



**HAL**  
open science

# Cinétique de mélange des enrobés recyclés et influence sur les performances mécaniques

Julien C. Navaro

► **To cite this version:**

Julien C. Navaro. Cinétique de mélange des enrobés recyclés et influence sur les performances mécaniques. Génie des procédés. Arts et Métiers ParisTech, 2011. Français. NNT : ENAM20110016 . pastel-00613982

**HAL Id: pastel-00613982**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00613982>**

Submitted on 8 Aug 2011

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

**Spécialité " Science des Métiers de l'Ingénieur "**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Julien NAVARO**

le 25 Mai 2011

## **Cinétique de mélange des enrobés recyclés et influence sur les performances mécaniques**

Directeur de thèse : **Denis BRUNEAU**  
Co-encadrant de thèse : **Ivan DROUADAINE**  
Co-encadrant de thèse : **Johan COLIN**  
Co-encadrante de thèse : **Anne DONY**

### **Jury**

**M. Henri BERTIN**, Directeur de Recherche, CNRS, I2M TREFLE  
**M. Ferhat HAMMOUM**, Docteur HDR, MIT, IFSTTAR  
**M. Daniel PERRATON**, Professeur, LUCREB, ETS  
**M. Denis BRUNEAU**, Docteur HDR, I2M TREFLE, ARTS ET METIERS PARISTECH  
**M. Ivan DROUADAINE**, Responsable de recherche, CRM, EUROVIA  
**M. Johan COLIN**, Docteur, IRC MO, ESTP  
**Mme. Anne DONY**, Docteur, IRC MO, ESTP

Président du jury  
Rapporteur  
Rapporteur  
Directeur de thèse  
Invité  
Invité  
Invitée

**T  
H  
È  
S  
E**



*À mes parents, ma sœur et mon frère  
pour leur gentillesse, leur credo et leur soutien indéfectible*

*À Nathalie Kiewsky, ma fiancée  
pour son soutien, sa patience et son unicité  
À ses parents pour leur gentillesse*

*« Rien ne va de soi. Rien n'est donné. Tout est construit. »  
Gaston Bachelard*





# REMERCIEMENTS

Premièrement, je remercie messieurs Serge EYROLLES et Roger MARTIN pour avoir originellement initié ce partenariat ESTP / EUROVIA qui s'est concrétisé par une thèse industrielle CIFRE / ANRT réalisée dans une coopération inédite et tripartite ESTP / EUROVIA / ARTS et METIERS PARISTECH. Dans le cadre de cette collaboration, le travail de thèse présenté dans ce document participe de la politique innovation de l'ESTP en traitant d'un sujet dont la réalité industrielle et technique est assurément contemporaine : le recyclage des produits bitumineux résultant de la déconstruction des structures routières.

Dans un second temps, je remercie les entités et institutions m'ayant accueilli, ainsi que l'ensemble des acteurs participant au bon fonctionnement de celles-ci.



Mes remerciements s'adressent ensuite à mon comité de pilotage du projet dont je retiendrai la perspicacité, la largeur de vue, la disponibilité, ainsi que des compétences opérationnelles et techniques vastes. Ce comité de pilotage était composé de Ivan DROUADAINÉ - *Directeur de recherche au CRM* - de Anne DONY - *Professeur à l'ESTP* - de Johan COLIN - *Directeur du laboratoire IRC MO de l'ESTP* - et de Denis BRUNEAU - *Maître de conférences HDR de l'institut I2M de Bordeaux* -. Je remercie l'ensemble du comité de pilotage pour la qualité des conditions de travail qui m'ont été offertes.

Pour mon accueil dans la société EUROVIA, je remercie messieurs Guy VACHER – *Directeur Général Délégué* - et Michel Ducasse - *Directeur des Ressources Techniques* -. Pour l'ensemble de mon séjour au Centre de Recherche de Mérignac, je remercie Michel MAZE - *Directeur d'établissement* -. Pour la qualité de l'accueil à l'ESTP, je remercie Florence DARMONT - *Directrice Générale de l'ESTP* -. Pour son accueil au sein de l'école doctorale des ARTS et METIERS PARISTECH et la bonne gestion de celle-ci, je remercie Gérard COFFIGNAL - *Directeur de l'école doctorale ED 432* -. Pour mes séjours à l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux, je remercie Eric ARQUIS - *Professeur Directeur de l'I2M* - ainsi que Jean-Christophe BATSALE - *Professeur Directeur du laboratoire TREFLE* -.

Pour sa présidence du jury lors de la soutenance publique de la présente thèse, je remercie Henri BERTIN - *Directeur de Recherche CNRS* -. Pour avoir rapporté ce travail, pour la qualité de leurs lectures critiques et la qualité des questions inhérentes, je remercie Ferhat HAMMOUM - *Docteur HDR Responsable du groupe MIT IFSTTAR* - et Daniel PERRATON - *Professeur au laboratoire LUCREB de l'Ecole de Technologie Supérieure de Montréal* -.

Pour l'ensemble du soutien technique et opérationnel apporté durant la réalisation de ce travail et pour avoir participé à la concrétisation de ce dernier, je remercie les équipes techniques d'EUROVIA et leurs Directions Régionales associées.

Je tiens à mentionner le plaisir que j'ai eu à travailler au sein d'équipes d'une humanité et d'une compétence technique et scientifique rare. Je réitère mes remerciements pour leur disponibilité et l'ensemble des réponses apportées à mes questions.

Le travail présenté dans ce document est le produit d'une découverte du domaine de la recherche appliquée et de rencontres qui en ont parsemé le chemin. Pour m'avoir entrouvert la porte de ce monde fait de frontières, je remercie Jean-François BONNET pour notre collaboration sur le projet eau et biocarburants au sein du club d'ingénierie prospective énergie et environnement. Pour avoir soutenu ma candidature à la présente thèse et pour son apport, je remercie Denis BRUNEAU, mon directeur de thèse. Pour avoir accepté ma candidature et son appui sans défauts, je remercie Ivan DROUADINE dont je n'oublierai pas le pragmatisme opérationnel. Pour avoir accepté ma candidature et leur engagement dans ce projet, je remercie Anne DONY et Johan COLIN.

Parmi les personnels du Centre de Recherche de Mérignac, je remercie Bertrand POUTEAU pour ses qualités scientifiques et l'aide apportée dans la dernière ligne droite. Je remercie Stéphane FAUCON DUMONT pour m'avoir transmis les bases et le goût des produits noirs ; produits attachants et sensibles. Je remercie Sabine LARGEAUD pour l'aide apportée à l'organisation des différents projets liants émaillant mon travail. Je remercie Frédéric DELFOSSE pour la diversité de nos échanges et sa curiosité. Je remercie Thomas DEVANNE pour son expertise du vieillissement. Je remercie Pascal ROUSSEAU pour m'avoir rappelé au souvenir de l'Espagne. Je remercie Emmanuel CHEVALIER et ses moulins à émulsion. Je remercie Romain LAFON, le prince de cailloux. Je remercie mon compagnon de bureau Samuel MENDEZ pour avoir supporté mes pérégrinations sur tableau blanc. Je remercie Laura JONOT pour sa spontanéité et lui souhaite de bons préparatifs. Je remercie Philippe BRO pour avoir participé au développement de l'essai de lixiviation et pour son fabuleux et pantagruélique poulet au vin jaune. Je remercie Loïc BRAULT pour m'avoir - en sécurité - ouvert aux résines. Je remercie Guy HURBIN et Patrice DIEZ pour la réalisation des mesures mécaniques et pour m'avoir offert le dernier résultat de fatigue pour Noël et tout en m'ayant pris la Russie. Je remercie Emmanuelle FAUCON DUMONT pour sa gentillesse et sa disponibilité. Je remercie Sébastien FER et Thomas GIANETTI pour avoir veillé sur mes éprouvettes et pour m'avoir formé à la fabrication et au compactage. Je remercie les filles des liants, Virginie DARRAILLAN et Fabienne ROBIN, pour m'avoir initié à la subtilité du coulage d'anneau et aux joies du RTFOT + PAV. Je remercie Hervé RAFFEGEAU pour l'aide apportée au montage de la manip et pour sa démonstration de l'utilité d'un beau ponçage. Je remercie Arnaud TARISSE pour les tours de Porsche à en devenir blême. Je remercie Pierre-Yves CHAILLEUX pour n'avoir pas fait visiter la lithothèque à Jérôme. Je remercie Jean-Michel THOMAS pour sa disponibilité. Je remercie Mathieu « the cornman » GARBAY pour sa formation expresse à de nombreux essais annexes. Je remercie Jérôme CURNET du Coin du Feu pour l'aide apportée durant la campagne des essais de microscopie. Je remercie Alain LE VAGUERESE et Nathalie LE VAGUERESE en leur qualité respective de docteur et doctoresse des cailloux. Je remercie Rémy TEIXEIRA pour sa bonne humeur constante. Je remercie Georges NANKOO pour sa similitude avec Juan NELSON. Je remercie Belem DE FERIA pour son ultime encouragement du jour J.

Je porterai une attention particulière à Nathalie PAQUET pour sa constance, sa compagnie et son soutien durant les moments d'écriture de la phase finale.

Pour la transmission orale de l'aventure d'une thèse, la capacité divinatoire des anciens, les discussions à n'en plus finir, la transposition des domaines ou simplement le bout d'histoire partagé en des moments doux ou durs, je remercie Samuel LETELLIER (pour Ostrogradsky), Christophe VALLET (Mister vannes ... enfin tribologie des vannes), Vincent SCHICK (qui est sorti), Jean-Luc DAUVERGNE (pièce de bœuf dorée mais pas plus), Vanessa HO KON TIAT (merci pour les PE), Mathieu BAMFORD (je comprends l'exultation de ta conclusion), Bérengère LEGER (et sa pugnacité), Essam ALMANSOUR (pour son apport à la méthanisation), Mario BOULOS et Malick CISSOKHO (respectivement indissociable et indissociable de la bonne humeur), Lilian CLERJAUD (merci pour les vidéos d'IR thermique HF), Marie DUSQUESNE (bon courage pour la fin de ta thèse), Serge EKOMY ANGO (j'aurai aimé goûter le poisson boucané), Cécile GABORIEAU (bon décrassage et/ou encrassage), Romain GUILLAUMENT (en l'honneur des Clusters de Labview...), Manu HEREDIA (doux voyage en Tunisie), Jesus NVE MITOGO ESENG (le temps d'un congrès au Touquet) et Pierre LAURENT (l'ED432 au technocentre), tous anciens ou actuels doctorants (hasta ...) du TREFLE. Bonne Chance.

Pour l'ensemble du temps passé au laboratoire IRC MO de l'ESTP-CACHAN, je remercie Margareta WALFARDEIN pour son accueil, son café et sa participation aux différents projets durant cette thèse. Je remercie Geoffroy MESNIER pour son volontarisme, sa sympathie, ainsi que pour l'aide apportée à la reconnaissance et au classement des granulats même tard le soir. Je remercie Nicolas LANTIAT, Rémi JOUANDOU, Carine FUSCH et Angélique FABRE DES ESSARTS, élèves de l'ESTP pour leur participation aux projets menés dans le cadre des Projets Industriels de Recherche des années 2009 et 2010. J'espère que cette aventure vous aura été profitable et vous souhaite bonne chance. Je souhaite bonne fin de thèse à l'ensemble des doctorants qui ont pris la suite au sein du laboratoire de recherche IRC MO de l'ESTP et en particulier à Yann SENGA dont j'ai hâte de lire les conclusions.

Je ne saurai clore ces remerciements sans apporter une attention spéciale à l'équipe de LULU dans la prairie et plus particulièrement à Mickael. Je ne dois omettre de remercier James Lind supporteur obligé des derniers mètres. Je ne remercie pas Hewlett-Packard à qui j'ai offert l'unique occasion de me décevoir.

Parmi d'autres, je mettrai plus que mon amitié pour remercier Gauthier Demangeon et Nancy Martin pour l'ensemble de leur œuvre et parce que *l'important c'est les valeurs*. Je remercie les personnes oubliées et qui m'excuseront de leur omission.

Bien à vous  
Julien NAVARO



# INTRODUCTION GÉNÉRALE

Depuis le sommet de Rio de 1992, la conscience environnementale des individus s'est affirmée et transparait maintenant dans l'activité économique et industrielle. Le développement durable fait le lien entre la croissance économique et la protection environnementale. En France, le vote de la loi du Grenelle de l'Environnement en octobre 2008 a permis la mise en place d'un cadre réglementaire planifiant les jalons du développement durable de notre société.

L'instauration de ces règles s'est traduite, dans le domaine de la construction routière, par un engagement volontaire signé le 25 mars 2009 (MEEDDAT 2009) entre les acteurs majeurs des infrastructures de transport, en partenariat avec le Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement Durable et de la Mer et l'Association des Départements de France. Les signataires s'engagent sur quatre objectifs de préservation (*préserver les ressources non renouvelables, préserver la biodiversité et les milieux naturels, réduire les émissions de gaz à effet de serre et la consommation d'énergie, réduire la consommation d'eau sur les chantiers de terrassement*) et cinq objectifs de développement (*accroître la performance environnementale des entreprises et de la route, améliorer la sécurité routière, la sécurité des personnels, des usagers et des riverains lors des opérations de travaux, participer au développement de la recherche et diffuser l'innovation, adopter un nouveau mode de partenariat vers un institut français de la route et des infrastructures de transport promouvoir et décliner localement les engagements*).

En réponse aux politiques environnementales de développement durable, des actions techniques sont mises en œuvre dans le domaine de la construction routière. Elles participent à l'amélioration du bilan environnemental des activités en réduisant l'utilisation de matières premières naturelles non renouvelables, et en réduisant l'énergie nécessaire à la fabrication des matériaux de construction.

C'est dans ce cadre technique et environnemental que s'inscrit le travail de thèse présenté dans ce document. Ce projet initié en mars 2008 résulte du partenariat de trois laboratoires de recherche : le Centre de Recherche de la société EUROVIA (Mérignac - 33), le laboratoire MO IRC (Matériaux et Ouvrabilité Institut de Recherche en Constructibilité) de l'École Spéciale des Travaux Publics (ESTP Cachan - 94) et le laboratoire I2M (Institut de Mécanique et d'Ingénierie) (Arts et Métiers ParisTech Talence - 33).

Le recyclage est aujourd'hui une réponse logique permettant de réduire la consommation de granulats et de liant bitumineux, matières premières naturelles non renouvelables. Il permet de plus d'annuler le coût

énergétique imputable à leur fabrication et de réduire celui de leur mise à disposition. La fabrication d'un enrobé constitué pour moitié de produits bitumineux recyclés permet une réduction de 10 % des émissions de gaz à effet de serre et une réduction de 40 % de l'épuisement des ressources naturelles. Du fait d'une première utilisation en chaussée, le liant bitumineux des matériaux devant être recyclés a évolué. Cette évolution est le résultat d'un vieillissement physicochimique conduisant à une rigidification. Un faible degré de mélange du liant des matériaux réutilisés et du liant apporté lors de l'opération de recyclage peut induire un risque engageant la maîtrise des performances mécaniques des enrobés recyclés.

La diminution de l'énergie nécessaire à la fabrication des enrobés bitumineux est réalisée en abaissant la température à laquelle les enrobés sont traditionnellement produits. Cette température de l'ordre de 160°C à 180°C peut être réduite de 30°C à 50°C. Une diminution de la température de 30°C permet de réduire l'énergie consommée de 10 %. Cet abaissement a pour conséquence directe d'abaisser la température à laquelle les constituants neufs et recyclés sont mélangés. Pour permettre cet abaissement de la température de fabrication, de nombreuses techniques et procédés sont utilisés industriellement.

Dans le but de réduire l'empreinte écologique des enrobés bitumineux, le domaine de la construction routière désire cumuler les avantages de ces deux techniques en maximisant d'une part le taux de recyclage des enrobés et en abaissant d'autre part la température de leur fabrication. En effet, pour un enrobé constitué pour moitié de produits bitumineux recyclés et dont la température de fabrication serait abaissée de 30°C, l'utilisation conjointe de ces techniques permettrait une réduction de 20 % des émissions de gaz à effet de serre et de 40 % de l'épuisement des ressources naturelles. Cependant, du fait de la dépendance de la viscosité des produits bitumineux à la température, cette pratique induit un risque pouvant conduire à une dégradation des performances mécaniques des enrobés bitumineux. Dans le but de permettre un développement de cette pratique environnementalement bénéfique, il convient d'appréhender ce risque en vue de le maîtriser pour le réduire.

Afin de préserver et garantir la durabilité des infrastructures routières, le travail présenté s'attache à comprendre les mécanismes régissant le mélange des constituants neufs et recyclés, afin de permettre une meilleure connaissance des enrobés recyclés et une optimisation des processus de recyclage. Le travail présenté considère pour différents taux de recyclage, les effets de la température de fabrication et de la durée de malaxage sur le mélange des constituants durant la fabrication. Ce travail est axé sur la compréhension des facteurs régissant le phénomène de remobilisation du liant des agrégats d'enrobé et leurs influences sur les performances des enrobés bitumineux. Pour cela, trois axes complémentaires de recherche sont engagés.

- Le premier axe de recherche vise à observer par des moyens d'observations microscopiques l'état de mélange des constituants au sein des enrobés recyclés. Cette étude est entreprise afin d'observer la manière dont le mélange est réalisé et de quantifier sa cinétique et l'influence sur celle-ci des paramètres régissant la fabrication des enrobés recyclés en laboratoire. Une technique permettant de différencier le liant vieilli et le liant neuf est développée en laboratoire. Elle est ensuite appliquée à un enrobé recyclé au taux de 70 %. La répétition des observations permet de quantifier la relation existante entre les paramètres de fabrication et le degré de mélange des constituants de l'enrobé recyclé.

- Le second axe de recherche vise à quantifier le degré de mélange des constituants vieillis et neufs en développant un dispositif expérimental dédié. Celui-ci a pour principe d'extraire progressivement le liant et les granulats de l'enrobé recyclé au moyen d'un solvant des liants bitumineux. L'analyse de la composition chimique des produits progressivement échantillonnés renseigne sur le degré de mélange des constituants au sein de l'enrobé recyclé. Cet essai est développé pour être applicable à une formule réelle d'enrobé. Il permet de quantifier l'influence des conditions de fabrication et du taux de recyclage sur le degré de mélange des constituants utilisés.
- Le troisième axe vise à quantifier l'influence du degré de mélange sur les propriétés mécaniques des enrobés recyclés. Pour cela, des enrobés de composition apparente identique, en termes de courbe granulométrique et de consistance du liant, sont fabriqués. Pour trois taux de recyclage, l'influence de la durée de malaxage et de la température de fabrication sur les caractéristiques mécaniques est mesurée. Les caractéristiques mécaniques considérées dans le cadre de cette étude sont la résistance à l'orniérage, le module de rigidité et la résistance à la fatigue.

Chaque axe de recherche développé apporte une information particulière caractérisant le degré d'homogénéité de l'enrobé recyclé au terme de la fabrication. La mise en commun de ces apports permet une compréhension de la relation existante entre le degré d'homogénéité et les performances mécaniques. Les apports résultants des recherches engagées dans les axes deux et trois permettent de proposer une solution technique visant à garantir la qualité des enrobés recyclés à fort taux et en abaissant la température de fabrication. En complément, l'observation du degré de mélange des constituants permet de proposer une justification plausible à la relation démontrée entre le degré de mélange et les performances mécaniques.

Le développement des axes de recherche est précédé d'une présentation générale allant de la description des constituants au fonctionnement mécanique des structures de chaussée jusqu'à leur recyclage. Cette partie destinée aux non-spécialistes est suivie de trois analyses bibliographiques dédiées aux axes de recherche engagés et présentés par la suite dans ce travail de thèse.



