I/S/s



Figure A.12 — P/H/S/o

Fig7. Dispersions typiques de la norme NF EN 12632

6. Paramètres influents la micromorphologie

Une grande influence des paramètres de fabrication suivants, sur les propriétés d'un liant bitume-polymère :

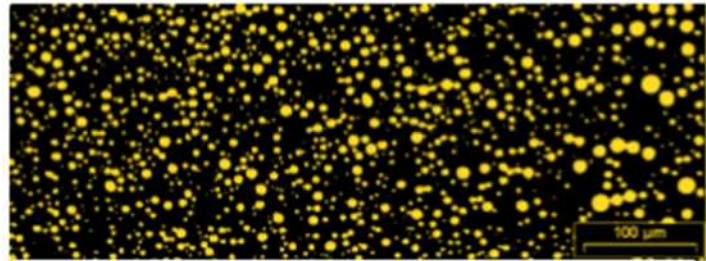
- Type de turbine (Cuves munies de pales, Installation avec deux unités doseuses, un réservoir de prémélange, une pompe doseuse et un moulin colloïdal...);
- Vitesse et énergie de malaxage ;
- Temps et températures de mélange (histoire thermique) ;
- Bitume de base ;
- Type et taux de polymère ;
- Utilisation ou non des agents de réticulation.

a- Influence du taux de polymère sur le type de phase :

On distingue trois type de phase :

-Phase bitume continue

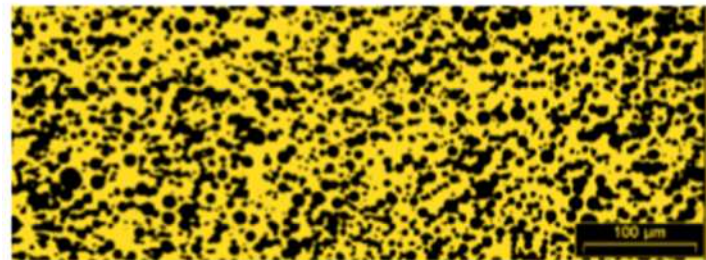
Aux faibles teneurs en polymère (en-deçà de 5 %) on observe une phase bitume continue avec un polymère dispersé. Dans cette situation, les propriétés du mélange sont surtout modifiées par l'augmentation de la teneur en asphaltènes dans la phase bitume. Dans ce cas, le choix du bitume de base est déterminant vis-à-vis des propriétés finales ;



Microstructure d'un bitume plastomère à matrice bitume continue

-Phase polymérique continue

Aux teneurs en polymère élevées (au-delà de 5 %) on observe une phase polymère continue avec une phase riche en asphaltènes dispersée. Dans cette situation, les propriétés du mélange sont principalement déterminées par la phase riche en polymère et donc par le choix du polymère ;



Microstructure d'un bitume plastomère à matrice polymère continue

-Bitume avec phases entrelacées

Aux teneurs en polymère autour de 5 %, on observe deux phases continues entremêlées



Microstructure d'un bitume plastomère à matrice mixte

b- Influence du changement de classe de bitume :

À un taux de polymère constant de 6%, lorsque la teneur en malte augmente, la microstructure change. Avec le bitume dur, la phase continue semble être du bitume (cas a). En effet, il existe une phase continue noire et le haut niveau de polymère apparaît très brillant. En augmentant la teneur en huile et en travaillant avec du bitume plus tendre, on peut voir la phase inter-torsadée (cas b) ; les parties jaunes et noires sont légèrement fusionnées. Cependant, avec un bitume très doux et une teneur en huile élevée, la phase continue devient clairement le polymère (cas c) car les taches noires sont définies parmi une grande phase continue jaune. Cette évolution de la microstructure met en évidence le rôle joué par le maltène dans le polymère gonflé.

