

Développement d'émulsion biosourcée pour une application routière dans les enrobés à froid : Optimisation des paramètres de formulation et étude de la stabilité

TONNEL Bérénice¹, CANTOT Justine¹, GAUDEFRY Vincent¹, MANGIAFICO Salvatore², SAUZEAT Cédric², CHAILLEUX Emmanuel¹
¹MIT, Université Gustave Eiffel, ²LTDS, ENTPE

CONTEXTE ET OBJECTIFS

Enjeux

Besoin de décarboner le secteur routier

1. Diminuer l'utilisation de bitume
2. Réduire les émissions de CO₂

Solutions

1. Utiliser des huiles biosourcées
 2. Augmenter la part d'enrobés à froid
- Les enrobés à froid :
• Permettent de réduire les émissions de **50%**
• Ne représentent que **6%** des enrobés français

Verrous scientifiques

- Quels sont les facteurs qui impactent les propriétés de l'émulsion ?
- Quels paramètres de formulation pilotent la stabilité de l'émulsion ?

Objectifs

- ① Formuler une émulsion d'huile biosourcée viscosifiée
- ② Comprendre les paramètres influençant la stabilité des émulsions

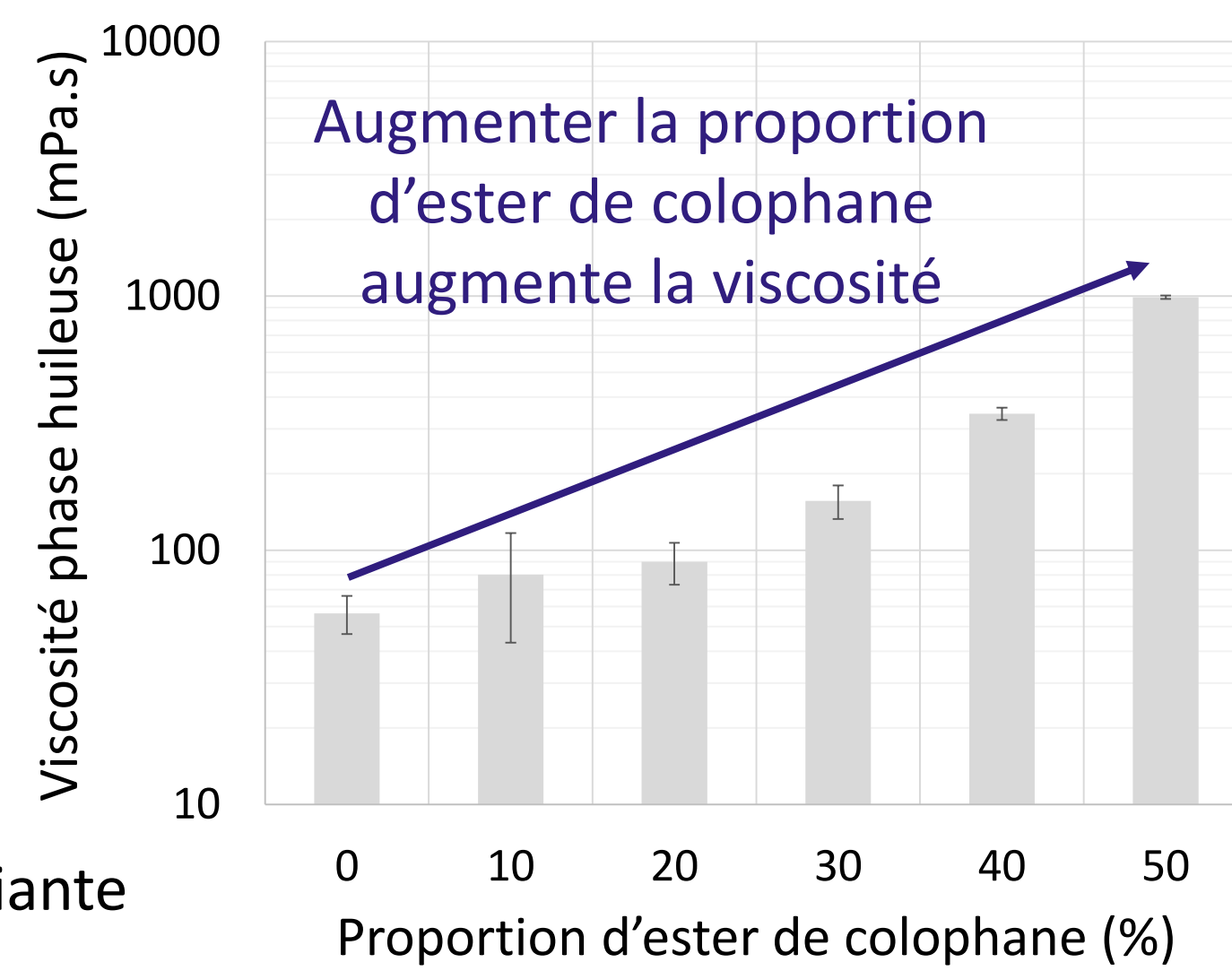
MATERIAUX ET METHODES

Matériaux

- 21 émulsions : 60% phase huileuse, 40% phase aqueuse
- 6 Phases huileuses :
 - Système huile végétale/ester de colophane
 - Différentes viscosités (0 à 50% d'ester de colophane)
- 7 Phases aqueuses :
 - 3 tensioactifs : anionique, cationique, non ionique
 - 3 concentrations : 0,5 cmc ; 2 cmc ; 5 cmc

Méthode

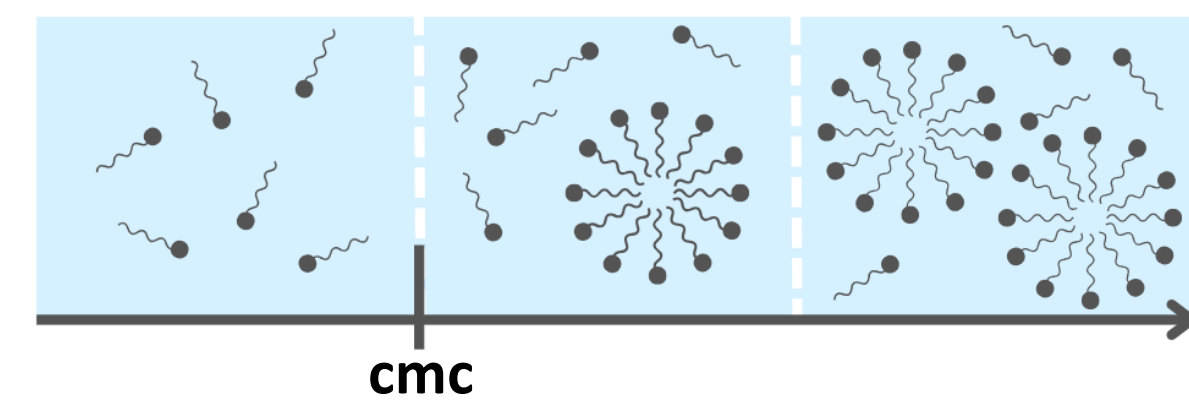
- Émulsification : ATMO Agilis de Vialab, 9000 rpm, température ambiante
- Étude visuelle de stabilité après stockage (21 jours à 40°C ou 70°C)
- Caractérisation de la viscosité par DSR (rotation monotone, 40°C)
- Caractérisation des diamètres des gouttelettes par granulomètre laser
- Mesure des tensions interfaciales au tensiomètre à gouttes thermorégulé ($V_{\text{goutte}} \approx 25 \mu\text{L}$)



Qu'est ce que la cmc ?

La concentration micellaire critique (cmc) est la concentration minimale à partir de laquelle des micelles de tensioactifs se forment.