N° : ENAM 2011-0016

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE.....</b>	<b>9</b>
<b>TABLE DES ILLUSTRATIONS .....</b>	<b>17</b>
<b>TABLE DES TABLEAUX .....</b>	<b>21</b>
<b>NOMENCLATURE .....</b>	<b>23</b>
<b>CHAPITRE I            ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>27</b>
<b>I    <u>Introduction à la technique des produits bitumineux utilisés en construction routière : ...</u></b>	<b>29</b>
1.1 <i>La constitution d'une structure routière.....</i>	29
1.2 <i>Les enrobés bitumineux en technique routière.....</i>	30
1.3 <i>Dégradation des structures routières et travaux d'entretien.....</i>	32
1.4 <i>Préparation au recyclage des déchets bitumineux résultants de l'entretien du réseau routier.....</i>	34
1.5 <i>Recyclage des agrégats d'enrobé .....</i>	35
1.6 <i>Enrobé recyclé .....</i>	38
1.7 <i>Caractérisation des agrégats d'enrobé.....</i>	39
1.8 <i>Formulation des enrobés recyclés.....</i>	41
1.9 <i>Fabrication industrielle des enrobés recyclés.....</i>	45
1.10 <i>Définition du programme de recherche .....</i>	50
<b>II    <u>État de l'art de la caractérisation des enrobés recyclés par des méthodes permettant l'observation</u> .....</b>	<b>51</b>
II.1 <i>Observation à l'échelle de l'enrobé.....</i>	51
II.2 <i>Observation à l'échelle du granulat .....</i>	52
II.3 <i>Observation à l'échelle du liant.....</i>	54
II.4 <i>Définition d'un cahier des charges d'un essai d'observation des enrobés recyclés .....</i>	55
<b>III    <u>État de l'art de la caractérisation des enrobés recyclés par une méthode de dissolution du liant</u>.....</b>	<b>57</b>
III.1 <i>Caractérisation du degré d'homogénéité du mélange des liants par des essais de trempage de l'enrobé dans du solvant .....</i>	57
III.2 <i>Historique et évolution apportées à la méthode par trempage.....</i>	58
III.3 <i>Critique de la bibliographie existante.....</i>	60
III.4 <i>Choix des adaptations techniques réalisées .....</i>	61
<b>IV    <u>Performances mécaniques des enrobés bitumineux recyclés : méthode de formulation et influence des conditions de fabrication</u>.....</b>	<b>63</b>
IV.1 <i>Détermination des caractéristiques du liant d'apport dans le cadre de la formulation des enrobés recyclés .....</i>	63
IV.2 <i>Performances mécaniques des enrobés recyclés.....</i>	66
IV.3 <i>Conclusion .....</i>	69
<b>CHAPITRE II            DÉVELOPPEMENT D'UNE TECHNIQUE D'OBSERVATION ET CALCUL DU DEGRÉ DE MÉLANGE PAR ANALYSE D'IMAGES.....</b>	<b>71</b>
<b>I    <u>Adaptation et reproduction des essais de NGUYEN.....</u></b>	<b>73</b>
<b>II    <u>Méthode expérimentale d'observation des enrobés recyclés</u> .....</b>	<b>73</b>
II.1 <i>Observation des enrobés recyclés par microscopie ultra violet .....</i>	73
II.2 <i>Adaptation du liant d'apport .....</i>	74
II.3 <i>Préparation des échantillons d'enrobé recyclé.....</i>	75
II.4 <i>Conditions de réalisation des observations .....</i>	77
II.5 <i>Présentation des observations réalisées .....</i>	77
<b>III    <u>Définition d'un protocole d'analyse d'images</u> .....</b>	<b>78</b>

III.1	Protocole d'analyse d'images.....	78
III.2	Exploitation des chromatogrammes.....	83
<b>IV</b>	<b>Validation expérimentale du protocole d'analyse d'images.....</b>	<b>84</b>
IV.1	Caractérisation d'un enrobé recyclé fabriqué à 130°C au moyen de 6 couples d'images.....	84
IV.2	Validation statistique de la représentativité des observations.....	86
<b>V</b>	<b>Exploitation des résultats.....</b>	<b>91</b>
V.1	Présentation des résultats expérimentaux.....	91
V.2	Définition de deux indicateurs quantifiant le degré de mélange.....	91
V.3	Cinétique de mélange : évolution du degré de mélange en fonction des conditions de fabrication.....	93
<b>VI</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>96</b>
<b>CHAPITRE III</b>	<b>CARACTÉRISATION DU DEGRÉ DE MÉLANGE PAR UN ESSAI D'EXTRACTION PROGRESSIVE PAR LIXIVIATION DU LIANT DE L'ENROBÉ RECYCLÉ.....</b>	<b>99</b>
<b>I</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>101</b>
<b>II</b>	<b>Développement d'une méthode expérimentale de caractérisation du degré de mélange par extraction progressive du liant de l'enrobé recyclé.....</b>	<b>101</b>
II.1	Comparaison des vitesses de dissolution correspondante à un liant d'agrégats d'enrobé et à des bitumes de grade 10/20 et 70/100.....	101
II.2	Système expérimental d'extraction du liant par lixiviation d'échantillons d'enrobés recyclés.....	102
II.3	Préparation des échantillons d'enrobé recyclé destinés à caractériser l'aptitude du dispositif à mesurer le degré de mélange d'un enrobé recyclé à fort taux fabriqué en laboratoire.....	105
II.4	Mode opératoire d'extraction du liant d'enrobé recyclé et de préparation des solutions d'échantillon de lixiviat.....	106
II.5	Mesure de la fraction massique de liant d'agrégats d'enrobé dans le liant présent dans les solutions préparées.....	108
<b>III</b>	<b>Exploitation des résultats obtenus par la réalisation de l'essai d'extraction progressive.....</b>	<b>111</b>
III.1	Comparaison des cinétiques de lixiviation des échantillons d'enrobé recyclé de même composition et dont la méthode de fabrication diffère.....	111
III.2	Évolution de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé dans le liant lixivié d'échantillons d'enrobé recyclé de même composition et dont la méthode de fabrication diffère.....	113
III.3	Exploitation de l'essai d'extraction progressive dans le cadre d'un plan d'expériences.....	120
III.4	Première application industrielle du dispositif d'extraction progressive à la caractérisation d'enrobés recyclés fabriqués à chaud en centrale.....	125
<b>IV</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>126</b>
<b>CHAPITRE IV</b>	<b>INFLUENCE DU DEGRÉ DE MÉLANGE SUR LES PERFORMANCES MÉCANIQUES DES ENROBÉS RECYCLÉS.....</b>	<b>127</b>
<b>I</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>129</b>
<b>II</b>	<b>Présentation des paramètres étudiés et du plan d'expériences mise en œuvre.....</b>	<b>129</b>
II.1	Les plans d'expériences.....	129
II.2	Gamme de variation des paramètres considérés.....	130
II.3	Présentation des points expérimentaux du plan d'expériences mise en œuvre.....	131
<b>III</b>	<b>Composition de l'enrobé recyclé étudié.....</b>	<b>132</b>
III.1	Teneur en liant de l'enrobé recyclé étudié.....	132
III.2	Courbe granulométrique de l'enrobé recyclé étudié.....	132
III.3	Préparation des liants d'apports correspondant à chaque taux de recyclage.....	135
<b>IV</b>	<b>Caractérisation des propriétés mécaniques des enrobés recyclés.....</b>	<b>137</b>

IV.1	Fabrication des enrobés recyclés .....	137
IV.2	Préparation des corps d'épreuve .....	138
IV.3	Mesure des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés .....	139
<b>V</b>	<b>Présentation des résultats</b> .....	<b>140</b>
V.1	Plan d'expériences intermédiaire de degré 1 .....	140
V.2	Présentation générale des graphiques résultant de l'exploitation du plan d'expériences .....	142
V.3	Mesure de la résistance à l'orniérage à 60°C .....	142
V.4	Module de rigidité mesuré en traction directe à 15°C 10 Hz .....	145
V.5	Résistance à la fatigue mesurée en flexion deux points à 10°C et 25 Hz .....	148
<b>VI</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>150</b>
	<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b> .....	<b>153</b>
	<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b> .....	<b>161</b>
	<b>TABLES DES ANNEXES</b> .....	<b>169</b>

N° : ENAM 2011-0016

# TABLE DES ILLUSTRATIONS

Fig. I-1 : constitution d'une structure routière.....	29
Fig. I-2 : vue en coupe d'un enrobé bitumineux montrant les granulats formant un squelette granulaire (gris) et le bitume liant ce squelette (noir).....	30
Fig. I-3 : centrale mobile continue en situation de production.....	32
Fig. I-4 : dégradation superficielle caractéristique d'un orniéage des couches de surface (LCPC 1998).....	33
Fig. I-5 : dégradation superficielle caractéristique de la fissuration par le haut des couches de surface (LCPC 1998).....	33
Fig. I-6 : dégradation structurelle caractéristique de l'usure des couches d'assise qui se traduit par une fissure longitudinale unique (LCPC 1998).....	34
Fig. I-7 : dégradation structurelle caractéristique de l'usure des couches d'assise qui se traduit par une fissure longitudinale ramifiée (LCPC 1998).....	34
Fig. I-8 : plaques d'enrobé .....	35
Fig. I-9 : agrégats d'enrobé après constitution d'un lot obtenu par concassage et criblage de déchets de bitumineux.....	35
Fig. I-10 : présentation des possibilités techniques de recyclage des chaussées bitumineuses.....	37
Fig. I-11 : composition d'un enrobé recyclé et répartition de la participation des agrégats d'enrobé au liant et aux granulats de l'enrobé recyclé.....	39
Fig. I-12 : principe de mélange de liants bitumineux possédants des caractéristiques différentes (LAE et LA) et caractéristiques intermédiaires résultantes du mélange (LER).....	42
Fig. I-13 : fractionnement des agrégats d'enrobé (Hot Mix Magazine) .....	47
Fig. I-14 : couverture des lots d'agrégats d'enrobé pour limiter humidité et ensoleillement .....	48
Fig. I-15 : centrale de fabrication à fort taux présentant un chauffage des granulats d'apport à contre courant du flux gazeux ainsi qu'une zone de malaxage des constituants située en aval du brûleur central chauffant les granulats d'apport .....	48
Fig. I-16 : centrale optimisée pour la fabrication d'enrobé recyclé à fort taux (vue de dessus) représentant les différents parcours des constituants et montrant l'unité industrielle de préchauffage des agrégats d'enrobé (à droite).....	49
Fig. I-17 : mélange progressif des agrégats d'enrobé artificiels de grande dimension en fonction de la durée de malaxage (Nguyen 2009).....	52

Fig. I-18 : agrégats d'enrobé artificiels enrobés par un bitume contenant des oxydes métalliques (Druta et al. 2009).....	53
Fig. I-19 : agrégats d'enrobé artificiels après leur malaxage avec un bitume de grade 70/100 (Druta et al. 2009).....	53
Fig. I-20 : cartographie des amas d'agrégats d'enrobé (en blanc) au sein d'un enrobé recyclé dans le cas de l'utilisation d'un agrégat vieilli artificiellement durant 4 jours (à gauche) et durant 8 jours (à droite) (El Beze 2008).....	54
Fig. I-21 : homogénéisation dans le temps du mélange initialement imparfait entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé au sein d'un enrobé recyclé (S.H. Carpenter et Wolosick 1980).....	58
Fig. I-22 : pénétrabilité ( $^{1/10}$ mm) des liants d'agrégats échantillonnés en fonction de la quantité de liant échantillonné et de sa position idéalisée par rapport au granulat (AGG.) (Noureldin et Wood 1987).....	59
Fig. I-23 : couches superposées de liant au sein d'un enrobé recyclé (Huang et al. 2005).....	60
Fig. I-24 : caractérisation du degré de mélange des liants dans le cas d'un enrobé recyclé composé d'une part identique de liant d'agrégats d'enrobé et de liant d'apport.....	62
Fig. II-1 : amas d'agrégats d'enrobé de dimension centimétriques à la surface des granulats, mis en évidence par ajout de liant pigmenté par des oxydes de fer.....	73
Fig. II-2 : couple de photographies réalisé sur un échantillon d'enrobé recyclé fabriqué à 130°C et malaxé durant 54 s. ....	78
Fig. II-3 : essais de validation du protocole expérimental d'analyse d'images réalisés à partir de 6 couples de photographies pour un mélange réalisé à 130°C et un taux de recyclage égal à 70 % conditionnant une teneur en liant d'apport de 1,8 %.....	85
Fig. II-4 : coefficient de corrélation $\overline{R_q^2}$ attribué aux lots de photos constitués de i photographies et influence sur ce coefficient du nombre et du choix des photographies utilisées pour calculer ce coefficient.....	88
Fig. II-5 : évolution du pourcentage surfacique en liants des lots réalisés à partir de i photographies LB/UV et influence du nombre et du choix des photos utilisées pour calculer ce coefficient.....	90
Fig. II-6 : présentation des chromatogrammes moyens obtenus par l'étude d'enrobé recyclé caractérisé à chaque prélèvement par 11 couples de photographies LB/UV, fabriqués à 130°C et pour un taux de recyclage égal à 70 % conditionnant une teneur en liant d'apport de 1,8 %.....	92
Fig. II-7 : cinétique de la disparition des amas d'agrégats d'enrobé en fonction de la durée du malaxage et de la température de la fabrication (110°C en bleu, 130°C en vert et 160°C en rouge).....	94
Fig. II-8 : cinétique de l'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé en fonction de la durée du malaxage et de la température de la fabrication (110°C en bleu, 130°C en orange et 160°C en rouge).....	95
Fig. III-1 : schéma du dispositif expérimental d'extraction par lixiviation. ....	102
Fig. III-2 : dispositif expérimental de lixiviation.....	104

Fig. III-3 : vue du dessus de la cellule de lixiviation, en absence du système de pulvérisation, présentant un échantillon d'enrobé recyclé positionné avant lixiviation.....	104
Fig. III-4 : spectre infrarouge d'un liant d'agrégats d'enrobé de concentration égale à 0,008 .....	108
Fig. III-5 : spectres IR de solutions de bitumes modèles de concentration 0,008 g/g.....	109
Fig. III-6 : vision dilatée autour du pic correspondant à la fonction carboxyle à $1700\text{ cm}^{-1}$ .....	110
Fig. III-7 : fraction massique F de liant lixivié en fonction du temps de lixiviation .....	111
Fig. III-8 : fraction massique F de liant lixivié en fonction du temps de lixiviation .....	112
Fig. III-9 : vitesse d'extraction $\Delta F/\Delta t$ en fonction de la fraction massique F de liant lixivié .....	112
Fig. III-10 : vitesse d'extraction $\Delta F/\Delta t$ en fonction de la fraction massique F de liant lixivié .....	113
Fig. III-11 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à $160^{\circ}\text{C}$ de granulométrie 0/14 mm (échantillons $ER_{160,40}^{0/14}$ et $ER_{160,240}^{0/14}$ ) : évolution de la concentration $C_{LAE}^{LER}$ en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique F de liant lixivié .....	114
Fig. III-12 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à $110^{\circ}\text{C}$ de granulométrie 0/14 mm (échantillons $ER_{110,40}^{0/14}$ et $ER_{110,240}^{0/14}$ ) : évolution de la concentration $C_{LAE}^{LER}$ en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique F de liant lixivié .....	114
Fig. III-13 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à $160^{\circ}\text{C}$ de granulométrie 10/14 mm (échantillons $ER_{160,40}^{10/14}$ et $ER_{160,240}^{10/14}$ ) : évolution de la concentration $C_{LAE}^{LER}$ en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique F de liant lixivié .....	115
Fig. III-14 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à $110^{\circ}\text{C}$ de granulométrie 10/14 mm (échantillons $ER_{110,40}^{10/14}$ et $ER_{110,240}^{10/14}$ ) : évolution de la concentration $C_{LAE}^{LER}$ en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique F de liant lixivié .....	115
Fig. III-15 : correction du graphique présenté précédemment en figure Fig. III-11 .....	121
Fig. III-16 : correction du graphique présenté précédemment en figure Fig. III-12 .....	122
Fig. III-17 : correspondance entre le degré de mélange et la gamme de valeur de la pente a.....	124
Fig. IV-1 : comparaison du degré d'enrobage d'un enrobé entre 30 s et 40 s de malaxage .....	131
Fig. IV-2 : présentation des points expérimentaux du plan d'expériences BOX-BEHNKEN.....	132
Fig. IV-3 : courbes granulométriques de l'enrobé recyclé pour les pourcentages de recyclage de 20%, 45% et 70%.....	134
Fig. IV-4 : granulométries des granulats d'agrégats d'enrobé comparées à la granulométrie de l'enrobé recyclé en fonction de son taux de recyclage .....	134
Fig. IV-5 : évolution des caractéristiques des liants d'apports durant l'essai RTFOT simulant le vieillissement en centrale d'enrobage .....	136



Fig. IV-6 : plan fractionnaire du premier degré inscrit dans les points expérimentaux du plan BOX-BEHNKEN .....	141
Fig. IV-7 : orniérage en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 40 s .	144
Fig. IV-8 : orniérage en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 240 s .....	144
Fig. IV-9 : module en traction directe à 15°C post traité en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 40 s .....	146
Fig. IV-10 : module en traction directe à 15°C post traité en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 240 s .....	146
Fig. IV-11 : résistance à la fatigue à 10°C en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 40 s .....	149
Fig. IV-12 : résistance à la fatigue à 10°C en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 240 s .....	150

# TABLE DES TABLEAUX

Tab. I-1 : taux de recyclage possibles en fonction des caractéristiques et de la variabilité du lot d'agrégats (XP P98-135) .....	46
Tab. I-2 : bilan de la composition des échantillons étudiés et de l'exploitation des résultats obtenus ...	56
Tab. I-3 : guide de sélection du liant d'apport lors de la fabrication d'enrobé recyclés (NCAT 1997) ....	65
Tab. I-4 : classe de performance mécanique des enrobé bitumineux (NF EN 13108-1 2007).....	66
Tab. II-1 : caractéristiques d'un liant synthétique Mexphalt C de grade 57/70 .....	74
Tab. II-2 : échantillonnage temporel pour caractériser l'évolution des enrobés recyclés durant le malaxage .....	76
Tab. III-1 : durées de la collecte de chaque solution pendant la lixiviation des échantillons d'enrobé recyclés .....	106
Tab. III-2 : comparaison des pentes obtenues lors de la lixiviation et des pentes obtenues par l'exploitation du plan d'expériences .....	123
Tab. IV-1 : mise en évidence de l'indépendance du module de rigidité vis-à-vis des caractéristiques des liants récupérés .....	147



# NOMENCLATURE

## Sigles, symboles latins

a	Pente caractérisant l'évolution de la part de liant d'agrégats d'enrobé dans les solutions échantillonnées durant l'essai de lixiviation (-)
$A_t$	Indicateur de la présence d'amas (%)
AE	Agrégats d'enrobé
C	Concentration massique (g/g)
$C_p$	Capacité calorifique ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ )
$C_X^Y$	Concentration massique de X dans Y (g/g)
d	dimension inférieure d'une classe granulaire (mm)
D	dimension supérieure d'une classe granulaire (mm)
ER	Enrobé recyclé
F	Fraction massique de liant lixivié (-)
Fat.	Résistance à la fatigue à 10°C et 25 Hz ( $\epsilon_6$ )
GA	Granulats d'apport
GAE	Granulat d'agrégats d'enrobé
GER	Granulat d'enrobé recyclé
$H_t$	Indicateur de l'homogénéité du mélange (%)
IRTF	Infra Rouge à Transformée de Fourier
$K^i$	Chromatogramme réalisé à partir de i couple de photos LB/UV
LA	Liant d'apport
LAE	Liant d'agrégats d'enrobé
LER	Liant d'enrobé recyclé
m	masse (g ou kg)
n	nombre d'onde ( $cm^{-1}$ )
ng	Niveau de gris (-)
Orn.	Orniérage à 60°C après 30 000 cycles (%)

PAV	Pressure Ageing Vessel
PCG	Presse à cisaillement giratoire
Pen	Pénétrabilité ( $^{1/10}$ mm)
PG H-L	Performance Grade High - Low
QR	Qualité de remobilisation (-)
SL <sub>i</sub>	Surface de liant d'une image i (pixel <sup>2</sup> )
Sol <sub>i</sub>	Solution identifié i échantillonnée par lixiviation
S <sub>T</sub>	Surface totale d'une image (pixel <sup>2</sup> )
T	Température (°C)
t	Durée (s ou min)
t <sub>m</sub>	Durée de malaxage (s)
T <sub>m</sub>	Température de malaxage (°C)
TBA	Température bille-anneau (°C)
TD10	Module de rigidité mesuré en traction directe à 10°C et 10 Hz (MPa).
TD15	Module de rigidité mesuré en traction directe à 15°C et 10 Hz (MPa).