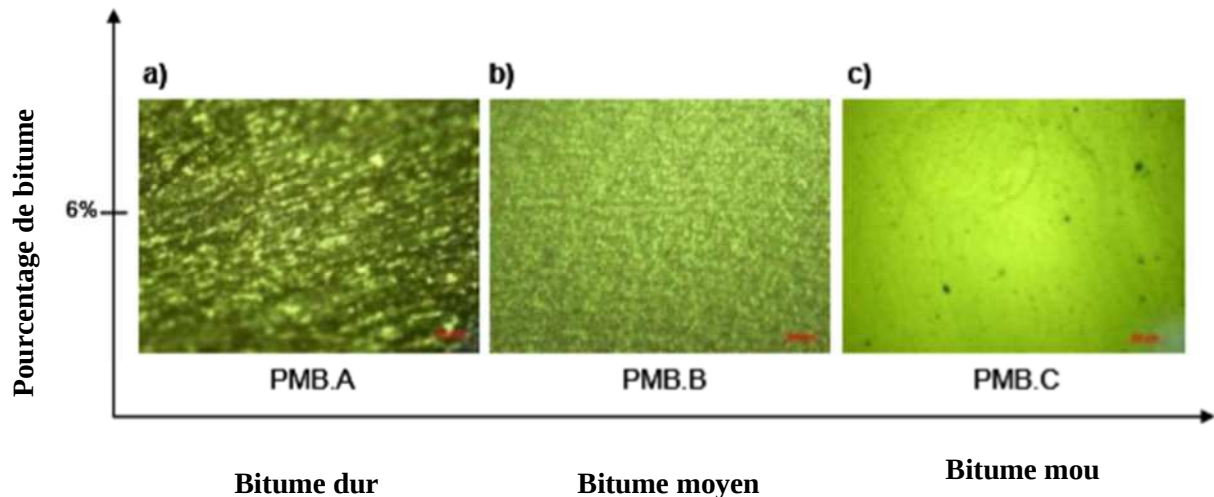


Fig9. Mélanges à 6% de polymère avec différentes classes de bitumes

c- Influence de la réticulation :

La réticulation est effectuée par ajout d'un réactif chimique après dispersion du polymère dans le bitume. L'agent de réticulation est généralement à base de soufre.

La microstructure résultant est extrêmement fine, de l'ordre du micron, voire submicronique. A cette échelle, les nodules de polymères gonflés conduisent à un fond continu fluorescent en microscopie de fluorescence. La figure 3.10 met en évidence le changement important de morphologie après réticulation par rapport au mélange physique initial.