- Déterminée par mesure de tension interfaciale²
- Tension interfaciale notée γ



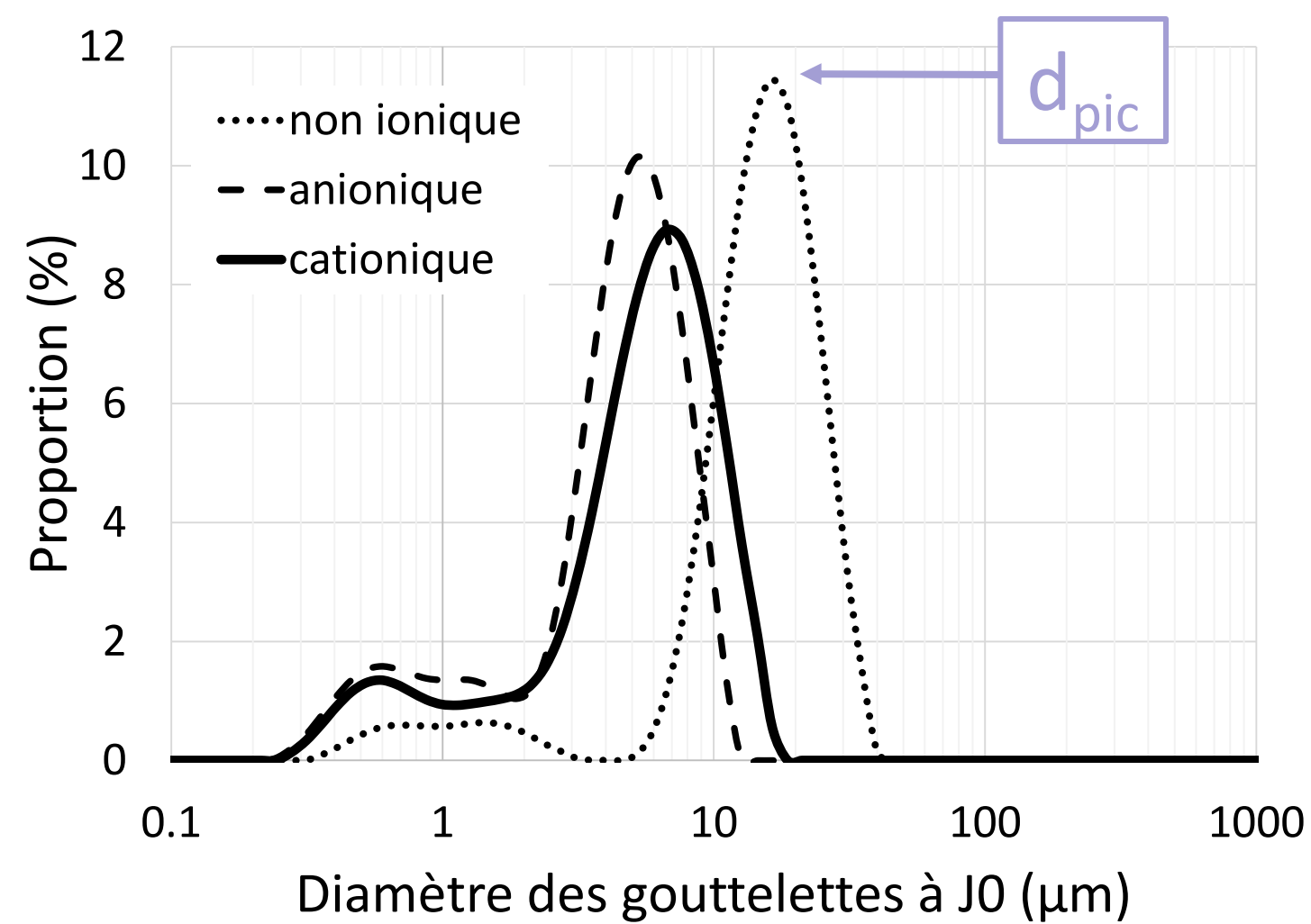
tensioactif	non ionique	cationique	anionique
cmc (g/L)	0,609	0,972	1,678
γ à 2 cmc (mN/m)	$4,8 \pm 0,16$	$8,4 \pm 0,32$	$9,21 \pm 0,25$