## Indices et exposants

AE	Agrégats d'enrobé
d	dimension inférieure d'une classe granulaire (mm)
D	dimension supérieure d'une classe granulaire (mm)
GA	Granulats d'apport
GAE	Granulat d'agrégats d'enrobé
GER	Granulat d'enrobé recyclé
LA	Liant d'apport
LAE	Liant d'agrégats d'enrobé
LER	Liant d'enrobé recyclé

## Abréviations

NCAT	National Center for Asphalt Technology
NCHRP	National Cooperative Highway Research Program
UV	Ultraviolet
Vis	Visible
DIS	Déchets Industriels Spéciaux
AIPCR	Association Mondiale de la Route
Mt	Millions de tonnes
NS	Non Spécifié
TL	Teneur en Liant
TCE	Tétrachloroéthylène



# **CHAPITRE I**

# **ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE**





# I Introduction à la technique des produits bitumineux utilisés en construction routière :

## I.1 La constitution d'une structure routière

Une structure routière est construite par superposition de couches de matériaux de construction. Classiquement, une structure routière est constituée de trois couches (Fig. I-1) dont les fonctions propres garantissent conjointement la pérennité mécanique de l'ouvrage ainsi qu'un niveau constant de sécurité et de confort pour l'utilisateur.

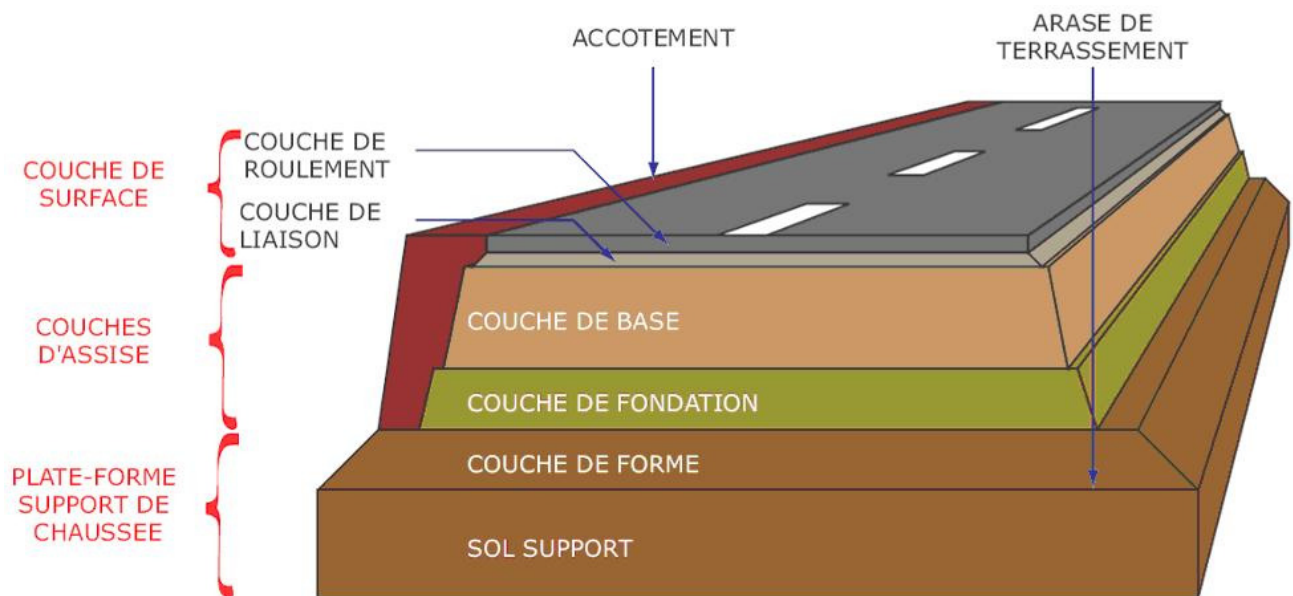


Fig. I-1 : constitution d'une structure routière  
(Pouteau 2004)

La *plate forme support de chaussée* est composée du *sol support*, partie non travaillée, et de la *couche de forme* qui répartit la charge des couches supérieures sur le sol support et participe à l'isolation thermique de ces dernières.

Les *couches d'assise*, composées de la *couche de fondation* et de la *couche de base*, répartissent la charge verticale induite par le trafic sur la plate forme support de chaussée afin d'en limiter la déformation dans un domaine admissible. Elles participent à la résistance mécanique de la structure à la charge et assurent une fonction structurelle.

Les *couches de surface* se composent de deux couches : la *couche de liaison* et la *couche de roulement*. La *couche de liaison* protège la *couche d'assise* en assurant une protection mécanique (transfert de charge), thermique (atténuation des variations de température) et hydrique (impermeabilisation). La *couche de roulement* a une fonction de service. Elle est en contact direct avec les pneumatiques, assure la sécurité et garantit le confort des utilisateurs. La pérennité d'une adhérence satisfaisante de la couche de roulement est tributaire de la qualité des granulats qui la compose.

Une structure routière est conditionnée par une résistance mécanique initiale et une durée de vie de l'ordre de 20 à 30 ans. Une procédure de dimensionnement permet de déterminer les caractéristiques physiques et dimensionnelles de chacune des couches de la structure routière afin que cette dernière supporte durablement la charge induite par le trafic des véhicules.

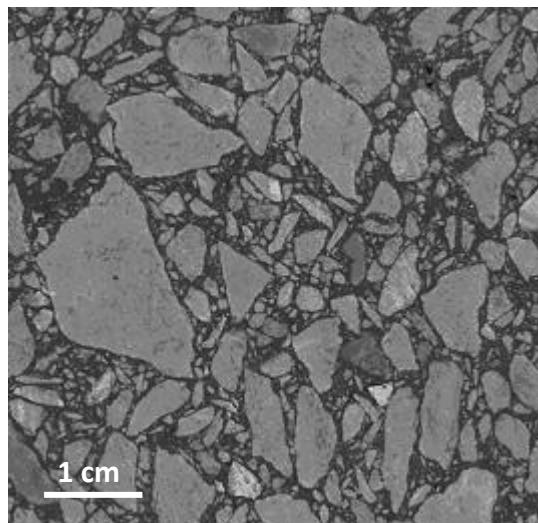
La technique routière française se caractérise par l'utilisation d'une grande variété de matériaux de construction (Corté 1994). Ces matériaux sont composés de granulats (roches massives, granulats alluvionnaires, granulats marins, ...) fragmentés et calibrés, liés entre eux (matériaux traités), ou non liés (matériaux non traités). La liaison des granulats est obtenue par l'utilisation d'un liant hydrocarboné (ex : bitume) ou hydraulique (ex : ciment). En fonction de l'utilisation faite de ces matériaux lors de la construction d'une structure routière, plusieurs familles de structure sont définies : les chaussées souples, les chaussées bitumineuses épaisses, les chaussées à assise traitée aux liants hydrauliques, les chaussées à structures mixte, les chaussées à structures inverses et les chaussées en béton de ciment (Corté 1994)).

Dans le cadre de notre étude, l'intérêt sera essentiellement porté sur les matériaux bitumineux utilisés pour la construction des chaussées souples et des chaussées bitumineuses épaisses. Les enrobés bitumineux sont un matériau traité au liant hydrocarboné (liant bitumineux) destiné à une utilisation dans les couches d'assise et dans les couches de surface.

## **I.2 Les enrobés bitumineux en technique routière**

### ***I.2.a Composition des enrobés bitumineux***

Les enrobés bitumineux, se composent de granulats formant un squelette granulaire calibré lié par un liant bitumineux dans des proportions massiques maîtrisées de 95 % de granulats pour environ 5 % de liant. De la couleur du liant bitumineux, les enrobés bitumineux ont hérité du nom générique de « produits noirs ». Cette dénomination est utilisée par opposition aux matériaux traités au liant hydraulique appelés « produits blancs ».



*Fig. I-2 : vue en coupe d'un enrobé bitumineux montrant les granulats formant un squelette granulaire (gris) et le bitume liant ce squelette (noir)*

### ***1.2.b Ajustement de la composition et formulation***

Les enrobés bitumineux sont un matériau dont l'ajustement de la composition, ajustements qualitatifs et quantitatifs des granulats et du liant, permet d'en modifier les propriétés physiques. La composition d'un enrobés est ajustée (Annexe I) dans le but d'obtenir des propriétés désirées et compatibles avec l'utilisation en technique routière du matériau. Ajuster la composition de l'enrobé pour en définir la formule est résumé dans le langage courant par les mots « formuler un enrobés » (Delorme 2007).

Les propriétés de l'enrobé sont évaluées à travers une série d'essais successifs appelée « épreuve de formulation » (Annexe II). Chacun de ces essais de laboratoire reproduit à l'échelle du laboratoire un phénomène physique limitant l'utilisation en technique routière des enrobés. Dans le cas général, la démarche de formulation est progressive, en effet, en cas d'échec à l'un des essais, l'ajustement de la composition de l'enrobé bitumineux est réalisé. Si l'ajustement de la composition permet de passer l'essai avec succès, l'essai suivant peut être réalisé. À défaut, un nouvel ajustement est nécessaire. Cependant, l'expérience acquise par le formulateur (personne ajustant la formule) lui permet d'anticiper certains résultats et de ne réaliser que les essais qu'il juge pertinent. Ceci permet de réduire la durée nécessaire pour déterminer la juste formule de l'enrobé.

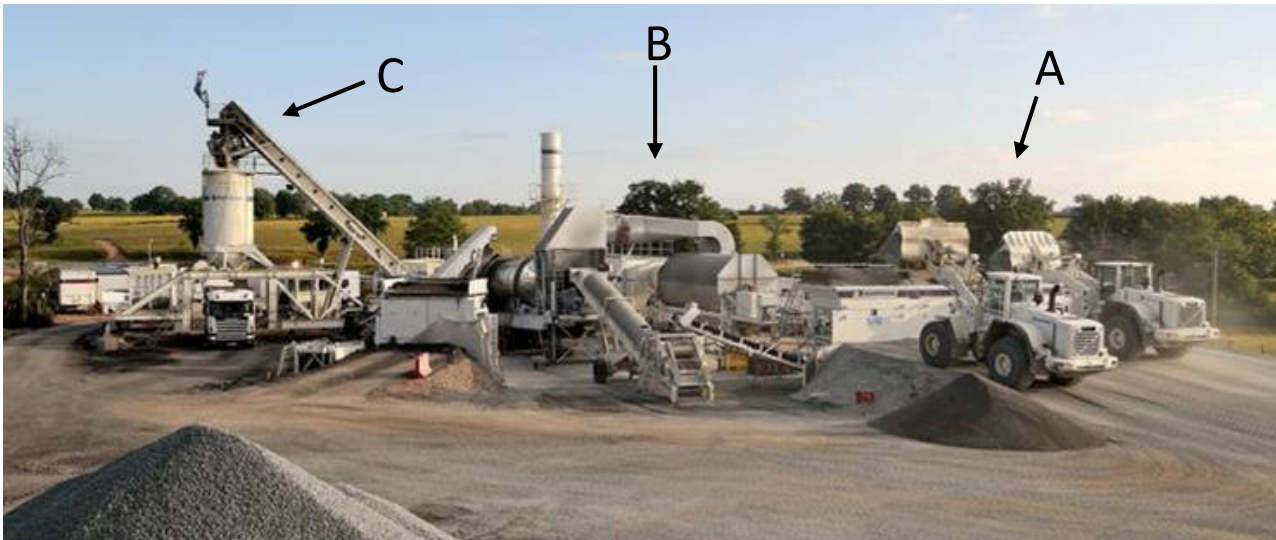
Une épreuve de formulation est répartie en quatre niveaux d'exigence croissante. Le niveau d'exigence à satisfaire est dépendant du rôle de l'enrobé dans la structure routière. Ainsi, pour une couche de roulement, il sera nécessaire de satisfaire jusqu'aux conditions de résistance à l'orniérage que peut induire le passage répété d'un trafic lourd et/ou canalisé. Il ne sera pas nécessaire de poursuivre par la mesure du module de rigidité d'une couche de roulement puisque celle-ci n'a pas de rôle structurel dans la chaussée.

Les exigences portant sur les propriétés de l'enrobé à l'épreuve de formulation sont définies normativement (NF EN 13108-1 2007). Elles permettent de hiérarchiser les enrobés bitumineux par familles en fonction de leur performances.

### ***1.2.c Fabrication industrielle des enrobés bitumineux***

La fabrication industrielle des enrobés bitumineux s'opère dans des centrales d'enrobage par mélange des granulats et du liant bitumineux à des températures de l'ordre de 160°C à 180°C. À ces températures le liant bitumineux se présente sous la forme d'un fluide visqueux. Cet état permet sa bonne répartition et donc un bon enrobage des granulats pendant le malaxage.

Les centrales d'enrobage se distinguent par leur mobilité et leur mode de fabrication de l'enrobé bitumineux. Celui-ci peut être produit de manière continue (centrales d'enrobage continues) ou séquencée (centrales d'enrobage discontinues). Les centrales d'enrobage discontinues sont généralement situées à la périphérie urbaine où leur souplesse de production est adaptée à la diversité de la demande. Les centrales dites « fixes » sont destinées à l'approvisionnement en enrobé bitumineux d'une zone géographique proche et délimitée. Les centrales dites « mobiles » sont déplacées au plus près du chantier (Fig. I-3) pour limiter le transport routier des enrobés bitumineux. Les centrales de configuration discontinues et mobiles sont peu fréquentes en France.



*Fig. I-3 : centrale mobile continue en situation de production  
Chargement des matériaux granulaires (A), unité de malaxage (B), silo de stockage permettant une livraison par camion (C). Le réservoir de stockage du liant bitumineux n'est pas visible*

#### **I.2.d Qualité des enrobés fabriqués industriellement**

La qualité d'un enrobé bitumineux produit en centrale d'enrobage est jugé sur la régularité de sa composition (granulats et liant) durant la fabrication. Celle-ci est fonction de la régularité des outils industriels de dosage des constituants (XP P98-142-1 2003) et de la régularité des granulats utilisés. La répartition massique de la dimension des granulats (granulométrie - Annexe I) constituant le squelette granulaire ainsi que la régularité du pourcentage massique de liant (teneur en liant - Annexe I) de l'enrobé fabriqué doivent être fidèles à la composition déterminée en laboratoire durant l'épreuve de formulation. Afin de veiller à la qualité et la régularité de la granulométrie et de la teneur en liant de l'enrobé fabriqué, ces caractéristiques sont régulièrement vérifiées durant l'étape de fabrication industrielle de l'enrobé bitumineux.

L'enrobé fabriqué est ensuite acheminé par voie routière vers le chantier. Il y est alors mise en œuvre au moyen d'outils industriels dédiés. Postérieurement à l'étape de mise en œuvre, des essais peuvent être réalisés sur des échantillons prélevés dans la chaussée. Ces essais permettent de vérifier que les performances de l'enrobé sont identiques à celles obtenues lors de son épreuve de formulation.

### **I.3 Dégradation des structures routières et travaux d'entretien**

À défaut d'entretien de la structure routière, son vieillissement ou un mauvais choix technique initial font apparaître sous l'action du trafic deux types de dégradations (LCPC 1998) : les dégradations superficielles et les dégradations structurelles (Annexe II). Les types de dégradations sont ici présentées pour donner au lecteur conscience des conséquences de l'utilisation d'un enrobé dont la qualité n'est pas en accord avec sa fonction et/ou conduirait à son vieillissement prématuré. Les qualités que doit posséder l'enrobé pour être en accord avec la durée de vie de la structure routière seront développées dans la dernière partie de ce chapitre bibliographique.

### ***1.3.a dégradations superficielles affectant la couche de surface***

Les ornières : les ornières traduisent le fluage dynamique de l'enrobé sous la charge d'un trafic important (ou canalisé) ou sous l'action de températures anormalement élevées (Fig. I-4). Elles sont imputées soit à une composition granulaire inadéquate favorisant le fluage, soit à l'emploi d'un liant bitumineux trop sensible à la température ou trop peu rigide. La création d'ornière est communément appelée ornierage.

La fissuration thermique : l'exposition aux intempéries entraîne une rigidification de la couche de surface qui initie sous l'effet du trafic une fissuration par le haut de la couche (Fig. I-5). Celle-ci permet l'infiltration des eaux de pluies accélérant la détérioration de la couche de surface puis des couches inférieures dans les cas extrêmes.



*Fig. I-4 : dégradation superficielle caractéristique d'un ornierage des couches de surface (LCPC 1998)*



*Fig. I-5 : dégradation superficielle caractéristique de la fissuration par le haut des couches de surface (LCPC 1998)*

Les arrachements : l'utilisation d'un enrobé inadapté au trafic, une erreur dans la mise en œuvre ou un vieillissement extrême de la couche de roulement peuvent se traduire par un départ localisé des matériaux de la chaussée. Celui-ci se présente sous deux aspects qui s'accroissent sous l'effet du trafic. Le premier se caractérise par le départ progressif des granulats de la couche de surface alors que le second montre un départ des matériaux en plaque. Dans les deux cas, l'atteinte à l'intégrité de la couche de surface s'accompagne d'infiltrations qui de même que précédemment précipite la détérioration.

L'usure : l'usure de la couche de roulement, qu'elle soit naturelle ou prématurée, résulte d'un polissage sous l'action du trafic des granulats qui n'assurent alors plus suffisamment l'adhérence du pneumatique.

### ***1.3.b dégradations structurelles affectant les couches inférieures de la chaussée***

Les *dégradations structurelles* mettant en péril la structure de la chaussée s'initient en profondeur dans les couches d'assise et apparaissent en surface. Suite à un dimensionnement erroné ou à un vieillissement avancé de la chaussée, celle-ci ne possède plus la résistance mécanique nécessaire pour s'opposer aux contraintes qu'induit le trafic. Ainsi, une fracture de fatigue s'initie au sein des couches d'assise. Invisible au moment de sa création, celle-ci se propage sous l'action des sollicitations et apparaît en surface sous la forme de fissures longitudinales au droit des passages de roues. La fissuration se présente sous deux formes : l'une unique (Fig. I-6), l'autre ramifiée (Fig. I-7) (peau de crocodile).





*Fig. I-6 : dégradation structurelle caractéristique de l'usure des couches d'assise qui se traduit par une fissure longitudinale unique (LCPC 1998)*



*Fig. I-7 : dégradation structurelle caractéristique de l'usure des couches d'assise qui se traduit par une fissure longitudinale ramifiée (LCPC 1998)*

### **1.3.c Remédiation aux dégradations**

Des travaux d'entretien permettent de remédier aux dégradations superficielles ou structurelles. Ils consistent au remplacement de toute ou partie de la structure routière. Cette opération débute par la déconstruction ou la démolition des couches concernées par les dégradations et se termine par la mise en œuvre d'enrobé bitumineux en lieu et place des couches retirées.

Si l'on considère une opération d'entretien visant à corriger des dégradations structurelles, la déconstruction de la chaussée par couches successives permet de séparer les granulats de la couche de roulement (sélectionnés pour pérenniser le contact route / pneumatique) et les granulats des couches inférieures. Ainsi, à la différence de la démolition, la déconstruction permet de trier qualitativement les déchets bitumineux en fonction des caractéristiques fonctionnelles des couches concernées (Arzan 2007).