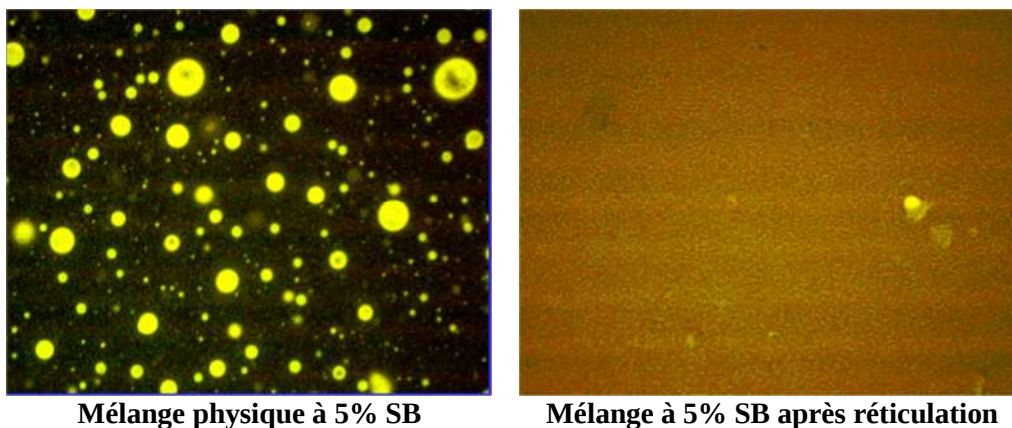


Fig10. Effet de la réticulation sur la morphologie du bitume

d- Influence de l'histoire thermique du mélange bitume/polymère

La microstructure des mélanges bitume/polymère dépend de l'histoire thermique de l'échantillon. Les images au microscope sont obtenues généralement sur des échantillons refroidis de bitume/polymère. Refroidi rapidement de la température élevée à l'ambiante, le bitume montre au microscope une phase dispersée très fine où la phase de polymère et de bitume peut difficilement être distinguée l'une de l'autre. Cependant, avec une faible vitesse de refroidissement, la dispersion devient en général plus grossière. Il importe de signaler ici que dans les matériaux bitumineux, la microstructure du liant modifié va évoluer dans des conditions complexes de refroidissement et de cisaillement lors des opérations de fabrication et de mise en œuvre.

Pour les implications pratiques, il est très important de noter que les phases riches en polymère et en asphaltènes ont aussi des densités différentes. Quand ils sont laissés au repos, les mélanges ont donc une tendance à la séparation de phases : crémage de la partie riche en polymère, précipitation de la phase riche en asphaltènes.

Il importe de savoir que même des mélanges uniphasiques formés avec les bitumes les plus compatibles deviennent des systèmes à deux phases après refroidissement ; en d'autres termes, ces mélanges en sont jamais en équilibre thermodynamique. Si le refroidissement est rapide, on obtient une matrice à deux phases très fines, telle que quelques fois des techniques microscopiques spéciales comme le contraste de phases sont nécessaires pour visualiser la matrice. A l'inverse, si le refroidissement est lent, la dispersion peut être grossière et facile à observer en microscopie de fluorescence.

-Sur une goutte de bitume :

La figure 11 montre à travers la méthode sur une goutte de bitume, que lorsque la température diminue, la morphologie devient de plus en plus grossière et des gouttes séparées de phases concentrées de polymère deviennent claires. Ces graphiques indiquent que la séparation de phase entre le polymère et le bitume se produit via une température critique du mélange.

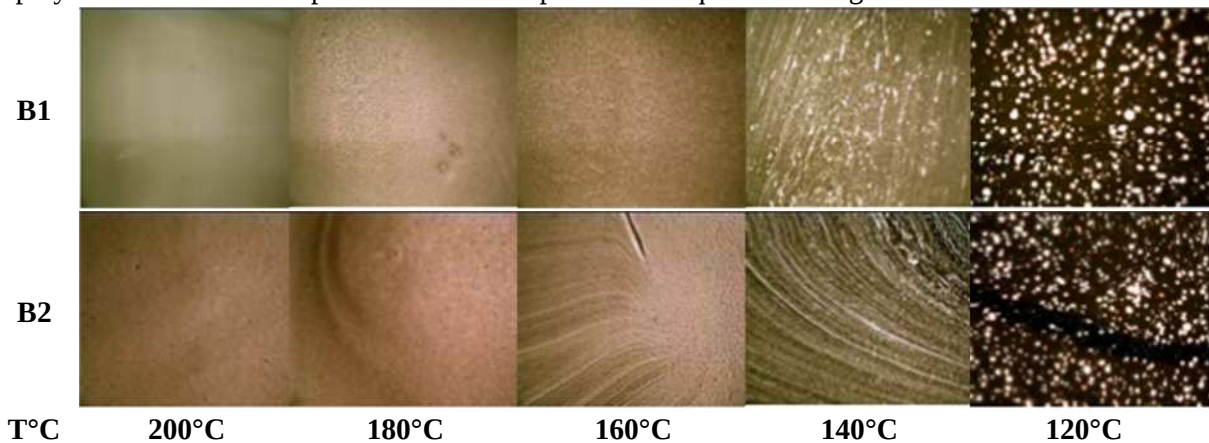


Fig11. Effet de l'histoire thermique sur la morphologie de deux bitumes à 5%SBS.