- Au dessus de 2 cmc : γ minimale du système et constante
- Efficacité du tensioactif définie par sa capacité à réduire γ

RESULTATS

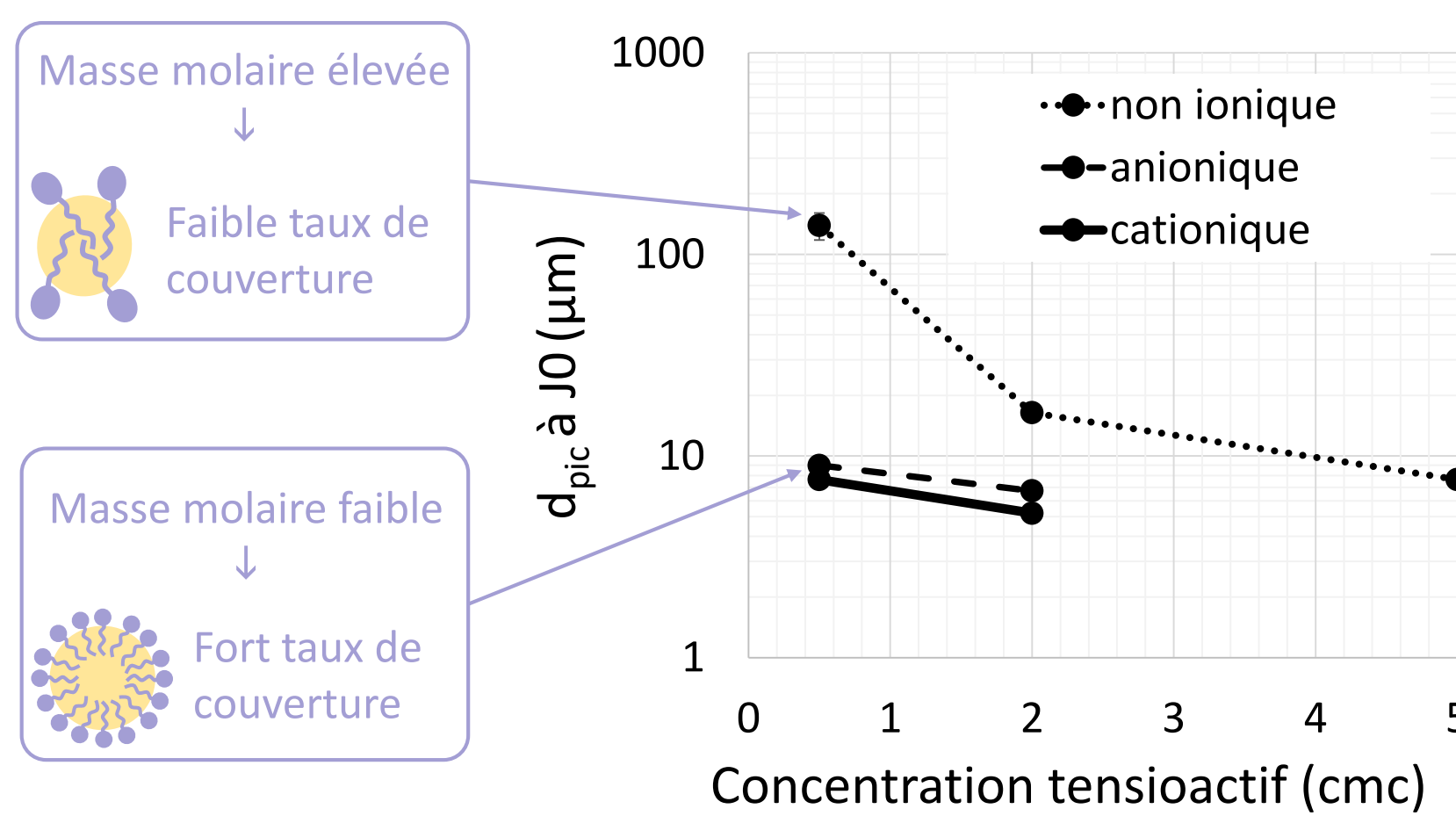
Choix du tensioactif et de sa concentration : étude d'huile de colza non modifiée