## **1.4 Préparation au recyclage des déchets bitumineux résultants de l'entretien du réseau routier**

Les déchets bitumineux produits par les opérations d'entretien sont quasiment recyclables en l'état (Gandil et Vesseron 2001) et peuvent être réutilisés pour la fabrication d'enrobé bitumineux. Ils représentent plus d'un sixième de la production française d'enrobé bitumineux et doivent être considérés comme une source de granulats et liant bitumineux permettant de réduire le prélèvement et la consommation de matières premières non renouvelables (MEEDDAT 2009).

### **1.4.a Traitement des déchets bitumineux contenant du goudron de houille**

Le passé industriel du lieu d'origine des déchets bitumineux implique de vérifier l'absence de goudron de houille (Pepin et al. 2001). Le goudron de houille est un sous-produit de l'exploitation industrielle du charbon minier. Il était utilisé en tant que liant routier avant la seconde guerre mondiale.

A la différence du bitume (Leroy et Carre 2011), le goudron est de par sa composition chimique classé comme produit dangereux. L'utilisation du goudron de houille en technique routière a été abandonnée. La présence de goudron dans les déchets de construction conduit à un classement de ceux-ci dans la catégorie des déchets industriels spéciaux (DIS). Le recyclage de ces produits est possible mais conditionné (Colwill

2001). Les pays concernés par ce problème (AIPCR 2003) peuvent détruire le goudron par pyrolyse (Bolk et Zwan 2000).

#### ***1.4.b Transformation des déchets bitumineux en matériau recyclable***

Les déchets bitumineux deviennent recyclables par une transformation, concassage et criblage, définie dans la norme NF EN 13108-8 (EN 13108-8 2006). Par cette transformation, les déchets bitumineux deviennent des agrégats d'enrobé (AE) qui sont définis comme « *des enrobés provenant de fraisage de couches d'enrobé, de concassage de plaque extraites de chaussée en enrobés, de morceaux de plaques d'enrobé, de déchets d'enrobé ou de surplus des productions d'enrobés.* ».

Par cette étape d'élaboration, un lot d'agrégats d'enrobé est constitué. A titre d'illustration, les figures Fig. I-8 et Fig. I-9 présentent un exemple de matériau retiré de la chaussée et un lot d'agrégats d'enrobé obtenu après son élaboration.



*Fig. I-8 : plaques d'enrobé  
Illustration empruntée  
(Road Recycling Magazine)*



*Fig. I-9 : agrégats d'enrobé après  
constitution d'un lot obtenu par concassage  
et criblage de déchets de bitumineux*

### **1.5 Recyclage des agrégats d'enrobé**

#### ***1.5.a Origine et évolution du recyclage dans la technique routière***

L'utilisation d'agrégats d'enrobé comme matière première pour la fabrication d'enrobés trouve son origine au début du XX<sup>ème</sup> siècle (Imtiaz 1991) et connaît un développement en France à la suite des crises pétrolières des années 80 (Vecoven et al. 1992) (Chappat et Plaut 1982). Aujourd'hui, en France, le volume de déchets résultant de l'activité « travaux public » est estimé à 100 Mt annuelles (Gandil et Vesseron 2001) (Direction des routes 2003). Parmi ceux-ci, les travaux d'entretien du réseau routier français conduisent à la production annuelle de 5,1 Mt d'agrégats d'enrobé (1997) (Moneron et Measson 2004). Ce chiffre a été estimé à 6,5 Mt en 2003 (USIRF 2003) (EAPA 2006), puis à 7 Mt en 2009 (EAPA 2010). Ces chiffres sont à comparer au 41,5 Mt d'enrobé bitumineux produites annuellement en France (EAPA 2006).

Ces évaluations supposent une pleine maturité de la filière de récupération et une parfaite comptabilité des flux de matière. Les utilisations dégradées n'exploitant pas pleinement le potentiel des déchets d'enrobés bitumineux sont donc exclues du comptage. Selon l'EAPA (European Asphalt Pavement Association), en Europe, entre 2008 et 2009, la part des agrégats d'enrobé réutilisés dans la fabrication d'enrobé est passée de



23 % à 41 %. Cependant, seulement 6,8 % des enrobés bitumineux fabriqués en 2009 contiennent des déchets bitumineux.

### **1.5.b L'actualité d'un engagement volontaire**

L'évolution de la part des agrégats d'enrobé réutilisés dans la fabrication d'enrobé traduit la démarche d'engagement volontaire signée le 25 mars 2009 (MEEDDAT 2009) entre les acteurs majeurs de l'infrastructure de transport, en partenariat avec le Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement Durable et de la Mer et l'Association des Départements de France.

Les signataires s'engagent sur quatre objectifs de préservation

- préserver les ressources non renouvelables
- préserver la biodiversité et les milieux naturels
- réduire les émissions de gaz à effet de serre et la consommation d'énergie
- réduire la consommation d'eau sur les chantiers de terrassement

et cinq objectifs de développement.

- accroître la performance environnementale des entreprises et de la route
- améliorer la sécurité routière, la sécurité des personnels, des usagers et des riverains lors des opérations de travaux
- participer au développement de la recherche et diffuser l'innovation
- adopter un nouveau mode de partenariat vers un institut français de la route et des infrastructures de transport promouvoir et décliner localement les engagements

### **1.5.c Techniques de réutilisation des agrégats d'enrobé**

Il existe de nombreuses techniques de réutilisation des agrégats d'enrobé. Celles-ci se distinguent par la température à laquelle l'enrobé est produit. L'enrobé peut être produit à chaud ; à une température comprise entre 160°C et 180°C, ou à froid, à la température ambiante. Elles se différencient aussi par le déplacement ou non des matériaux prélevés dans la chaussée et devant être réutilisés (réutilisation en centrale ou en place). Ces techniques utilisent des liants hydrocarbonés ou hydrauliques (Arzan 2007).

Le recours aux diverses techniques possibles de réemploi des agrégats d'enrobé procède d'un choix techniques dépendant des performances recherchées du matériau produit et des usages résultants du développement des techniques propres à chaque pays. Ces techniques sont illustrées sur la figure Fig. I-10 (Serfass 2008) qui précise celle qui sera considérée par la suite : le *recyclage des agrégats d'enrobé en centrale à chaud*. Les techniques de recyclage à froid utilisant, à titre d'exemple, une émulsion de bitume pour lier les matériaux ne permettent pas à ce jour d'obtenir des enrobés dont les performances soient comparables à celles des enrobés à chaud (Serfass et al. 2011). Bien que la technique se développe, elle n'est pas encore utilisée pour les chaussées à forte circulation.

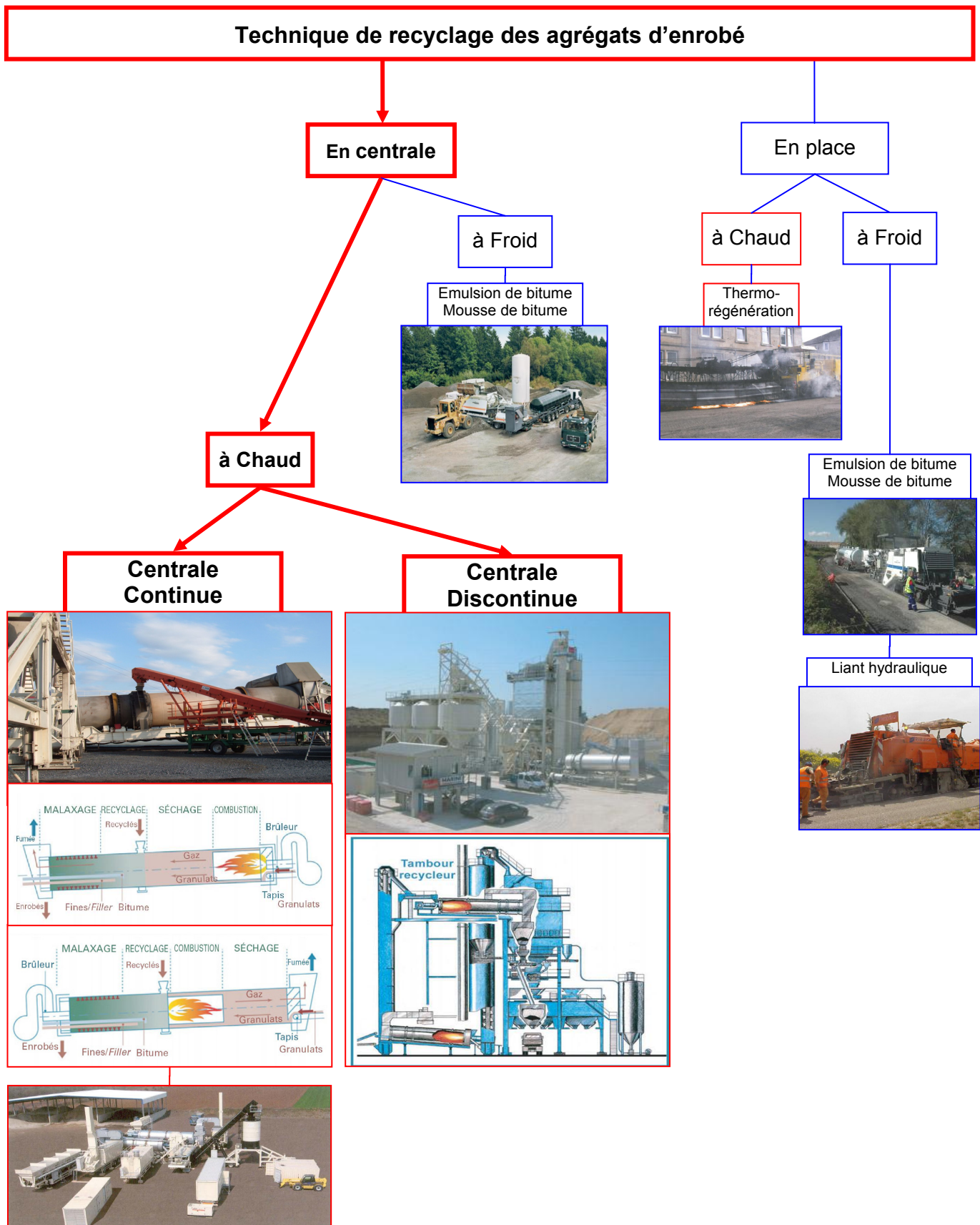


Fig. I-10 : présentation des possibilités techniques de recyclage des chaussées bitumineuses  
Images empruntées (Serfass 2008)

## **I.6 Enrobé recyclé**

Le recyclage des agrégats d'enrobé est réalisé par incorporation des agrégats d'enrobé dans le cycle de fabrication des enrobés bitumineux. Nous verrons par la suite que, cet ajout facilement réalisable pour l'incorporation d'un faible taux d'agrégats d'enrobé nécessite de fortes modifications dans le cas du recyclage d'une part plus importante d'agrégats d'enrobé.

### ***1.6.a Composition d'un enrobé contenant des agrégats d'enrobé - Définition***

Un enrobé bitumineux contenant des agrégats d'enrobé est un mélange entre des matériaux neufs dits d'apport (granulats d'apport - GA - et de liant d'apport - LA -) et des agrégats d'enrobé - AE -. Il est normativement défini par le terme enrobé de recyclage - ER - (NF P98-149 2000). Cependant dans le cadre de ce document, nous aurons recours au terme communément utilisé d'enrobé recyclé.

Les agrégats d'enrobé étant initialement des enrobés bitumineux, ils sont composés de granulats d'agrégats d'enrobé - GAE - et de liant d'agrégats d'enrobé - LAE -. L'enrobé recyclé est donc constitué de granulats d'enrobé recyclé - GER - (mélange de GA et de GAE) et de liant d'enrobé recyclé - LER - (mélange de LA et de LAE).

La dénomination des constituants de l'enrobé recyclé est présentée sur la figure Fig. I-11 sur laquelle la part de LER est exagérée permettant d'en représenter la répartition en LA et LAE.

### ***1.6.b Taux de recyclage des enrobés recyclés***

Les enrobés recyclés sont principalement définis par la part massique d'agrégats d'enrobé qu'ils comportent. Cette part massique est communément appelée « pourcentage de recyclage ». Les enrobés recyclés contenant jusqu'à 20% d'agrégats d'enrobé sont dits à « faible taux de recyclage ». Cette dénomination s'oppose aux enrobés contenant entre 40% et 65% d'agrégats d'enrobé qui sont alors désignés par le terme « fort taux de recyclage ». Ce découpage arbitraire n'interdit en rien de recycler à des taux intermédiaires (Berthier 1982). Il n'existe pas de définition stricte de faible et de fort taux. La définition proposée est tirée de l'expérience française du recyclage à fort taux.

#### **1) Taux de recyclage à faible taux**

À faible taux de recyclage, les propriétés d'un enrobé sont peu influencées par la composition des agrégats d'enrobé (Moneron et al. 1999) (Moneron et Measson 2004) (Xinjun et al. 2008). C'est pourquoi, sur un plan réglementaire, il n'est pas nécessaire de tenir compte de la composition des AE et de l'influence de celle-ci sur l'enrobé fabriqué dans la limite de 10% d'agrégats d'enrobé (Gandil et Vesseron 2001). Ce taux est porté à 20% dans le cas des couches de liaison et des couches d'assise. Cette disposition de la loi précisée dans la circulaire 2001-39 du 18 juin 2001, a pour objectif de réduire le volume des déchets de l'industrie routière.

#### **2) Taux de recyclage supérieur à 10% - 20%**

À des taux de recyclage supérieurs, la composition des agrégats d'enrobé doit être prise en compte du fait de son influence sur les propriétés de l'enrobé. La composition des agrégats d'enrobé est alors étudiée afin de

déterminer les caractéristiques du squelette granulaire et du liant bitumineux qui le lie (Huet et Poirier 1986) (Daniel et Lachance 2005).

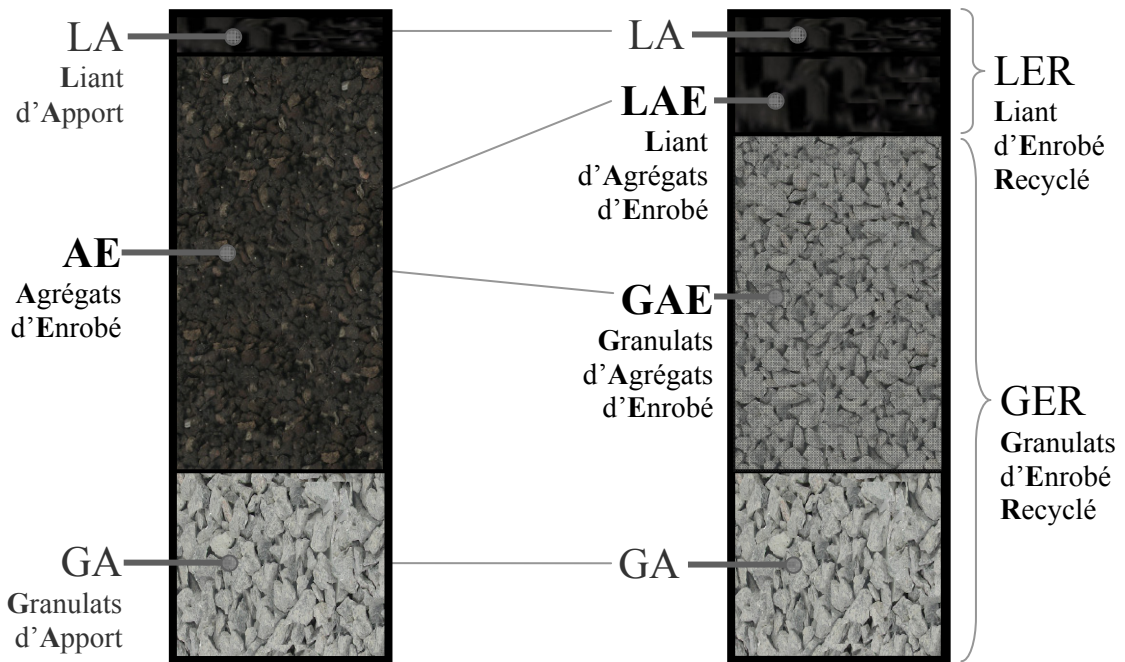


Fig. I-11 : composition d'un enrobé recyclé et répartition de la participation des agrégats d'enrobé au liant et aux granulats de l'enrobé recyclé

## I.7 Caractérisation des agrégats d'enrobé

La caractérisation des agrégats d'enrobé est réalisée par l'étude d'échantillons prélevés régulièrement durant l'élaboration du lot agrégats d'enrobé (EN 13108-8 2006). La caractérisation des agrégats d'enrobé a pour objectif de déterminer les propriétés moyennes d'un lot d'agrégats d'enrobé, ainsi que la régularité de celles-ci.

Les granulats et le liant constitutif des agrégats d'enrobé sont par définition intimement liés. L'étape de caractérisation des agrégats d'enrobé nécessite de les séparer. Pour cela, le liant des agrégats d'enrobé est dissous dans un solvant (EN 12697-1 2006). Après une filtration permettant de séparer les GAE et le solvant contenant le liant bitumineux dissous, le solvant est évaporé par chauffage sous dépression et le liant bitumineux est récupéré (EN 12697-3 2005). Les granulats et le liant de chaque échantillon d'agrégats d'enrobé représentatif du lot sont ensuite caractérisés.

### I.7.a Caractéristiques des agrégats d'enrobé

N'existant pas d'étude des agrégats d'enrobé dans la littérature, les caractéristiques énoncées par la suite ressortent des conclusions d'une étude portant sur 14 lots d'agrégats d'enrobé d'origine Française. Celle-ci a été réalisée, dans le cadre de la présente thèse, au laboratoire IRC de l'École Spéciale de Travaux Publics (Cachan - 94) et au Centre de Recherche EUROVIA (Mérignac - 33). Les agrégats d'enrobé étudiés ont été mis

à disposition par les Directions Techniques des régions administratives de la société EUROVIA. La méthode utilisée et les résultats obtenus sont présentés en Annexe V.

Du fait d'une première utilisation dans la chaussée et des moyens techniques (fraisage, concassage) utilisés pour les en retirer et les préparer au recyclage, les agrégats d'enrobé sont constitués d'un liant particulièrement consistant ( $Pen_{LAE}$  faible 10 à 20 <sup>1/10</sup>mm et  $TBA_{LAE}$  haute 65°C à 75°C). Les caractéristiques présentées sont comparables à celles d'un bitume de grade 10/20, grade caractéristique des bitumes routiers les plus durs. De plus, la granulométrie des granulats d'agrégats d'enrobé présente, comparativement à celle d'un enrobé neuf, une présence supérieure de granulats fins (63 µm à 4 mm).

### **1.7.b Caractéristiques intrinsèques des granulats d'agrégats d'enrobé**

Les caractéristiques intrinsèques des granulats d'agrégats d'enrobé sont évaluées au moyen des essais Los Angeles (résistance à la fragmentation), Micro Deval (résistance à l'attrition) et Polished Stone Value (résistance au polissage) (Annexe IV). Ces essais sont communément utilisés pour définir une limite d'emploi des granulats neufs (CFTR 2005).

En caractérisant des mélanges de granulats neufs et de granulats d'agrégats d'enrobé, MOKWA indique que l'utilisation de fort taux d'agrégats d'enrobé ne réduit pas les caractéristiques intrinsèques d'un mélange constitué de granulats d'agrégats d'enrobé et de granulats neufs (Mokwa et Peebles 2005). Il faut cependant noter que les caractéristiques intrinsèques dépendent de la nature pétrographique des granulats (Rossi et Gavois 2005) et sont donc propres à une région géologique : cette information est donc par définition locale.