Photographies prises sur des gouttes de bitumes après avoir agité les échantillons pendant 10 min à la température indiquée et à un taux de cisaillement constant (100/s)

-Sur une surface fracturée à froid :

La figure 12 montre à travers la méthode de fracture à froid, l'influence de la vitesse de refroidissement. Les échantillons refroidis rapidement montrent une morphologie beaucoup plus homogène que les échantillons refroidis lentement ou isothermes à une certaine température.

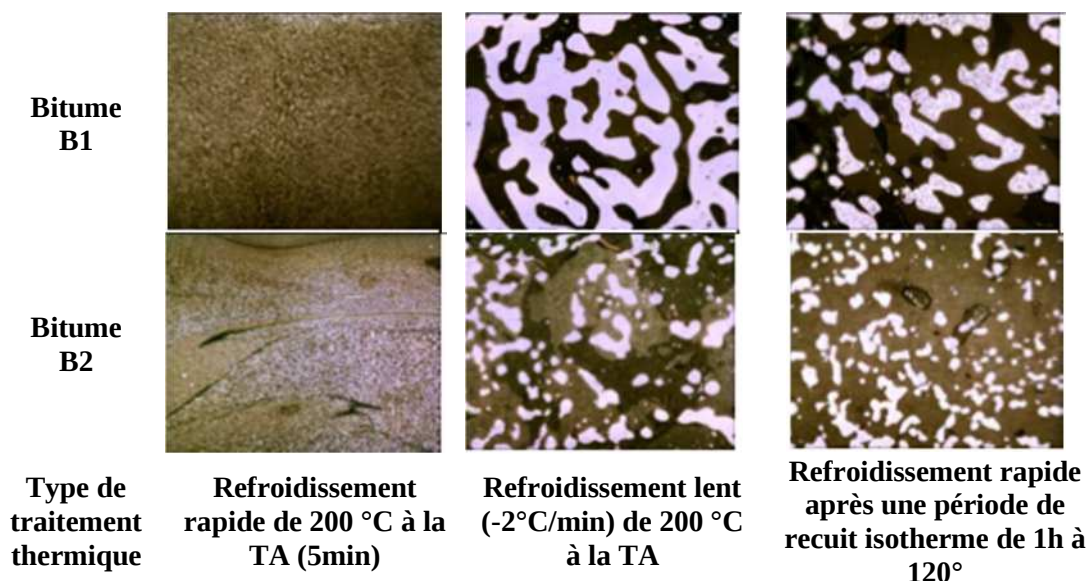


Fig12. Effet de l'histoire thermique sur la morphologie de deux bitumes à 5%SBS
Photographies prises sur surfaces fracturées après différents traitements thermiques. Tous les échantillons sont remplis à une température de 200 ° C.

7. Appareillage et mode opératoire pour les bitumes modifiés

Norme de référence : NF EN 13632 - Visualisation de la dispersion des polymères dans les bitumes modifiés par des polymères.

Principe de la méthode :

Un échantillon de bitume modifié par des polymères est homogénéisé par agitation douce puis versé dans un moule préchauffé. Après un refroidissement contrôlé jusqu'à la température ambiante, l'échantillon est refroidi jusqu'à une température inférieure à - 20 °C pendant une durée minimale. La couche de bitume est cassée en petits morceaux et la surface fraîchement cassée est observée sous un microscope avec un grossissement de 25 fois à 500 fois. Les images obtenues sont enregistrées par un procédé photographique ou électronique.

Appareillage :

-Microscope à épifluorescence, (excitation par lumière incidente), doté d'une source de lumière basé sur le mercure (longueurs d'onde de 350 à 650 nm) et d'un système de filtres spécifiques : filtre d'excitation bleu violet, diviseur de faisceau et filtre d'émission.