Influence de la nature du tensioactif à une concentration donnée (2 cmc) sur la distribution de la taille des gouttes à J0



- Tensioactif non ionique moins efficace car diamètre plus élevé
- γ seule n'explique pas la différence d'efficacité
- Hypothèse: meilleure efficacité des tensioactifs à faible masse molaire
- Avantage du cationique : déjà utilisé dans les émulsions de bitume

Influence de la concentration en tensioactif sur d_{pic} à J0

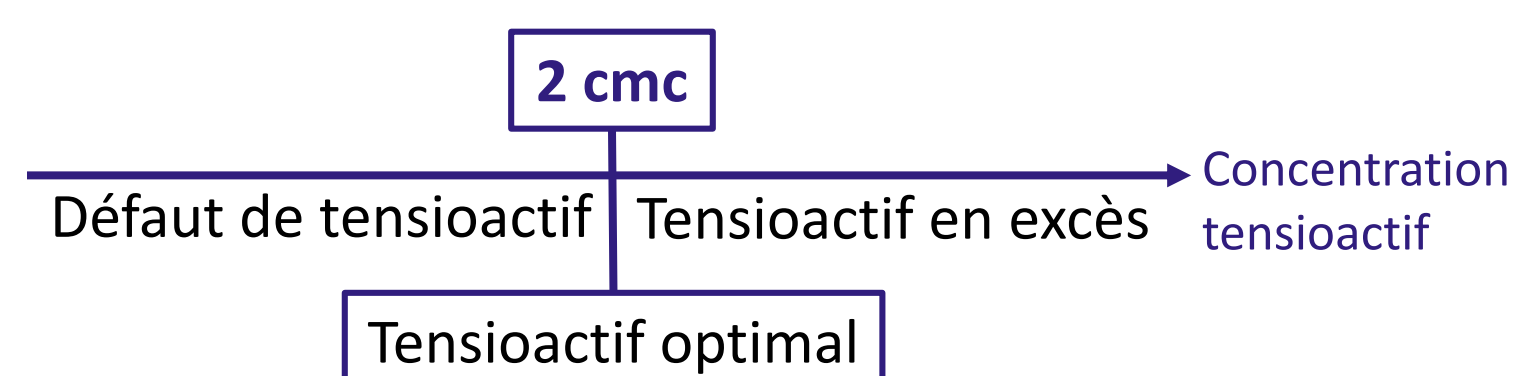


- Tensioactif non ionique : fort impact de la concentration sur d_{pic}
- À 5 cmc, le tensioactif non ionique atteint une efficacité équivalente à celle des tensioactifs cationique et anionique à 2 cmc

→ Hypothèse : meilleure efficacité des tensioactifs ayant un fort taux de couverture