Afin de prendre en compte l'influence de la nature pétrographique sur les caractéristiques intrinsèques, une partie de l'étude des agrégats d'enrobé précédemment évoquée a porté sur la relation entre la composition pétrographique des GAE et la résistance au polissage. La composition pétrographique a été définie à travers un indicateur présentant part massique de granulats calcaires (supposés tendres / friables) d'un lot de granulats dont la résistance au polissage a été mesurée. Les essais réalisés montrent que la résistance au polissage et la composition pétrographique sont indépendantes (Annexe V).

Le coefficient de polissage accéléré de l'ensemble des échantillons étudiés a été mesuré supérieur à 52. Ce chiffre indique une possibilité de réutiliser les GAE en couche de surface et garantit en partie leur bonne longévité. Une part importante d'agrégats d'enrobé provenant de couche de roulement pourrait être à l'origine de cette bonne résistance au polissage. La traçabilité actuelle des agrégats d'enrobé ne permet pas de vérifier cette hypothèse. Une usure différentielle des granulats durant le polissage peut aussi être une explication plausible (Marquis 2002) (Do et al. 2009).

### **1.7.c Caractéristiques essentielles à la formulation**

Les caractéristiques essentielles à la formulation d'un enrobé recyclé sont la part massique de liant d'agrégat d'enrobé présente dans les agrégats d'enrobé ( $C_{LAE}^{AE}$  - appelée aussi teneur en liant intérieure des AE) et sa consistance (évaluée par sa pénétrabilité  $Pen_{LAE}$  et sa température bille anneau  $TBA_{LAE}$ ) ainsi que la granulométrie des granulats d'agrégats d'enrobé (Annexe I).

## I.8 Formulation des enrobés recyclés

La formulation des enrobés recyclés consiste alors à ajuster les caractéristiques du liant d'apport et des granulats d'apports afin que les caractéristiques du liant et des granulats de l'enrobé recyclés soient comparables à celles d'un enrobé neuf. L'étape de formulation est une phase d'étude nécessitant de fabriquer des enrobés dans des conditions de laboratoire normativement définies.

### I.8.a Correction des caractéristiques du liant d'agrégats d'enrobé par l'ajustement des caractéristiques du liant d'apport

#### 1) Le principe

Le principe de l'ajustement des caractéristiques du liant d'apport permet de réduire la rigidité du liant d'agrégat d'enrobé. Le liant d'apport est ainsi adapté afin que le liant de l'enrobé recyclé, résultant du mélange du liant d'apport avec le LAE, possède des caractéristiques (pénétrabilité  $Pen_{LER}$  en  $^{1/10}$ mm et  $TBA_{LER}$  en °C) comparables avec celles du bitume qui aurait été utilisé pour la formulation d'un enrobé sans agrégats d'enrobé. Les caractéristiques du liant d'apport dépendent donc de la proportion de liant d'agrégats d'enrobé dans le liant de l'enrobé recyclé et des caractéristiques de chaque liant. Cette proportion s'écrit  $C_{LAE}^{LER}$  et définit un taux de recyclage spécifique aux liants. Le principe d'ajustement des caractéristiques du liant d'apport et de correction du liant d'agrégats d'enrobé est présenté sur la figure Fig. I-12.

#### 2) Les règles existantes

Il existe trois règles (NF EN 13108-1 2007) (Whiteoak et Read 2003) permettant de déterminer les caractéristiques du liant d'apport ( $Pen_{LA}$  et  $TBA_{LA}$ ) à partir des caractéristiques du liant d'agrégats d'enrobé ( $Pen_{LAE}$  et  $TBA_{LAE}$ ) et des caractéristiques résultantes du mélange ( $Pen_{LER}$  et  $TBA_{LER}$ ).

Les règles de mélange applicables aux liants bitumineux sont les suivantes :

- Règle d'addition des pénétrabilités :

$$\log(Pen_{LER}) = C_{LAE}^{LER} \cdot \log(Pen_{LAE}) + (1 - C_{LAE}^{LER}) \cdot \log(Pen_{LA})$$

Éq. I-1

- Règle d'addition des températures bille - anneau :

$$TBA_{LER} = C_{LAE}^{LER} \cdot TBA_{LAE} + (1 - C_{LAE}^{LER}) \cdot TBA_{LA}$$

Éq. I-2

- Règle d'addition des viscosités :

$$\log(\log(\eta_{LER})) = C_{LAE}^{LER} \cdot \log(\log(\eta_{LAE})) + (1 - C_{LAE}^{LER}) \cdot \log(\log(\eta_{LA}))$$

Éq. I-3

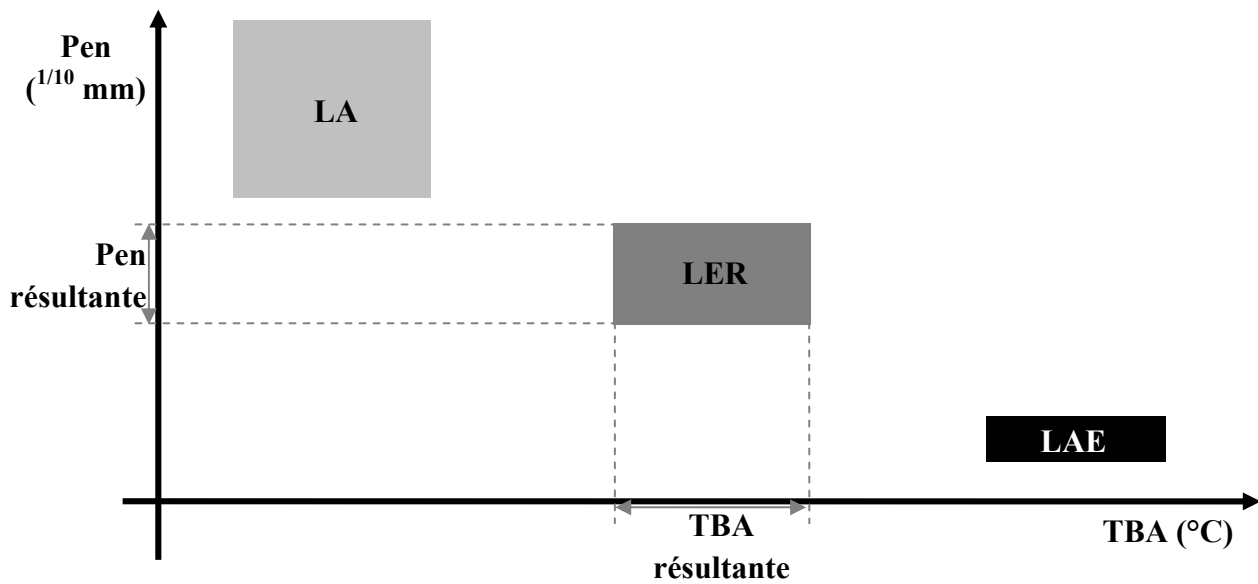


Fig. I-12 : principe de mélange de liants bitumineux possédants des caractéristiques différentes (LAE et LA) et caractéristiques intermédiaires résultantes du mélange (LER)

Les règles présentées supposent que la totalité du liant apporté par les AE se mélange parfaitement avec le LA. On parle alors de remobilisation totale du liant d'agrégats d'enrobé pour imaginer sa participation au liant de l'enrobé recyclé.

D'autres méthodes de sélection du liant d'apport existent. Cependant, celles-ci dépendent de la méthode de formulation régissant la technique routière du pays concerné et tiennent compte des données climatiques de ce pays. Le lecteur pourra poursuivre sa recherche à travers la méthode SUPERPAVE utilisée aux États-Unis et dans d'autres pays (Harrigan 2001) (Samuels 2001) (Government of Alberta 2008) (Labrie 1998) (Sherwood et al. 1999). Cette méthode définit des caractéristiques à des températures hautes et basses. L'écart entre ces températures caractérise les classes de performances des bitumes : Performance Grade High - Low (PG HL).

Étant donné qu'il n'existe pas de règle de formulation générale et commune à tous les pays (Dumont et Junod 2004), la sélection du liant d'apport sera réalisée dans le cadre de cette étude selon la méthode européenne (NF EN 13108-1 2007) suivant la règle d'addition des pénétrabilités (Éq. I-1) appuyée par l'expérience acquise sur le recyclage à fort taux durant les années 1980 (Huet et Poirier 1986).

### **1.8.b Correction de la granulométrie des granulats d'agrégats d'enrobé par l'ajout de granulats d'apport**

La formulation de l'enrobé recyclé consiste d'autre part à corriger la granulométrie des GAE par l'ajout de granulats d'apport pour obtenir une granulométrie comparable à celle d'un enrobé neuf (Delorme 2007). La masse de granulats d'apport permet alors de définir un taux de recyclage spécifique aux granulats ( $C_{GAE}^{GER}$ ). Ce taux est défini comme le rapport entre la masse de granulats d'agrégats d'enrobé (GAE) et la masse de granulats de l'enrobé recyclé (GER).

Il n'existe pas de règle de mélange permettant de prévoir les caractéristiques intrinsèques d'un mélange de granulats. Les granulats d'agrégats d'enrobé sont ajoutés au granulat d'apport dans la limite où les caractéristiques intrinsèques de leur mélange restent compatibles avec la fonction de l'enrobé dans la chaussée (CFTR 2005).

### ***1.8.c Etude en laboratoire des enrobés bitumineux***

L'étude en laboratoire des enrobés bitumineux est réalisée dans un cadre normatif. Celui-ci permet de comparer les performances des enrobés et de les garantir. À l'intérieur de ce cadre, la norme NF EN 12697-35 (NF EN 12697-35 2007) précise des conditions opératoires devant être suivies en laboratoire pour fabriquer un enrobé recyclé. Elle traite des appareillages à utiliser, des modes opératoires à suivre pour préparer les constituants et définit la température et la durée de malaxage de ces constituants. Dans cette norme, le cas des enrobés recyclés est traité comme un cas particulier du cas général et ne distingue pas les enrobés recyclés à faible taux des enrobés recyclés à fort taux.

#### 1) Outils utilisés pour réaliser le mélange des constituants

Le mélange des constituants peut être réalisé par malaxage mécaniques ou manuel. Dans le cas d'un malaxage mécanique, l'outil réalisant le malaxage est appelé « malaxeur ». Il est constitué d'une cuve thermostatée régulée à la température de fabrication et d'une partie mobile permettant le mélange des constituants. La vitesse de rotation de cette partie mobile est réglable. Dans le cas d'un malaxage manuel, les composants de l'enrobé de recyclage sont mélangés dans un contenant. L'outil à utiliser pour réaliser le mélange n'est pas précisé. Le maintien de l'ensemble des composants à la température de fabrication est réalisé par chauffage du contenant au moyen d'une plaque chauffante. Une note de la norme NF EN 12697-35 précise que le malaxage manuel n'est pas approprié à l'étude des enrobés recyclés.

#### 2) Durée de malaxage

La durée maximale du malaxage mécanique des constituants lors de la fabrication des enrobés en laboratoire est précisé dans la norme NF EN 12697-35. Si la formule étudiée ne contient pas d'agrégats d'enrobé, la durée maximale de malaxage des constituants est de 3 min. Cette durée est portée à 5 min si des agrégats d'enrobé sont utilisés. La durée minimale de malaxage est laissée à l'appréciation de l'opérateur avec pour conditions que les granulats soient complètement enrobés de liant et que le mélange soit visuellement homogène.

#### 3) Température de malaxage

Dans le cadre de la fabrication d'un enrobé sans agrégats d'enrobé, la température de fabrication de l'enrobé, appelée aussi température de consigne, est fixée par le grade du bitume routier utilisé. Dans le cadre de la fabrication des enrobés recyclés, cette température est obtenue par mélange des constituants (AE, GA et LA) qui sont chauffés à des températures différentes. La norme NF EN 12697-35 distingue alors deux cas : l'un dans lequel les agrégats d'enrobé sont « chauffés à la température de consigne avant introduction dans la centrale » et l'autre dans lequel les agrégats « ne sont pas chauffés jusqu'à la température de consigne avant l'incorporation à la centrale ». Dans le contexte technique actuel, le premier cas n'est jamais réalisé et ne sera pas discuté.



Pour le cas où les agrégats « ne sont pas chauffés jusqu'à la température de consigne avant l'incorporation à la centrale », les agrégats d'enrobé sont placés dans une étude ventilée à  $110 \pm 5$  °C pendant  $2,5 \pm 0,5$  heures. Cette pratique est identique à celle stipulée par le National Cooperative Highway Research Program (Samuels 2001) (Daniel et Lachance 2005) (Wu et al. 2007).

4) Température des granulats d'apport dans le cadre de la fabrication des enrobés recyclés à fort taux

La norme NF EN 12697-35 indique que lors de l'utilisation en grande quantité d'agrégats d'enrobé, les granulats d'apport doivent souvent être chauffés à une température plus élevée que la normale. Cette note précise donc qu'il faut calculer la température des granulats d'apport pour que, par mélange des constituants, l'enrobé recyclé fabriqué soit à la température de fabrication désirée.

Les règles de la thermodynamique dans le cas d'un échange adiabatique de chaleur entre constituants solides permettent d'écrire la température de chauffe des granulats d'apport  $T_{GA}$  en fonction :

- de  $C_{LAE}^{AE}$  et de  $C_{GAE}^{AE}$  respectivement pourcentage interne de liant dans les agrégats d'enrobé et obtenus par la caractérisation des agrégats d'enrobé,
- de  $C_{LER}^{ER}$  (teneur interne en liant de l'enrobé recyclé dans l'enrobé recyclé), de  $C_{GAE}^{GER}$  (pourcentage de recyclage des GAE : part massique des GAE dans les GER) et de  $C_{LAE}^{LER}$  (pourcentage de recyclage du LAE : part massique de LAE dans le LER). Ces données résultent de la formulation de l'enrobé recyclé,
- de  $Cp_G$  ( $800 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) et de  $Cp_L$  ( $1992 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) respectivement capacité calorifique caractérisant les granulats et les liants bitumineux LA et LAE,
- et des températures  $T_{AE}$  et  $T_{LA}$ , respectivement température des agrégats d'enrobé à leur introduction et température du liant d'apport. La température du liant d'apport dépend de son grade. Elle peut aller de 160°C pour un bitume 35/50 à 140°C pour un bitume 160/220.

De façon à ce que l'enrobé recyclé fabriqué soit à la température  $T_m$ , la température de consigne de préchauffe des granulats d'apport  $T_{GA}$  doit être égale à :

$$T_{GA} = T_m + \frac{Cp_L [C_{LA}^{ER} (T_m - T_{LA}) + C_{LAE}^{AE} (T_m - T_{AE})] + Cp_G C_{GAE}^{AE} \cdot (T_m - T_{AE})}{Cp_G C_{GA}^{ER}}$$

Éq. I-4

Il n'est pas nécessaire dans cette équation de tenir compte de la capacité calorifique de l'eau et de sa chaleur latente car les matériaux sont séchés avant leur utilisation en laboratoire.

Le calcul de l'expression de la température de chauffe des granulats d'apport nécessite de définir les fractions massiques de liant d'apport LA, de granulats d'apport GA, de granulats d'agrégats d'enrobé GAE et de liant d'agrégats d'enrobé LAE par rapport à l'enrobé recyclé ER. Ces fractions massiques s'expriment comme indiqué dans les relations suivantes :

$$C_{LA}^{ER} = \frac{1}{Y} \left[ \frac{1 - C_{LAE}^{AE}}{C_{GAE}^{GER}} \cdot \frac{C_{LER}^{ER}}{1 - C_{LER}^{ER}} - C_{LAE}^{AE} \right]$$

Éq. I-5

$$C_{GA}^{ER} = \frac{1}{Y} (1 - C_{GAE}^{GER}) \cdot \frac{1 - C_{LAE}^{AE}}{C_{GAE}^{GER}}$$

Éq. I-6

$$C_{GAE}^{ER} = \frac{1}{Y} (1 - C_{LAE}^{AE})$$

Éq. I-7

$$C_{LAE}^{ER} = \frac{1}{Y} C_{LAE}^{AE}$$

Éq. I-8

$$\text{Avec : } Y = C_{LAE}^{AE} + (1 - C_{LAE}^{AE}) + (1 - C_{GAE}^{GER}) \cdot \frac{1 - C_{LAE}^{AE}}{C_{GAE}^{GER}} + \left( \frac{1 - C_{LAE}^{AE}}{C_{GAE}^{GER}} \cdot \frac{C_{LER}^{ER}}{1 - C_{LER}^{ER}} - C_{LAE}^{AE} \right)$$

Éq. I-9

## I.9 Fabrication industrielle des enrobés recyclés

La fabrication industrielle des enrobés recyclés consiste à produire un enrobé dont la composition est proche de la composition déterminée durant son étude en laboratoire au moyen d'outils de production techniquement adaptés à la fabrication d'enrobé recyclé. Ces outils sont appelées centrale de fabrication. Elles se différencient par le chauffage ou non des agrégats d'enrobé avant leur incorporation en centrale.

### I.9.a Régularité des enrobés recyclés fabriqués

La maîtrise de la régularité des agrégats d'enrobé utilisés lors de la fabrication participe à la régularité de l'enrobé recyclé produit (Annexe III). Elle est basée sur la connaissance de la régularité des caractéristiques moyennes du lot d'agrégats d'enrobé.

Les caractéristiques des agrégats d'enrobé dont la variabilité influe sur la régularité de la composition de l'enrobé recyclé sont la teneur en liant, la pénétrabilité, la température bille-anneau et la granulométrie pour les tamis de 63 µm, 2 mm et D (diamètre maximal des granulats d'agrégats d'enrobé). La variabilité de ces caractéristiques couplée à la variabilité des matériaux d'apport et l'aptitude de la centrale doser ces constituants dans de justes proportions (XP P98-142-1 2003) peuvent être un frein au développement du recyclage à fort taux (EN 13108-8 2006) (Baroux et Bonnot 1982).

Le tableau Tab. I-1 illustre la relation existante entre la régularité d'un lot d'agrégats d'enrobé et le taux de recyclage maximum conseillé. Ce tableau est tiré de la norme XP P98-135 abrogée en 2008. La norme NF EN 13108-8 actuellement en vigueur ne conseille pas de limites de réemploi en fonction des caractéristiques mesurées et/ou de leur variabilité. Le tableau en Annexe IV présente des Fiches Techniques d'Agrégats d'Enrobé (FTAÉ) résumant les caractéristiques usuelles des agrégats d'enrobé.

Usage dans la chaussée	Type de couche			Taux de réemploi (%)				
	Couche de roulement			0	10	10	30	40
	Couche de liaison			10	20	30	40	
	Couche d'assise			10	20	30	40	
	Teneur en liant		Etendue	NS	≤ 2%		≤ 1%	
Information sur les composants des agrégats d'enrobé	Liant bitumineux	Caractéristiques	Pénétrabilité 1/10 mm	Non spécifiées (NS)	≥ 5		≥ 5	
		Résiduelles (pénétrabilité ou TBA)	Etendue		-		≤ 15	
			TBA °C		≤ 77		≤ 77	
			étendue		-		≤ 8	
	Granulats	Granularité	Passant à D Etendue (%)	Non spécifiées (NS)	80 à 99 ≤ 15		85 à 99 ≤ 10	
			Etendue du passant à 2 mm		≤ 20		≤ 15	
			Etendue du passant à 0,08 mm (0,063 mm)		≤ 6		≤ 4	
		Caractéristiques intrinsèques	Catégorie	Non spécifiées (NS)		B		
			Angularité	-		RC2		

Tab. I-1 : taux de recyclage possibles en fonction des caractéristiques et de la variabilité du lot d'agrégats (XP P98-135)

Pour réduire la variabilité des lots agrégats d'enrobé, les pratiques évoluent (Zhou et al. 2010). La division des lots d'agrégats d'enrobé en deux (voire trois) fractions granulométriques permet une meilleure régularité des lots (Fig. I-13) et une réduction de la ségrégation. Cette méthode de constitution d'un lot d'agrégats d'enrobé en plusieurs fraction est appelée « fractionnement ».