-Congélateur ou carboglace, Outil tranchant, Cuvette en aluminium jetable $h \times \Phi \sim 35\text{mm} \times 70\text{mm}$, Cuvette d'évaporation en porcelaine jetable $h \times \Phi \sim 60\text{mm} \times 150\text{mm}$ (volume 600ml), Agrégat fin (sable), Bain de sable régulé en température

Mode opératoire :

- 1- Prélèvement selon NF EN 58 ;
- 2- Préparation selon NF EN 12594 ;
- 3- Homogénéisation au moins 1min et max 5min en évitant l'inclusion des bulles d'air ;
- 4- Versement le bitume dans la cuvette placée dans le bain de sable (préchauffé à la même température) ;
- 5- Refroidissement jusqu'à température ambiante ;
- 6- Refroidissement à -20°C ou moins (jusqu'à fragilisation) : minimum 3h congélateur ou 10 min à l'aide de la carboglace

- 7- Préparation de petits morceaux du matériau congelé, par cassage par flexion (Entaille de préfissuration) ou coupage avec un outil tranchant approprié (Eviter le ciseaux).
- 8- Exam de l'échantillon à travers un verre protecteur ou directement sur la surface : Quand un verre protecteur est utilisé, présenter la surface fraîchement cassée ou coupée sur une lamelle de verre : s'assurer qu'il y adhère bien, que la surface observée est parfaitement horizontale et plate. Réaliser l'observation avec un grossissement approprié (25 à 500 fois).

Expression des résultats :

La distribution de la phase polymère dans le bitume peut être évaluée soit par détermination de la distribution de la taille des particules observées, soit par comparaison de l'image obtenue avec des photographies de référence (Annexe de la norme NF EN 13632) :

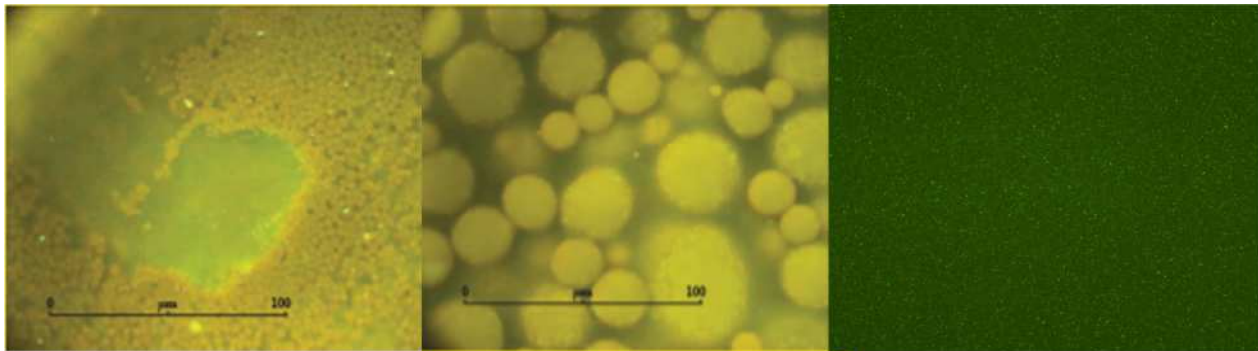
8. D'autres applications : émulsion de bitume modifié ECF, Mélange hydrocarboné

D'autres applications de la technique sur des matériaux autre que le bitume modifié sont possibles :

a- Application sur émulsion de bitume modifié pour ECF

Un échantillon d'émulsion est refroidi dans une boîte en verre (Boîte de pétri), est observé directement sur la surface ou à l'envers, la contraste est fonction des molécules aromatiques présentes.

La dispersion du polymère peut être faite conformément au classement de Zenke ou la norme NF EN 13632.



Interface granulat-émulsion

Emulsion industrielle

Emulsion de bitume modifié

Fig13. Morphologie des émulsions sous microscopie à épifluorescence

b- Application sur mélange hydrocarboné :

L'observation directe et l'expertise de la microstructure des bitumes polymères dans les enrobés spéciaux est particulièrement importante vis-à-vis de l'évaluation de la modification apportée par le polymère dans la mesure où c'est cette microstructure qui peut être corrélée aux caractéristiques performantielles du béton bitumineux ou aux résultats des tests de laboratoire appliqués aux enrobés.