Formulation optimale

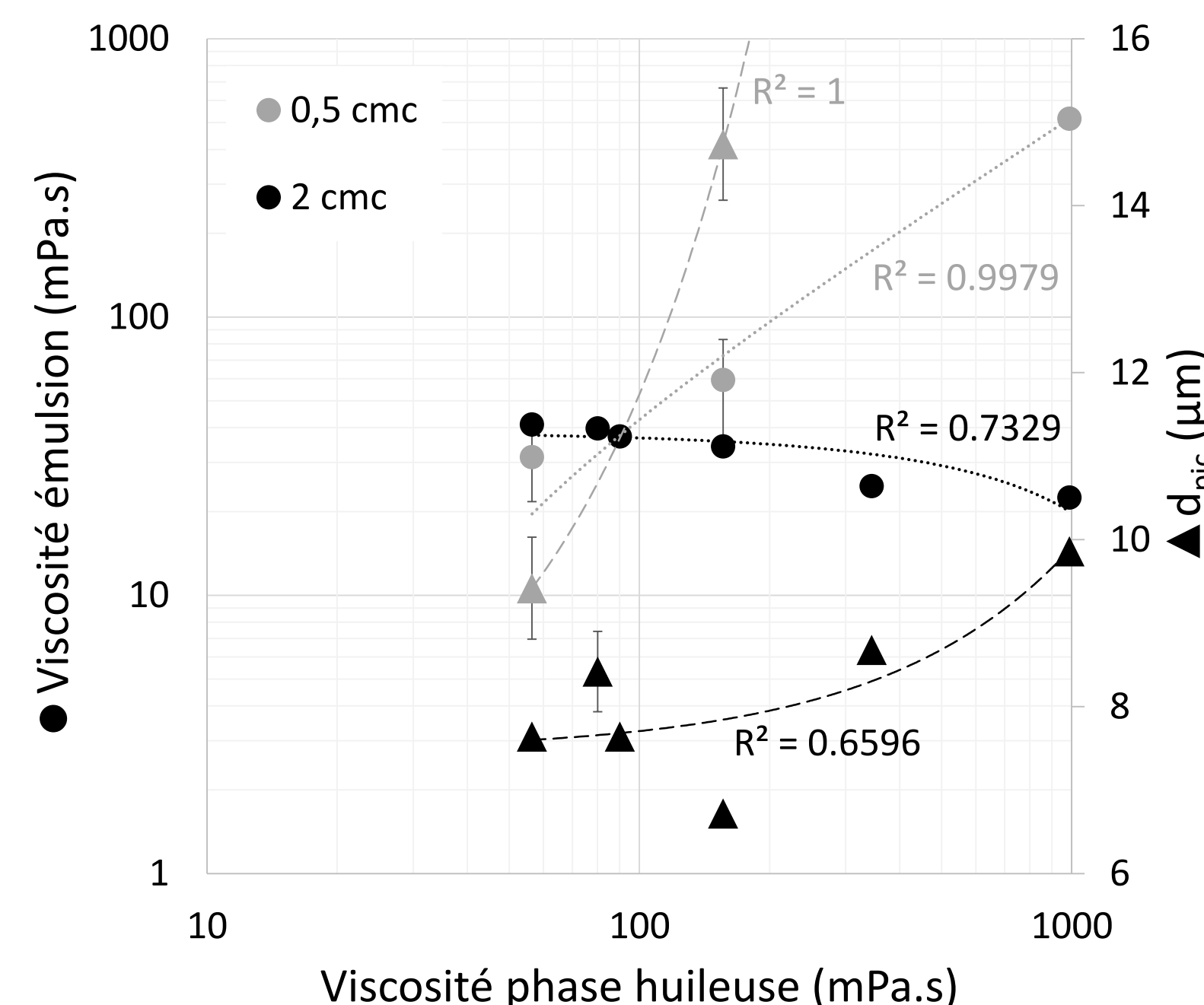
- Tensioactif cationique
- Concentrée à 2cmc



→ Qu'en est-il de la viscosité optimale de la phase huileuse ?

Choix de la viscosité de la phase huileuse : étude d'huile de colza viscosifiée par ester de colophane

Influence de l'augmentation de la viscosité de la phase huileuse sur d_{pic} et sur la viscosité de l'émulsion à J0