*Fig. I-13 : fractionnement des agrégats d'enrobé  
(Hot Mix Magazine)*

### ***1.9.b Outils de production des enrobés bitumineux recyclés***

La production en centrale de fabrication d'enrobés recyclés à fort taux a été rendue possible par des évolutions techniques importantes des centrales d'enrobage. Celles-ci ont principalement eu pour objectif d'optimiser l'échange de chaleur entre les granulats d'apport et les agrégats d'enrobé, d'améliorer le malaxage des constituants et d'éviter une chauffe excessive des constituants pour limiter les rejets gazeux au plus bas taux de composants organiques possibles (Ducasse 2003) (SETRA 2006).

#### **1) Transfert de chaleur entre les granulats d'apport et les agrégats d'enrobé**

Dans le processus industriel de fabrication des enrobés recyclés, ce sont les granulats d'apport qui apportent tout ou partie de l'énergie thermique aux agrégats d'enrobé. Ce transfert de chaleur est réalisé entre le point d'introduction des agrégats d'enrobé et le point de sortie de l'enrobé recyclé produit. La chaleur apportée sèche et chauffe les agrégats d'enrobé et favorise ainsi la remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé.

#### **2) L'eau dans le processus de production des enrobés recyclés**

La présence d'eau dans les agrégats d'enrobé conduit à utiliser de l'énergie pour évaporer l'eau qu'ils contiennent. Afin de limiter l'humidité des agrégats d'enrobé qui entraîne une consommation d'énergie lors de la fabrication des enrobés recyclés à 160°C, les lots d'agrégats d'enrobé peuvent être couverts (Fig. I-14). Cette pratique permettrait de prévenir l'agglomération superficielle des lots d'agrégats d'enrobé durant le stockage précédant leur utilisation en centrale de fabrication (Scranton 1999).

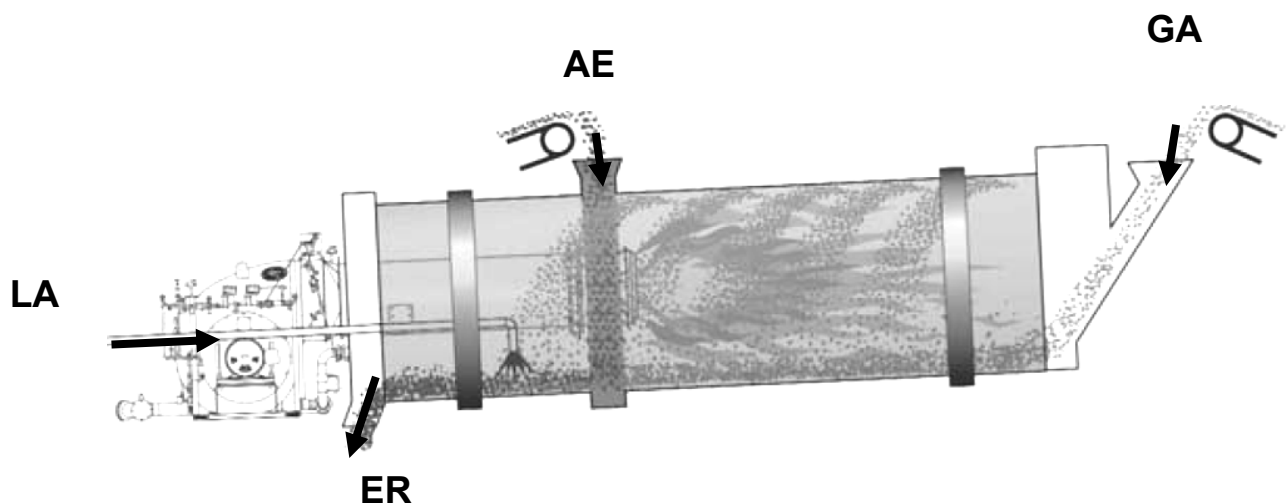


*Fig. I-14 : couverture des lots d'agrégats d'enrobé pour limiter humidité et ensoleillement (Prowell 2007)*

3) Centrale incorporant les agrégats d'enrobé à température ambiante

Les centrales incorporant les agrégats d'enrobé à température ambiante ont une capacité de recyclage d'environ 50 % (Fig. I-15). Elles peuvent donc fabriquer un enrobé composé d'environ 50 % d'agrégats d'enrobé. Ce taux peut être porté à 65 % si des agrégats d'enrobé secs sont utilisés (Berthier 1982).

Dans ce type de centrale, la température des granulats d'apport doit être alors augmentée afin d'évaporer l'eau présente dans les agrégats d'enrobé (Baroux et al. 1982) (Deutscher Asphaltverband 2009). A titre d'information, lors de la fabrication à 20 % de recyclage et comparativement à des conditions de fabrication normale, une augmentation de 4 % de la teneur en eau des AE nécessite d'augmenter la température des granulats d'apport de 25°C pour produire un enrobé à 140°C.



*Fig. I-15 : centrale de fabrication à fort taux présentant un chauffage des granulats d'apport à contre courant du flux gazeux ainsi qu'une zone de malaxage des constituants située en aval du brûleur central chauffant les granulats d'apport  
Illustration empruntée à la société Astec*

4) Centrale incorporant des agrégats d'enrobé chauffés

Les centrales incorporant des agrégats d'enrobé chauffés permettent de se soustraire à l'obligation d'augmenter la température des granulats d'apport si les agrégats d'enrobé contiennent de l'eau. La chauffe des agrégats d'enrobé permet de les sécher et d'augmenter leur température à 110°C - 130°C avant leur mélange avec les granulats d'apport (GA). Le liant d'apport (LA) est ensuite ajouté.

La figure Fig. I-16 présente le schéma d'une centrale de recyclage à fort taux pouvant recycler jusqu'à un taux de 70%. Sur cette figure, les deux outils industriels en beige et en gris servent respectivement à la chauffe des granulats d'apport et des agrégats d'enrobé. Ils sont alimentés en matériaux par des tapis convoyeurs. Une fois chauffés, les matériaux sont mélangés ensemble avec le liant d'apport dans un malaxeur horizontal à palettes. L'enrobé ainsi fabriqué est ensuite acheminé vers une trémie de stockage dans l'attente de sa livraison sur son lieu d'utilisation. Il faut noter sur ce schéma qu'il est possible de ne pas chauffer les agrégats d'enrobé en utilisant un chemin court-circuitant (by-pass) l'outil de séchage (en gris) des agrégats d'enrobé.

A température de chauffe des granulats d'apport identique, l'addition d'outils de préchauffage des agrégats d'enrobé sur des centrales discontinues améliore leur capacité de recyclage (Deutscher Asphaltverband 2009) de 10-20% à 35 % voire même 50 % en fonction de la configuration choisie (Serfass 2008).

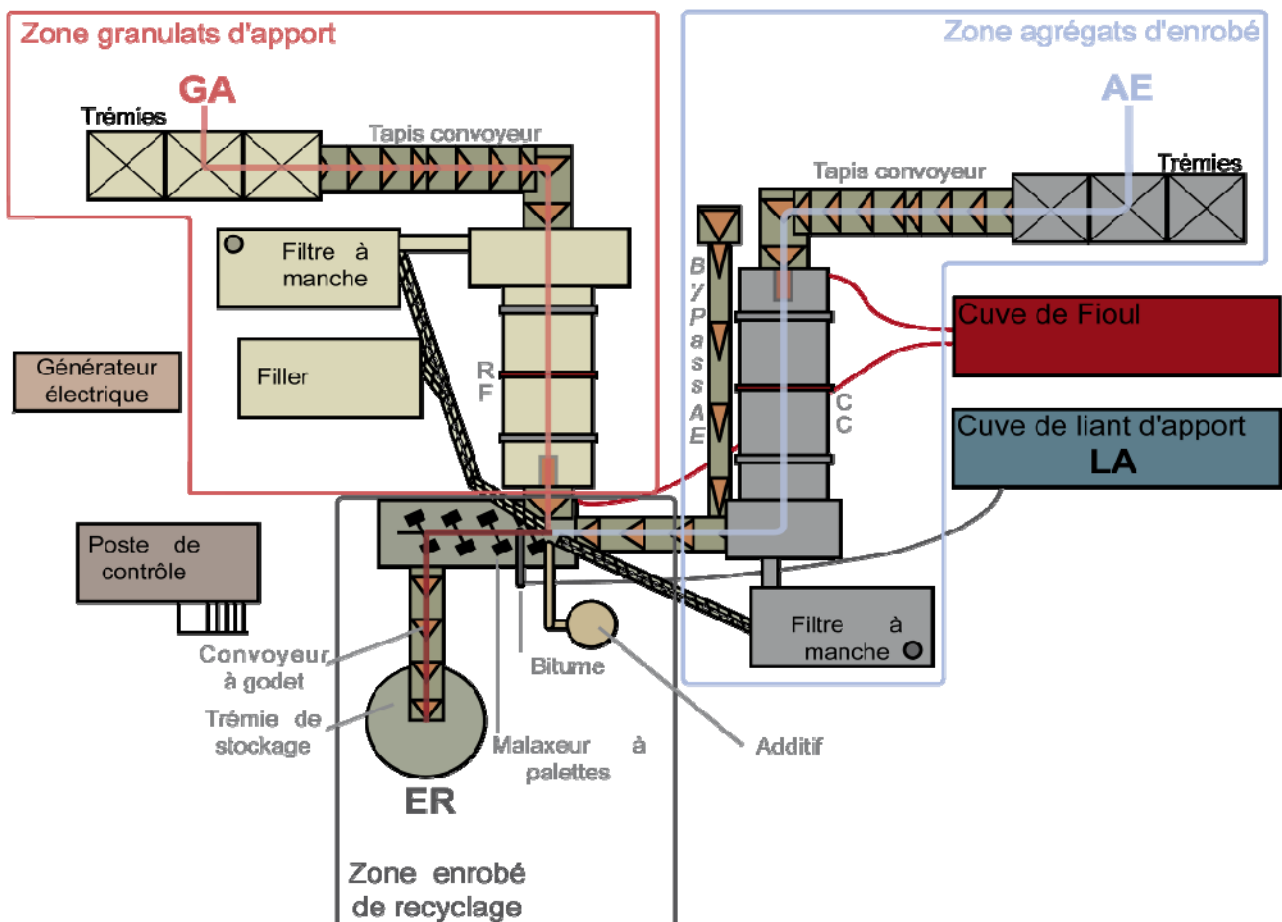


Fig. I-16 : centrale optimisée pour la fabrication d'enrobé recyclé à fort taux (vue de dessus) représentant les différents parcours des constituants et montrant l'unité industrielle de préchauffage des agrégats d'enrobé (à droite).

## I.10 Définition du programme de recherche

Face à la diversité des outils industriels de fabrication d'enrobé recyclé et aux évolutions techniques récentes conduisant à la baisse des températures de fabrication, de nombreuses questions émergent quant au degré de remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé.

Dans l'optique de permettre une meilleure connaissance des enrobés recyclés, le travail présenté considère les effets de la température de fabrication et de la durée de malaxage sur le mélange des constituants durant la fabrication d'un enrobé recyclé. En faisant varier ces deux paramètres, plusieurs degrés de mélange des constituants des enrobés recyclés fabriqués seront obtenus. Le travail présenté traitera de la compréhension des facteurs agissant sur le phénomène de remobilisation du liant des agrégats d'enrobé et l'influence de ces facteurs sur les performances de l'enrobé. Le travail réalisé durant cette thèse est présenté en trois axes complémentaires.

- Le premier axe vise à observer à l'échelle microscopique l'état de mélange des constituants des enrobés recyclés. Pour rendre possible cette observation, une technique a été développée en laboratoire. Elle permet d'identifier les relations existantes entre les conditions de fabrication et le degré de mélange des constituants de l'enrobé recyclé.
- Le second axe vise à mesurer l'influence des conditions de fabrication sur le degré de mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé. Un essai de lixiviation a été développé et ajusté en laboratoire. Il a pour principe de séparer progressivement les granulats et le liant de l'enrobé recyclé pour en étudier la composition chimique. Développé pour caractériser une formule réelle d'enrobé, la mise en place de cet essai permettra de corréler les conditions de la fabrication industrielle avec celles existantes en laboratoire.
- Le troisième axe vise à quantifier la dépendance des propriétés mécaniques de l'enrobé recyclé vis-à-vis du degré de mélange de l'enrobé et du taux de recyclage de l'enrobé. En termes de granulométrie, de caractéristiques de liant et de teneur en liant, la composition de l'enrobé recyclé étudié est indépendante du pourcentage de recyclage. La formule obtenue a ensuite été fabriquée en faisant varier la température de fabrication de 110°C à 160°C, la durée de malaxage de 40 secondes à 4 minutes et le taux de recyclage de 20 % à 70 %.

## **II État de l'art de la caractérisation des enrobés recyclés par des méthodes permettant l'observation**

Pour observer la manière dont les constituants se mélangent durant la fabrication des enrobés recyclés, il est essentiel de mettre en œuvre un moyen permettant de distinguer le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé. L'étude des essais existants de caractérisation visuelle des enrobés recyclés permettra de dresser un cahier des charges définissant les axes d'amélioration des méthodes existantes. Cette partie est ordonnée de façon à présenter les différentes échelles pouvant être prise en compte dans l'étude des enrobés bitumineux (Elseifi et al. 2008).

### **II.1 Observation à l'échelle de l'enrobé**

#### ***II.1.a Description de l'essai de NGUYEN***

Dans le but de décrire le mélange des constituants durant la fabrication d'enrobé recyclé, NGUYEN réalise un essai utilisant des agrégats d'enrobé artificiels de grande dimension (enrobés bitumineux artificiellement vieillis en laboratoire puis concassés à 50 mm) (Nguyen 2009). Pour distinguer le liant d'apport et du liant d'agrégats d'enrobé, NGUYEN adapte le liant d'apport. Le liant d'apport choisi est un liant « clair » (non noir) dont la couleur peut être modifiée par l'ajout de pigments. L'ajout de particules d'oxyde de fer permet à NGUYEN d'obtenir un liant d'apport rouge.

La fabrication est réalisée à 130°C, les granulats d'apport surchauffés sont malaxés avec les agrégats d'enrobé pendant une durée variant de 1 à 8 minutes. Le liant d'apport rouge est ensuite ajouté et le malaxage se poursuit pendant 2 minutes. Les échantillons sont ensuite compactés par une presse à cisaillement giratoire - PCG - (Annexe II). Un cylindre d'enrobé recyclé est obtenu puis découpé perpendiculairement à son axe de révolution pour en extraire un disque.

À partir des photographies présentées sur la figure Fig. I-17 et du fait de l'existence d'amas d'agrégats d'enrobé après une longue durée de malaxage (8 minutes, Fig. I-17-e), NGUYEN conclut que le mélange parfait entre les agrégats d'enrobé et le liant d'apport ne « survient jamais durant le malaxage ».

#### ***II.1.b Avantages de l'essai de NGUYEN***

L'étude de NGUYEN est la première à présenter une cinématique de l'étape de malaxage (Fig. I-17). NGUYEN réalise des prélèvements successifs durant une même fabrication. Ces prélèvements lui permettent de fabriquer des échantillons présentant l'évolution du mélange au gré du malaxage des constituants. Dans l'étude de NGUYEN, l'attrition entre les granulats d'apport et les agrégats d'enrobé participe à la réduction des amas d'agrégats d'enrobé. Elle participe au mélange du liant d'agrégats d'enrobé avec le liant d'apport en fragmentant la périphérie des agrégats d'enrobé.

#### ***II.1.c Inconvénients de l'essai de NGUYEN***

Il semble dans l'étude de NGUYEN que la persistance d'amas d'agrégats d'enrobé résulte de la grande dimension de ceux-ci. La dimension importante des agrégats d'enrobé augmente la durée nécessaire au



transfert de chaleur des granulats d'apport vers le cœur des agrégats d'enrobé (Rohsenow et al. 1985). L'existence d'un gradient de température entre le cœur et la surface des agrégats d'enrobé induit une progressivité du mélange entre les agrégats d'enrobé et les matériaux d'apport qui se traduit par la réduction progressive des agrégats d'enrobé.

La forme des agrégats d'enrobé utilisé par NGUYEN diffère fortement de celle utilisée dans l'industrie. En France, les agrégats d'enrobé sont réduits par concassage afin d'élaborer un lot régulier utilisable dans la fabrication d'enrobé recyclé (Langumier 1982).

L'échelle d'observation utilisée ne permet pas de décrire le degré de mélange du liant d'agrégat d'enrobé avec le liant d'apport.

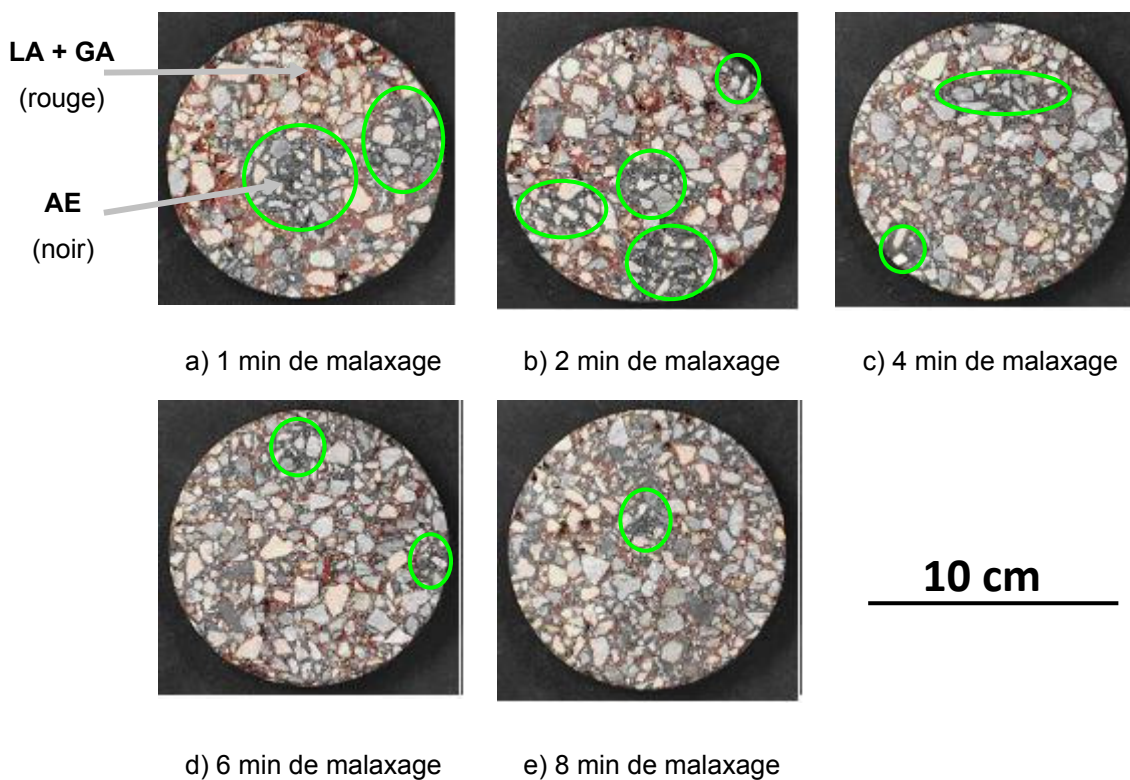


Fig. I-17 : mélange progressif des agrégats d'enrobé artificiels de grande dimension en fonction de la durée de malaxage (Nguyen 2009)

## II.2 Observation à l'échelle du granulat

### II.2.a Description de l'essai de DRUTA et al.

Afin d'imager le phénomène de mélange des liants d'apport et d'agrégats d'enrobé à l'échelle du granulat (10 mm), DRUTA et al. réalisent des essais en utilisant des agrégats d'enrobé artificiels (Druta et al. 2009). Pour fabriquer des agrégats artificiels, des granulats sont enrobés par un liant bitumineux contenant une part massique de 25 % d'oxyde de fer. Ces granulats enrobés sont ensuite artificiellement vieillissés dans une étuve chauffée à la température de 120°C pendant 36 heures. L'agrégat d'enrobé ainsi obtenu est constitué d'un granulat recouvert d'un liant artificiellement vieilli et contenant des oxydes métalliques.