Des recherches ont démontré que la température de mélange et la vitesse de refroidissement pouvaient avoir un effet déterminant sur la microstructure et les propriétés de certains bitumes polymères. Dans ces conditions, on imagine aisément que la connaissance de la structure du liant modifié avant enrobage peut être tout à fait insuffisante puisque, car chaque mélange a sa propre température de mélange et lors de la fabrication de l'enrobé et de son refroidissement, le bitume polymère subit une histoire thermique particulière, différente de celle du laboratoire, qui le conduit à une structure spécifique. Un autre problème est celui d'interactions éventuelles entre le liant modifié et la fraction minérale, qui ne peuvent être étudiées que par observation directe du mélange.

Cette technique permet d'obtenir des informations complémentaires sur la structure de l'enrobé telles que la composition minéralogique du granulat ou du filler, sur des indices d'altération du granulat, sur la répartition du filler et l'homogénéité du mastic, sur la présence de fillers spéciaux tels que les cendres volantes ou les fibres, sur l'adhésion liant-granulat, y compris les indices de désenrobage, l'absorption d'une fraction du liant par des granulats poreux, la localisation et la dimensions des fissures, etc.

L'observation est faite sur des lames minces ou des surfaces polies :

-Lame mince : de 20 μm d'épaisseur et de 30x45mm de surface préparée à partir de d'échantillon de 10 cm d'épaisseur collé sur une lame de verre et surfacée à l'aide de rouleaux diamantés à une température de -5°C.

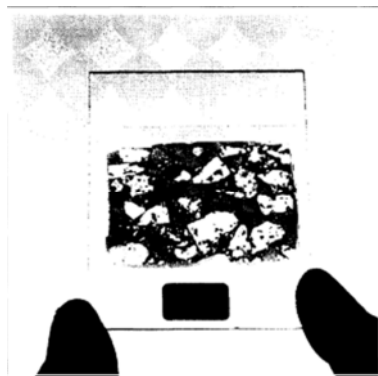


Fig14. Lame mince d'enrobé

-Surface polie : de 10 mm d'épaisseur et de 10x10cm de surface préparée

On recommande l'observation de la structure des bitumes polymères sur des sections polies pour des contrôles de qualité. Dans le cas de travaux ou recherches scientifiques, d'expertise ou de développement, on peut examiner des surfaces polies et/ou des lames minces pour l'observation de la structure des bitumes polymères dans les bétons bitumineux spéciaux.

Exemples :

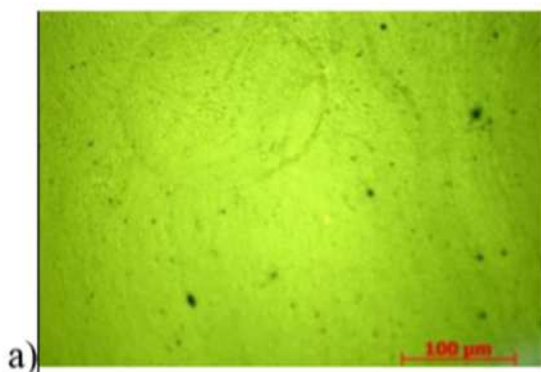


Fig15. Bitume mou modifié avec plus de 7% de SBS réticulé

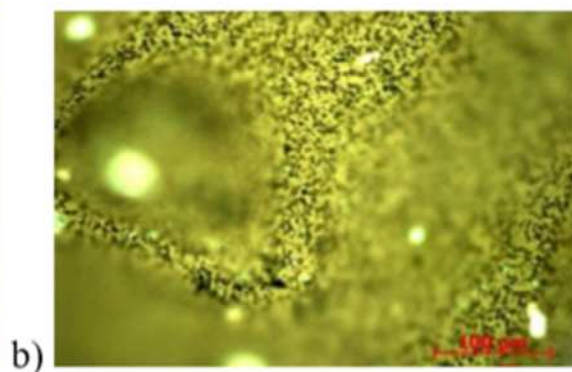


Fig16. Agrégat mélangé avec le même bitume modifié

La microstructure de ce bitume mou modifié avec plus de 7% de SBS réticulé, met en évidence une phase continue de polymère. Cette microstructure particulière donne des propriétés exceptionnelles (résistance aux essais d'orniérage et de fatigue, etc.) au béton bitumineux. De plus, des photographies prises de l'agrégat revêtu montrent que le liant modifié est étalé de façon homogène sur la surface de l'agrégat.