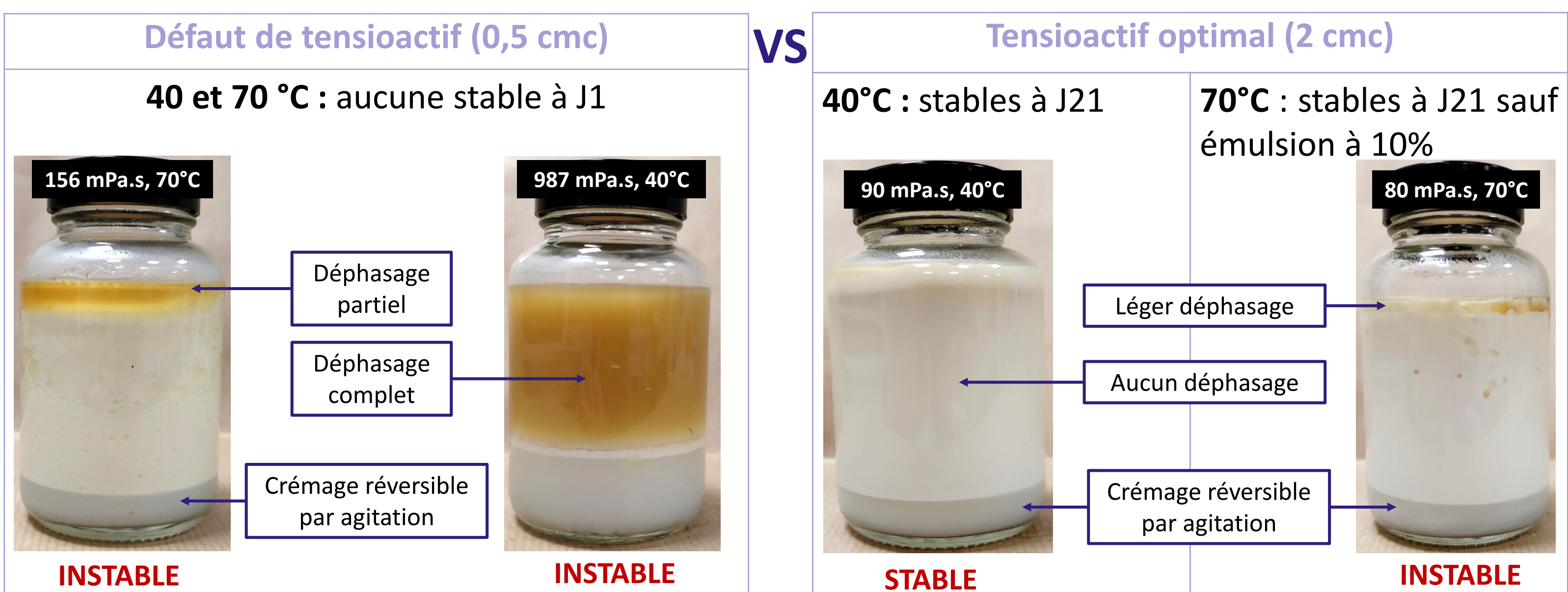
Défaut de tensioactif (0,5 cmc) :

- Augmente fortement la viscosité de l'émulsion
- Augmente fortement d_{pic}
- En trop faible quantité, on a déstabilisation au cours de la mesure

Tensioactif optimal (2 cmc) :

- Augmente légèrement d_{pic}
- Diminue légèrement la viscosité de l'émulsion
- Tendence observée en accord avec loi d'Einstein modifiée³

Influence de la viscosité de la phase huileuse sur la stabilité des émulsions



→ Stabilité optimale si viscosité entre 100 et 1000 mPa.s (20 à 50 % d'ester de colophane)

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

- Formulation optimale : tensioactif cationique, 2 cmc, viscosité phase huileuse comprise entre 100 et 1000 mPa.s
- Défaut de tensioactif : fort impact de la viscosité de la phase huileuse sur d_{pic} et sur viscosité de l'émulsion
- Tensioactif en excès : faible impact de la viscosité de la phase huileuse sur d_{pic} et sur viscosité de l'émulsion
- Conditions de stockage (pour la formulation optimale) : aucune déstabilisation pour un stockage à 40°C

- Réussir à produire une méthode de formulation d'émulsion biosourcée
- Comment obtenir une viscosité de phase huileuse comparable au bitume ?
- Contrôle de la rupture de telles émulsions ?

Références

¹ Routes de France, Feuille de route : décarbonation, juin 2024

² Tonnel B., Understanding the emulsification mechanism by interfacial tension: application to alternative binders, Petersen Asphalt research conference, Juillet 2025

³ Choi SJ., Schowalter WR., Rheological properties of nondilute suspensions of deformable particles. Physics of Fluids. 1975;18(4):420-7