La technique utilisée pour différencier le liant d'apport et le liant d'agrégats artificiels est la tomographie au rayon X assistée par ordinateur (X-Ray Computed Tomography). À l'instar de la radiographie médicale, la tomographie permet d'imager la différence de densité d'un objet, mais en restituant une représentation tridimensionnelle de l'objet étudié. Sur la figure Fig. I-18, la densité importante des particules métalliques permet de localiser le liant d'agrégats d'enrobé artificiel (en blanc) à la surface des granulats. Le liant contenant les oxydes métalliques forme alors autour du granulat une couche constituée d'amas inhomogènes entourés de rouge.

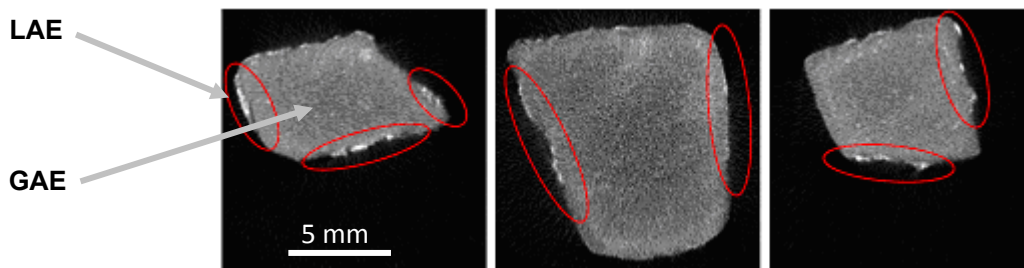


Fig. I-18 : agrégats d'enrobé artificiels enrobés par un bitume contenant des oxydes métalliques (Druta et al. 2009)

Les agrégats d'enrobé artificiels sont mélangés mécaniquement dans un malaxeur durant 5 minutes à une température de 176°C avec un bitume de grade 70/100 (PG 64-22, sans oxydes de fer). En comparant les granulats avant et après le malaxage, on constate que le liant d'agrégats d'enrobé artificiel (en blanc), a été remplacé par le liant d'apport 70/100 non visible sur la Fig. I-19.

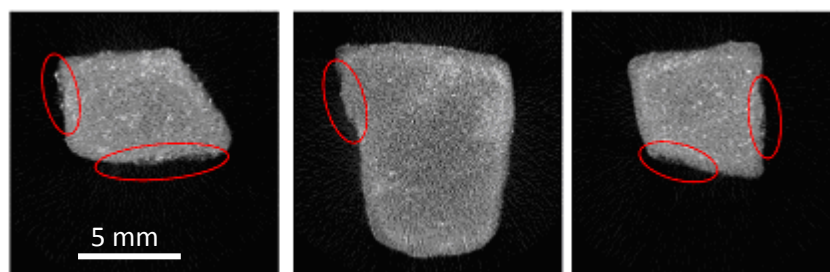


Fig. I-19 : agrégats d'enrobé artificiels après leur malaxage avec un bitume de grade 70/100 (Druta et al. 2009)

### **II.2.b Avantages de l'essai de DRUTA et al.**

Contrairement aux travaux de NGUYEN (Nguyen 2009), l'essai réalisé par DRUTA et al. montre un fort degré de mélange du liant d'agrégats d'enrobé synthétique avec le liant d'apport lors d'un mélange réalisé à 176°C. Le liant des agrégats peut donc être remobilisé si les conditions de mélange le permettent.

### **II.2.c Inconvénients de l'essai de DRUTA et al.**

Les observations présentées sur les figures Fig. I-18 et Fig. I-19 sont ponctuelles et présentent l'état initial et l'état final du granulat. Elles ne permettent pas de comprendre à cette échelle le mécanisme de la remobilisation.

Les granulats étudiés sont d'une seule dimension. La granulométrie des agrégats d'enrobé n'est donc pas prise en compte et le mélange fabriqué ne contient pas de granulats d'apport.

Le nombre restreint de granulats considérés et l'utilisation d'agrégats d'enrobé artificiels engage la représentativité des observations réalisées.

## II.3 Observation à l'échelle du liant

### II.3.a Description de l'essai de EL BEZE

Afin d'étudier le mélange des liants à l'échelle microscopique, EL BEZE réalise une étude mettant en œuvre un microscope infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) (El Beze 2008). Cette technique permet de distinguer les liants en présence au moyen des différences chimiques résultant de leur composition. EL BEZE utilise le fait que le liant d'agrégats d'enrobé s'oxyde durant le vieillissement subtil lors de sa première vie. Cette évolution se traduit par la présence de liaisons chimiques carboxyles (C=O) et sulfoxydes (S=O) (Mouillet et al. 2008) (Lamontagne et al. 2002) (Lamontagne et al. 2001).

Dans le cadre de cette étude, un agrégat d'enrobé artificiel est utilisé. Celui-ci est obtenu par un vieillissement accéléré en laboratoire réalisé au moyen de l'essai normalisé PAV (Pressure Ageing Vessel (NF EN 14769 2006)). L'agrégat d'enrobé résultant est ensuite concassé puis mélangé avec un liant d'apport de grade 35/50 à la température de 180°C pendant une durée inférieure à cinq minutes (NF EN 12697-35 2007)

L'utilisation de cette technique permet d'imager à l'échelle microscopique la répartition du liant d'agrégats d'enrobé dans le liant d'apport (Fig. I-20). Cette technique montre que le mélange entre les agrégats d'enrobé (dégradé blanc-rouge-jaune par ordre décroissant de la concentration en liaison carboxyles) et le liant d'apport (dégradé vert-bleu dans le même ordre) est partiel. La technique utilisée permet d'identifier des amas persistants à l'échelle microscopique.

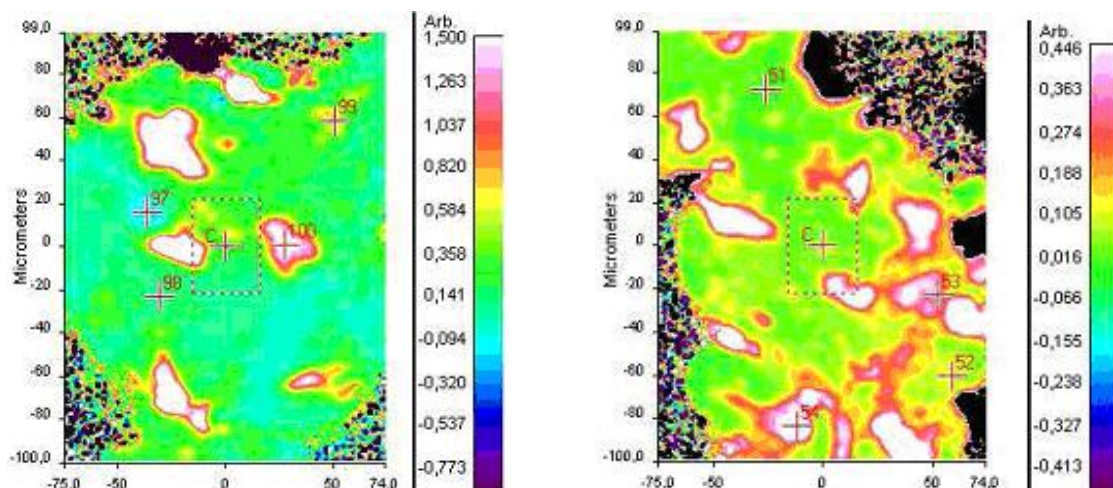


Fig. I-20 : cartographie des amas d'agrégats d'enrobé (en blanc) au sein d'un enrobé recyclé dans le cas de l'utilisation d'un agrégat vieilli artificiellement durant 4 jours (à gauche) et durant 8 jours (à droite) (El Beze 2008)

En étudiant deux échantillons fabriqués à partir d'agrégats d'enrobé dont la durée de vieillissement varie, EL BEZE montre que le degré de remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé dépend de son niveau de vieillissement. À titre d'information, les caractéristiques de pénétrabilité et de température bille-anneau des liants d'agrégats d'enrobé que EL BEZE utilise sont de  $15^{1/10}$  mm et 72°C pour un vieillissement de 4 jours et de  $11^{1/10}$  mm et 86°C pour un vieillissement de 8 jours.

### ***II.3.b Avantages de l'essai de EL BEZE***

La technique utilisée permet à EL BEZE de présenter pour la première fois des images du degré de mélange entre les liants d'apport et d'agrégats d'enrobé à l'échelle du film de liant intergranulaire et de mettre en avant l'existence d'amas résiduels à l'échelle microscopique.

Lors du mélange de liants bitumineux, un phénomène d'interpénétration des liants bitumineux existe à l'échelle microscopique. Ce phénomène physique appelé « diffusion » est le seul pouvant parfaitement homogénéiser le mélange de deux liants. Basée sur le principe du mouvement Brownien, la diffusion est facilitée par l'augmentation de température (Karlsson et Isacsson 2003b) (Karlsson et Isacsson 2003a). L'existence d'amas résiduels après un malaxage à 180°C montre que le phénomène de diffusion ne permet pas à lui seul d'homogénéiser le mélange des liants et qu'un malaxage est absolument nécessaire.

### ***II.3.c Inconvénients de l'essai de EL BEZE***

L'utilisation de la technique de microscopie infra rouge à transformée de Fourier nécessite un contact régulier entre le microscope et l'échantillon étudié. La nécessité d'un contact régulier oblige EL BEZE à modifier fortement la composition de l'enrobé recyclé étudié. De ce fait, la part massique de liant dans les agrégats d'enrobé étudiés par EL BEZE est trois fois supérieure à la normale (module de richesse égal à 9,4 - cf. Annexe II).

Avec l'objectif de parfaire le contact entre le microscope et l'échantillon, EL BEZE n'utilise que des granulats dont les dimensions sont comprises entre 315 et 500 µm pour fabriquer des agrégats d'enrobé artificiels. De même que pour l'étude de DRUTA et al., l'absence de granulats d'apport peut limiter la réduction des amas dont la figure Fig. I-20 montre l'existence. Ces modifications du squelette granulaire des enrobés recyclés étudiés par EL BEZE conduisent à l'obtention d'échantillons non représentatifs d'un enrobé recyclé réel.

La microscopie IRTF est une technique précise, mais la durée de réalisation d'un essai est longue. Le nombre d'échantillons étudiés ne permet pas de justifier facilement de la représentativité des observations réalisées.

## **II.4 Définition d'un cahier des charges d'un essai d'observation des enrobés recyclés**

L'analyse bibliographique présente ici les seules études caractérisant les enrobés recyclés en mettant en œuvre des techniques d'observation. Au regard de ces études, un bilan peut être réalisé afin de présenter les voies d'amélioration à suivre. Ce bilan est présenté sous la forme d'un tableau (Tab. I-2). Ce bilan considère la composition des échantillons étudiés et la nature de l'exploitation des analyses des différents auteurs.

	Composition des échantillons étudiés				Exploitation des résultats			
	AE réels	LA réels	GA présents	Échantillons réalistes	Exploitation descriptive	Exploitation quantitative	Cinétique décrite	Cinétique quantifiée
NGUYEN	non	non	<b>oui</b>	non	<b>oui</b>	non	<b>oui</b>	non
DRUTA	non	<b>oui</b>	non	non	<b>oui</b>	non	non	non
EL BEZE	non	<b>oui</b>	non	non	<b>oui</b>	non	non	non
Objectifs	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>

Tab. I-2 : bilan de la composition des échantillons étudiés et de l'exploitation des résultats obtenus

En considérant la composition des échantillons étudiés par les différents auteurs, tous utilisent des agrégats d'enrobé artificiels dont la mise en forme fausse par définition la réalité du phénomène observé. Les échantillons qu'ils étudient se distinguent soit par la présence de granulats d'apport, soit par l'utilisation d'un liant d'apport réel. Ces modifications de la composition de l'enrobé recyclé visent à rendre possible l'utilisation de la technique utilisée ou bien à la faciliter l'observation. Elles dépendent des limites fixées par la technique choisie pour réaliser l'observation. Les adaptations de la composition des agrégats d'enrobé conduisent à l'obtention d'échantillons partiellement représentatifs du phénomène à observer.

Afin de ne pas engager la représentativité de l'échantillon, les enrobés recyclés étudiés doivent être composés d'agrégats d'enrobé identiques à ceux utilisés lors de fabrication en centrale, tant en termes de granulométrie que de propriétés du liant d'agrégats d'enrobé. De plus, les caractéristiques des matériaux d'apport doivent être comparables aux caractéristiques des matériaux entrant classiquement dans la composition des enrobés bitumineux recyclés ; tant en termes de granulométrie des granulats d'apport qu'en termes de propriété du liant d'apport.

Les résultats présentés par les différents auteurs sont descriptifs et ne quantifient pas le phénomène de mélange observé, ni la cinétique de ce dernier. Pour pouvoir quantifier un phénomène, il est nécessaire de se munir d'une méthode bien entendu discriminante et quantitative, mais aussi facilement répétable. La facilité de la répétition de la méthode permettra alors de valider la représentativité des observations réalisées par la reproduction des observations réalisées.

Des essais préliminaires et le bilan présenté ont permis de déterminer que la technique permettant de remplir la majorité des conditions est la microscopie sous ultra violet. Cette technique a déjà été appliquée à la caractérisation des bitumes modifiés par l'ajout de polymères. Nous l'adapterons à notre objectif : visualiser, caractériser et mesurer l'évolution du mélange lors de la fabrication d'un enrobé recyclé.

### **III État de l'art de la caractérisation des enrobés recyclés par une méthode de dissolution du liant**

Dans le chapitre précédent, les auteurs s'attachent à déterminer par l'observation le degré d'homogénéité du mélange entre le liant d'apport (LA) et le liant des agrégats d'enrobé (LAE) afin de savoir si le mélange des constituants aboutit à un mélange homogène. Les travaux présentés tiennent peu compte des outils utilisés pour réaliser ce mélange ; rendant difficile la comparaison d'une part, entre les différents types de malaxeurs de laboratoires existants (NF EN 12697-35 2007) et d'autre part, entre les différentes capacités de malaxage des outils industriels. Dans le cadre de la fabrication des enrobés recyclés à fort taux, il est nécessaire de développer un essai permettant de réaliser la comparaison des processus de fabrication de laboratoire et industriel. En caractérisant des échantillons d'enrobé recyclés fabriqués en laboratoire et en centrale, cet essai aura pour objectif de mesurer le degré de mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé. La comparaison des degrés de mélange résultants de ces deux modes de fabrication permettra de comparer la fabrication en laboratoire et la fabrication en centrale.

Dans le but de définir le cahier des charges d'un tel essai, ce chapitre présentera la méthode d'extraction qui sera le fondement de l'essai développé, l'historique et les évolutions de cette méthode. Après une définition des avantages et limites éventuelles, un cahier des charges sera dressé. La conclusion présentera les bases de développement du dispositif expérimental permettant de répondre aux besoins.

Note : Du fait d'une nature composite des enrobés bitumineux alliant des granulats et du bitume, le calcul des capacités de malaxage des centrales doit tenir compte de la nature physique des différents constituants ; solide de dimensions différentes (Berthiaux 2002) et produit pâteux de rhéologie complexe (Desplanches et Chevalier 1999). Des recherches visant à modéliser numériquement la fabrication des matériaux granulaires du génie civil sont en cours de réalisation par le LCPC dans le cadre d'une opération de recherche identifiée « 11p102 MOD-FAB » (2010-2014). Le cahier des charges définissant le cadre de cette étude aborde le domaine du recyclage des enrobés bitumineux (Cazacliu et Chevoir 2009).

#### **III.1 Caractérisation du degré d'homogénéité du mélange des liants par des essais de trempage de l'enrobé dans du solvant**

Depuis les trente dernières années, une méthode particulière ayant pour objectif de caractériser l'homogénéité du mélange entre le liant d'agrégat d'enrobé et le liant d'apport a été utilisée de manière sporadique pour caractériser les enrobés recyclés. Cette méthode, progressivement adaptée durant cette période, met en œuvre un type de solvant du bitume (solvant halogénés : tétrachloroéthylène, trichloroéthylène, tétrahydrofurane, dichlorométhane).

La méthode consiste à successivement tremper un échantillon d'enrobé recyclé, deux ou plusieurs fois, dans un solvant en renouvelant le solvant à chaque trempage, puis à caractériser le liant échantillonné par chaque trempage.

Une analyse comparative des liants après leur récupération par évaporation du solvant (NF EN 12697-3 2005) permet de conclure que :

- dans le cas où les liants échantillonnés ont des caractéristiques identiques, le liant de l'enrobé recyclé est homogène et se caractérise par un fort degré de mélange du liant d'apport et du liant d'agrégats d'enrobé,
- dans le cas où les liants échantillonnés ont des caractéristiques différentes, le liant de l'enrobé recyclé est hétérogène et se caractérise par un faible degré de mélange du liant d'apport et du liant d'agrégats d'enrobé.

### III.2 Historique et évolution apportées à la méthode par trempage

C'est en 1979 que ZEARLEY utilise pour la première fois la méthode par trempage pour caractériser la fabrication industrielle des enrobés bitumineux de recyclage (Zearley 1979). Il réalise pour cela deux trempages et caractérise les liants échantillonnés par un essai de pénétrabilité (EN 1426 2007). Les liants échantillonnés possédant des caractéristique identiques, il conclut que le liant de l'enrobé recyclé est homogène lorsque l'enrobé recyclé est fabriqué à chaud (160°C).

L'année suivante, en 1980, CARPENTER et WOLOSICK (S.H. Carpenter et Wolosick 1980) montrent au moyen de la même méthode que ZEARLEY que lors d'une fabrication réalisée à 116°C, le liant de l'enrobé recyclé est hétérogène. Ils montrent de plus que le liant de l'enrobé recyclé initialement hétérogène s'homogénéise progressivement, après la fabrication, (Nourelidin et Wood 1987) par diffusion sur une durée de l'ordre de 3 mois. Cette observation, retranscrite sur le graphique présenté par la figure Fig. I-21, met en évidence la convergence des pénétrabilités mesurées sur les liants échantillonnés lors du premier trempage « *outer layer* » et lors du second trempage « *inner layer* ».

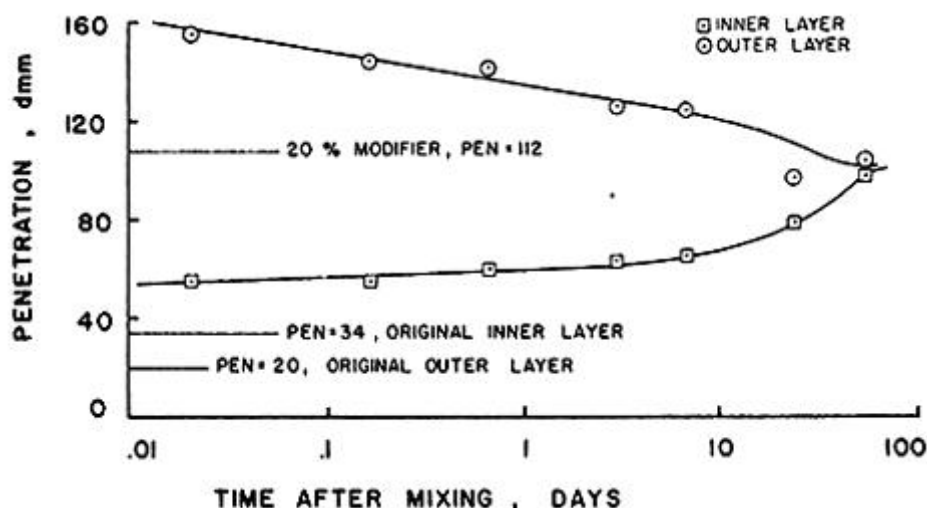


Fig. I-21 : homogénéisation dans le temps du mélange initialement imparfait entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé au sein d'un enrobé recyclé (S.H. Carpenter et Wolosick 1980)

En 1987, NOURELDIN (Nourelidin et Wood 1987) applique la méthode à un agrégat d'enrobé. Il réalise pour cela quatre trempages et caractérise les liants échantillonnés par un essai de pénétrabilité et une mesure



de leurs viscosités. La mesure de la quantité de liant échantillonné par chaque trempage lui permet de représenter la pénétrabilité du liant en fonction de cette quantité. Il propose une représentation (Fig. I-22) montrant que le liant de l'agrégat d'enrobé échantillonné au premier trempage possède une pénétrabilité inférieure au liant échantillonné au dernier trempage. Il explique que cette observation est due à l'absorption de fractions légères du bitume par les granulats calcaires qui composent ses agrégats d'enrobé.