Fig17. bitume de qualité moyenne modifié avec 5% de SBS réticulé

Fig18. Agrégat revêtu utilisant ce bitume modifié

La microstructure du liant utilisé en utilisant un bitume de qualité moyenne modifié avec 5% de SBS réticulé met en évidence une phase continue de polymère. Cette microstructure particulière donne des propriétés exceptionnelles au béton bitumineux. De plus, des photographies prises de l'agrégat montrent que le liant modifié est étalé de manière homogène sur la surface de l'agrégat.

L'étude, limitée à des bitumes plastomères ou élastomères obtenus par simple mélange physique, confirme et complète une étude antérieure de F. Durrieu et M. Ballie : dans la majorité des cas étudiés (bitumes EVA et SBS), la structure du liant modifié observé dans l'enrobé spécial n'est pas toujours comparable à celle du bitume polymère avant enrobage. On n'observe pas de phase continue polymère dans l'enrobé quand bien même elle existe sur le liant avant enrobage (fig21 et 22).

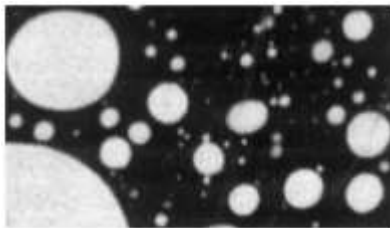


Fig19.Bitume modifié à 7%EVA à matrice bitume continue (0.2x0.4mm)

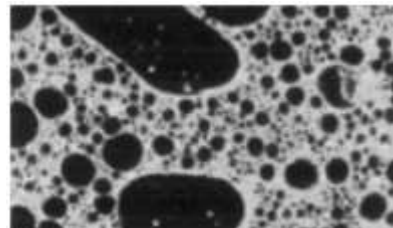


Fig21.Bitume modifié à 7%SBS à matrice polymère continue (0.2x0.4mm)



Fig20. Section mince d'un "stone mastic asphalt" produit avec le liant dans la figure 17.

La phase polymère peut être vue comme un film contre le grand agrégat et comme de petits globules dans une phase bitume continue(0.2x0.4mm)



Fig22. Section plane d'un "stone mastic asphalt" produit avec le liant dans la figure 18.

La phase polymère peut être considérée comme une phase bitume continue sous forme de petits globules avec un réseau interne (0.2x0.4mm)

III. Expérimentation : Illustration photographiques des visualisations réalisées par le CERIT

-Bitume modifié (0.5x0.6mm):

Bitume pur	Phase bitume (Peu modifié)
Phase bitume non homogène (B/I/SM/o)	Phase bitume non homogène (B/I/M/o)
Phase bitume non homogène (B/I/L/o)	Phase bitume homogène (B/H/SM/r)
Phase bitume homogène (B/H/SM/r)	Phase bitume non homogène (B/I/SM/o)

Phase bitume non homogène (B/H/SM/r)	Phase bitume non homogène (B/I/SL/o)
Phase bitume non homogène (B/I/SL/o)	Phase bitume non homogène avec polymère non dispersé (B/I/L/o)
Bitume modifié au Lucobit (B/H/SM/r)	Phase bitume non homogène (B/I/SL/o)
Aspect vermiculaire	Aspect vermiculaire

Bitume modifié réticulé (B/H/S/r)	Bitume modifié EVA réticulé (B/H/S/r)

-Mastic (0.5x0.6mm) :

Mastic à base de bitume modifié	Mastic à base de bitume modifié

-Emulsion de bitume modifié pour ECF (0.5x0.6mm) :

Emulsions de bitume modifié pour ECF présentant dans la majorité des cas, une dispersion homogène avec des tailles de particules petites (0.5x0.6mm)	

IV. Conclusion

-Les bitumes modifiés sont des « systèmes moléculaires organisés » complexes.

- Ils sont très dépendants du polymère : sa nature, sa structure et sa concentration ;
- Ils dépendent aussi :
 - o de la nature (composition, structure, origine) et de la classe du Bitume de base
 - o du Procédé de Mélange
 - o de l'ajout éventuel d'agent de compatibilisation ou agent de réticulation

-La microscopie à fluorescence est la technique la plus fréquemment utilisée pour évaluer l'état de dispersion des phases de polymère et de bitume. Il repose sur le principe que les polymères, gonflés par certains des constituants du bitume auxquels ils ont été ajoutés, sont fluorescents à la lumière ultraviolette. Ils émettent une lumière jaune-verte alors que la phase de bitume reste noire.

-La modification des bitumes par des polymères peut conduire à deux systèmes de phases distincts :

- Dans le premier cas, le polymère se trouve plus ou moins dispersé dans la matrice bitume. Le système reste homogène pendant un certain temps, en fonction de la composition chimique des produits mis en jeu, leur compatibilité mutuelle, l'apport d'énergie de dispersion et d'autres facteurs tels que la masse moléculaire et la polarité. Le niveau de dispersion du polymère a une influence importante sur les propriétés physiques du liant.

- Dans le second cas, la phase polymère devient la phase continue dans laquelle le bitume est plus ou moins finement dispersé, agissant comme plastifiant ou diluant. Dans ce cas, la distribution du bitume dans la phase polymère présente une importance certaine pour les propriétés physiques du système.

En dehors de ces deux cas principaux, il existe des mélanges pour lesquels une inversion de phases débute, dans ce cas, les deux types de systèmes sont observables simultanément. Ce phénomène est également dépendant de la température et de la durée dans le temps.

-Les observations réalisées par le CERIT, ont permis de visualiser ces différents systèmes. Des études poussées des paramètres influents la morphologie, leur interaction permettront de mieux comprendre leur influence sur la qualité finale du mélange.

BIBLIOGRAPHIE :

- COMPARAISON ENTRE LA MICROSTRUCTURE DES BITUMES POLYMERES TELS QUELS ET DANS LES ENROBES SPECIAUX : BULLETIN DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSÉES - 219 - JANVIER-FÉVRIER 1999 - RÉF. 4224 - PP. 3-16.

-LIANTS BITUMES-POLYMERES – DE LA FABRICATION A LA MISE EN ŒUVRE EN ENROBES: INFLUENCE DE LA NATURE DU BITUME SUR LEURS PROPRIETES MECANIQUES, LEUR MICROMORPHOLOGIE ET LEUR STABILITE THERMIQUE – ANNE DONY.

-EMPLOI DES LIANTS BITUMINEUX MODIFIÉS, DES BITUMES SPÉCIAUX ET DES BITUMES AVEC ADDITIFS EN TECHNIQUES ROUTIÈRES - COMITÉ TECHNIQUE DES ROUTES SOUPLES – ROUTES/ROADS - N° 303 - JULY 1999

-NF EN 13632 AOUT 2010.

-LONG-LASTING OVERLAYS BY USE OF HIGHLY MODIFIED BITUMINOUS MIXTURES - DELPHINE SIMARD.

-THE MORPHOLOGY OF BITUMEN-SBS BLENDS BY UV MICROSCOPY: AN EVALUATION OF PREPARATION METHODS - HILDE SOENEN*, XIAOHU LU**, PER REDELIUS**.

-MICROSCOPIE A EPIFLUORESCENCE-COLAS.

-POLYMERES ET BITUMES MODIFIES PAR DES POLYMERES - JEAN-PASCAL - TOTAL France.