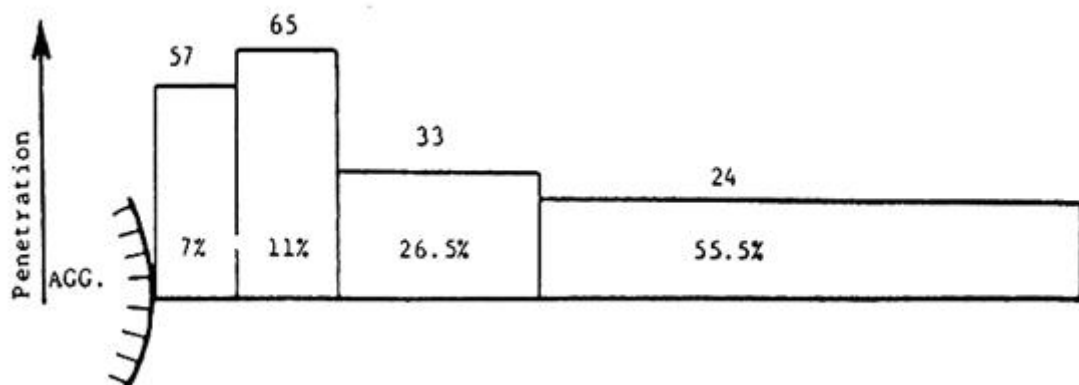


Fig. I-22 : pénétrabilité ( $^{1/10}$  mm) des liants d'agrégats échantillonnés en fonction de la quantité de liant échantillonné et de sa position idéalisée par rapport au granulat (AGG.) (Noureldin et Wood 1987)

En 1992, BICHERON (Bicheron et al. 1992) applique la méthode à des enrobés recyclés fabriqués en laboratoire. Elle réalise pour cela quatre trempages et caractérise les liants échantillonnés par une technique de chromatographie sur gel perméable. Cette technique mesure la teneur en asphaltènes. Les asphaltènes sont une famille de molécules hydrocarbonées constitutives des bitumes et dont la population augmente durant le vieillissement des liants bitumineux. L'existence d'une différence de teneur en asphaltènes dans les liants échantillonnés amène BICHERON à proposer que les fabrications à température ambiante conduisent à un état qu'elle qualifie alors idéalement de « double enrobage » et confirme les résultats de CARPENTER et WOLOSICK sur la diffusion progressive des liants. Dans ce même article, BICHERON propose une autre méthode de caractérisation des enrobés recyclés. Pour cela, BICHERON opère un tamisage de l'enrobé recyclé fabriqué à chaud puis refroidit, sépare les éléments de grandes dimensions (8/10 mm) et les éléments fins (0/6 mm). En supposant qu'il peut exister une différence dans la répartition spatiale des liants entre ces éléments de dimensions différentes, BICHERON compare le liant présent sur les éléments de grandes dimensions avec le liant présent sur les éléments fins. En constatant que les deux liants ont des caractéristiques identiques, BICHERON montre qu'un enrobé recyclé fabriqué à chaud (160°C) en centrale de fabrication est homogène « pour une énergie et un temps de malaxage convenable ».

En 2005, HUANG (Huang et al. 2005) applique la méthode à des enrobés recyclés fabriqués en laboratoire à la température de 190°C et malaxé durant 3 min. HUANG réalise pour cela quatre trempages et caractérise les liants échantillonnés en mesurant leurs viscosités. Les mesures réalisées indiquent que la viscosité augmente progressivement entre le premier liant échantillonné et le dernier. HUANG conclue que le liant d'apport forme autour des agrégats d'enrobé une couche de liant qui ne se mélange que partiellement au liant d'agrégats d'enrobé et propose l'illustration présentée en figure Fig. I-23. Cette figure présente le double



enrobage identifié par BICHERON et illustre une différence spatiale de répartition du liant d'apport sur les granulats d'apport.

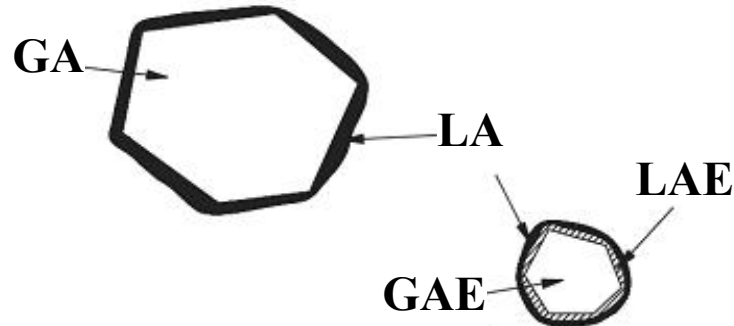


Fig. I-23 : couches superposées de liant au sein d'un enrobé recyclé (Huang et al. 2005)

### III.3 Critique de la bibliographie existante

Les travaux présentés indiquent qu'il est possible d'utiliser des solvants pour caractériser le degré de mélange des liants (LAE et LA) au sein d'un enrobé recyclé. Nous retiendrons aussi qu'il est difficile de comparer quantitativement les résultats présentés du fait des différentes utilisations faites par les auteurs de la méthode de caractérisation par trempage et du manque de précisions quant aux conditions opératoires et aux outils utilisés pour réaliser le mélange des composants.

Les travaux présentés indiquent que, en fonction du degré de mélange de l'enrobé recyclé, les liants échantillonnés sont un mélange de liant d'apport et de liant d'agrégats d'enrobé. Les liants échantillonnés possèdent des caractéristiques intermédiaires à celles des liants dont ils sont composés. Ainsi pour un faible degré de mélange, la caractérisation par trempage d'un enrobé recyclé conduit à observer dans le premier liant échantillonné qu'une part de liant d'apport, supérieure à celle attendue lors d'un mélange homogène des liants LAE et LA, est présente.

La méthode par trempage ne permet la réalisation que d'un nombre limité d'échantillons du fait d'une solubilisation rapide des liants bitumineux dans les solvants utilisés. Les essais utilisés par les différents auteurs pour caractériser les liants échantillonnés nécessitent de séparer le liant et le solvant par évaporation afin de récupérer le liant. De plus, ces essais nécessitent une masse importante de liant et sont donc une limite au nombre d'échantillons de liant pouvant être réalisés par trempage d'un échantillon d'enrobé recyclé.

L'analyse des articles présentés permet d'identifier quatre voies de développement destinées à améliorer l'échantillonnage du liant :

- permettre une l'extraction progressive du liant,
- permettre une extraction complète du liant présent dans les échantillons,
- permettre une extraction régulière du liant présent dans les échantillons,
- faciliter l'échantillonnage des produits extraits.

De la même manière, cinq voies de développement destinées à améliorer les essais postérieurs à l'échantillonnage sont identifiées :

- différencier le LA et le LAE,
- exclure l'évaporation du solvant,
- quantifier la présence de LA et LAE dans le liant échantillonné
- quantifier la concentration de liant dans les solutions
- nécessiter peu de liant pour augmenter le nombre des échantillons réalisables.

### **III.4 Choix des adaptations techniques réalisées**

Les voies de développement destinées à améliorer l'échantillonnage du liant se résument principalement à la capacité de l'essai d'extraire progressivement le liant de l'enrobé recyclé et à des précautions expérimentales dépendantes du protocole d'essai. La réédition des essais par trempage montrent que ceux-ci conduisent à la mise en solution, lors du premier trempage, d'une part du liant d'enrobé recyclé supérieure à 30%. Cette quantité étant jugée importante, nous avons opté pour un essai basé sur la pulvérisation de solvant sur l'échantillon pour réaliser l'extraction progressive du liant. L'utilisation d'un dispositif expérimental permettant le contrôle et la reproduction des conditions de l'essai permettra la maîtrise de cette pulvérisation et donc de la dissolution du liant de l'enrobé recyclé. Ce dispositif sera adapté de celui présenté dans la norme NF CEN/TS 14405 (Annexe VIII). Le protocole restant à définir s'attachera à extraire complètement le liant de l'enrobé recyclé.

Les voies de développement destinées à améliorer les essais postérieurs à l'échantillonnage conduisent à envisager des méthodes d'analyse chimique qui nécessitent peu de liant. Ces méthodes sont réalisables en solutions et peuvent donc être directement utilisées sur les échantillons extraits, sans avoir recours à une extraction du solvant par chauffage. Pour cela, une technique d'analyse répandue et déjà appliquée à la caractérisation du vieillissement des bitumes (Lamontagne et al. 2001) sera utilisée pour différencier le LA et le LAE. Si cette technique peut différencier ces liants, elle peut être appliquée pour doser le LAE dans les solutions extraites. Une technique d'analyse complémentaire sera utilisée pour quantifier les liants dans les solutions. Elle sera basée sur les propriétés d'absorbance propres aux produits hydrocarbonés pétroliers (Mullins et al. 1992).

Après une phase expérimentale de dimensionnement et d'établissement du protocole, le dispositif expérimental a été réalisé et des enrobés recyclés dont les conditions de fabrication varient ont été caractérisés. Le dispositif et les résultats des essais sont présentés dans le chapitre III.

La représentation proposée par Huang (Fig. I-23) permet de préciser graphiquement (Fig. I-24) les résultats qui peuvent être attendus. Une droite reliant les points définis par la quantité de liant échantillonné depuis le début de l'essai et la proportion en LAE dans les échantillons, permettra par un échantillonnage fin et une quantification des liants LAE et LA de caractériser le degré d'homogénéité du mélange de ces liants.

Dans le cas d'un fort degré de mélange, la quantité de LAE est égale à la quantité de liant d'apport. La droite sera horizontale.

Dans le cas d'un faible degré de mélange, la quantité de liant d'agrégats d'enrobé augmentera progressivement durant l'échantillonnage. Cette augmentation se traduira par une pente positive caractérisant l'hétérogénéité du liant de l'enrobé recyclé.

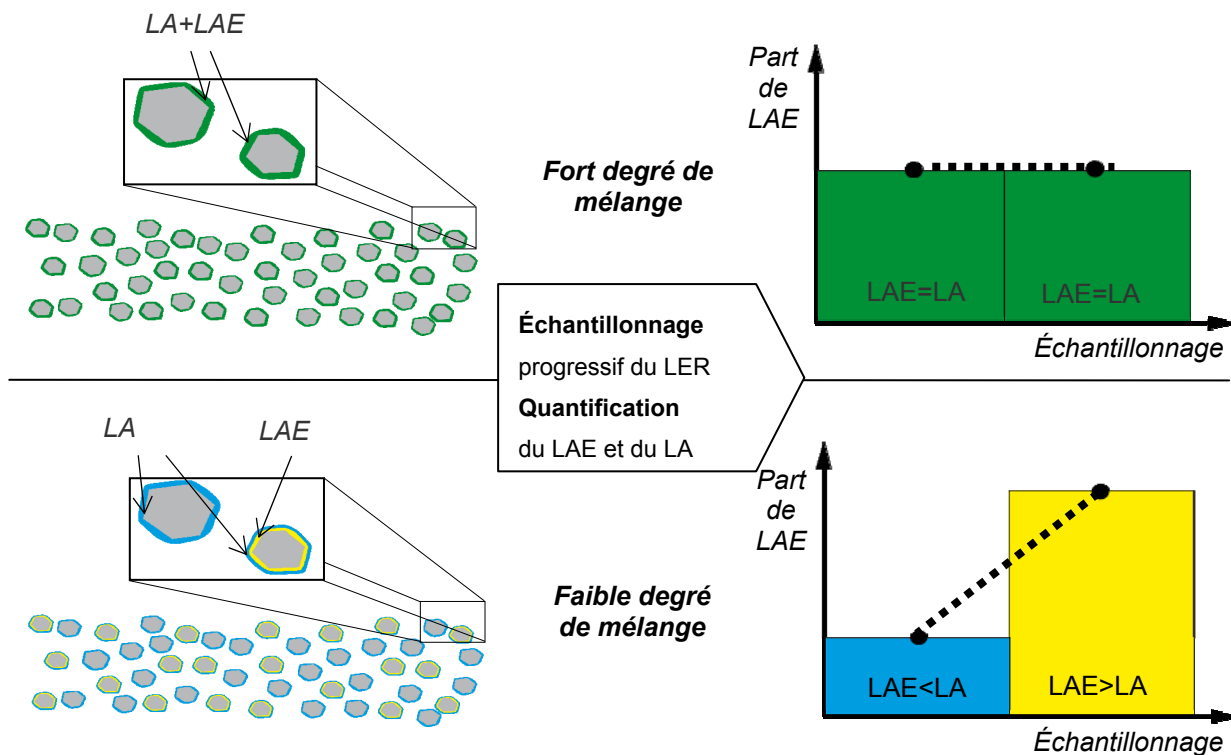


Fig. I-24 : caractérisation du degré de mélange des liants dans le cas d'un enrobé recyclé composé d'une part identique de liant d'agrégats d'enrobé et de liant d'apport

## **IV Performances mécaniques des enrobés bitumineux recyclés : méthode de formulation et influence des conditions de fabrication**

Dans le paragraphe précédant, les auteurs s'attachent à évaluer le degré de mélange entre le liant d'agrégats d'enrobé et le liant d'apport en mettant en œuvre des méthodes d'extractions séquencées du liant de l'enrobé recyclé ou des méthodes d'observation des enrobés recyclés. Cependant, les degrés de mélange constatés ne sont pas corrélés aux caractéristiques mécaniques des enrobés bitumineux recyclés. Afin de réaliser cette corrélation, il convient de fabriquer des enrobés recyclés dont le degré d'homogénéité évolue puis d'en caractériser les performances mécaniques.

Pour fabriquer des enrobés recyclés, dont le degré d'homogénéité évolue, il est nécessaire de choisir une méthode de formulation et de déterminer les paramètres influençant le degré de mélange. Dans un premier temps, deux études du degré de remobilisation seront présentées. Elles ont pour objectif de quantifier l'influence du liant d'apport sur les propriétés mécaniques des enrobés recyclés et d'évaluer le degré de mélange des liants. Dans un second temps, une étude traitant de l'influence des conditions de fabrication sur les propriétés mécaniques des enrobés bitumineux recyclés sera présentée.

Ces deux parties permettront de déterminer les paramètres d'étude des enrobés recyclés nécessaires pour quantifier l'influence du degré de mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé sur les propriétés mécaniques des enrobés recyclés.

### **IV.1 Détermination des caractéristiques du liant d'apport dans le cadre de la formulation des enrobés recyclés**

L'étude des performances mécaniques des enrobés recyclés implique de déterminer la quantité de liant d'apport nécessaire et d'en identifier les caractéristiques.

#### ***IV.1.a Méthode française de formulation***

##### **1) Quantité de liant d'apport**

La quantité de liant d'apport est déterminée en assimilant les enrobés recyclés à des enrobés neufs. La masse de liant d'apport nécessaire à la fabrication d'un enrobé recyclé est déterminée en soustrayant la quantité de liant apportée par les agrégats d'enrobé de la quantité de liant connue comme celle nécessaire à la fabrication d'un enrobé neuf de même granulométrie. Cette méthode suppose donc que le liant des agrégats d'enrobé est entièrement remobilisé pour participer à la cohésion des enrobés fabriqués.

##### **2) Caractéristiques du liant d'apport**

Les caractéristiques du liant d'apport sont déterminées à partir des caractéristiques du liant d'agrégats d'enrobé et de la part de liant d'agrégats d'enrobé et de liant d'apport. Les caractéristiques étudiées sont la pénétrabilité ou la température bille-anneau au moyen des règles présentées précédemment (Éq. I-1 et Éq. I-2).

Cependant, la quantité de liant d'agrégats d'enrobé remobilisé durant l'opération de recyclage reste inconnue et cette indétermination augmente avec le taux de recyclage des enrobés fabriqués.

#### **IV.1.b Méthode américaine de formulation**

Dans le cadre du programme de recherche américain Superpave, les agences américaines NCAT (National Center for Asphalt Technology) et NCHRP (National Cooperative Highway Research Program) ont étudié l'effet de l'utilisation d'agrégats d'enrobé afin de déterminer des règles générales permettant la formulation des enrobés bitumineux recyclés.

##### 1) Caractéristiques du liant d'apport en fonction du pourcentage de recyclage

Les recherches effectuées par le NCAT (Kandhal et Foo 1997) ont pour but de déterminer les caractéristiques et la quantité du liant d'apport nécessaires lors de la fabrication d'un enrobé recyclé. Elles conduisent à l'édiction de règles conseillant sur les caractéristiques du liant d'apport en fonction du taux de recyclage et des performances à basse température du liant d'agrégats d'enrobé. Les règles présentées ci-dessous sont valables pour un liant d'agrégats d'enrobé de type PG xx-16.

- Pour un enrobé recyclé contenant une part d'agrégats d'enrobé inférieure à 15 %, aucune modification du liant ne doit être réalisé.
- Pour un enrobé recyclé dont la part d'agrégats d'enrobé est comprise entre 15 % et 25 % de recyclage, le liant peut être choisi d'un grade inférieur.
- Pour un enrobé recyclé dont la part d'agrégats d'enrobé est supérieure à 25 %, il est conseillé de suivre des règles de sélection des caractéristiques des liants, règles basées sur les viscosités en référence à des caractéristiques rhéologiques en cisaillement dynamique à basse température du liant de l'enrobé recyclé. Cette méthode résulte des essais réalisés au début des années 1990 (Sherwood et al. 1999) établissant une relation entre performances rhéologiques du liant et durabilité des enrobés bitumineux. De même que la méthode de formulation française cette méthode suppose une remobilisation totale du liant des agrégats d'enrobé.

Pour des enrobés recyclés contenant un liant d'agrégat d'enrobé de nature autre que PG xx-16, les taux de recyclage définissant les conditions d'application des règles sont précisés dans le Tab. I-3.

Les méthodes et les essais utilisés dans le programme Superpave sont entièrement décrits dans le rapport NCHRP 452 (Samuels 2001).

Recommandations sur le choix du liant d'apport	Pourcentage d'agrégats d'enrobé		
	Grade de performance du liant des agrégats d'enrobé		
	PG xx-22	PG xx-16	PG xx-10
Pas de changement de grade	< 20 %	< 15 %	< 10 %
Sélection d'un liant de grade inférieur	20-30 %	15 -25 %	10 - 15 %
Utilisation des règles de mélange NCAT	> 30 %	> 25 %	> 15 %

*Tab. I-3 : guide de sélection du liant d'apport lors de la fabrication d'enrobé recyclés (NCAT 1997)*

## 2) Indétermination du degré de remobilisation

L'indétermination du degré de remobilisation du liant des agrégats d'enrobé a conduit le National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) à réaliser une étude visant à définir la méthode de prise en compte des agrégats d'enrobé dans le cadre de la méthode de formulation SUPERPAVE (Samuels 2001). Une partie de cette recherche a été réalisée dans le but d'évaluer le degré de remobilisation du liant des agrégats d'enrobé entre 10 % et 40 % de recyclage. Les caractéristiques mécaniques considérées sont l'orniérage, la fatigue et le retrait thermique. Les échantillons ont été fabriqués en simulant trois degrés de remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé. Chaque degré de remobilisation est représenté par trois méthodes distinctes de fabrication de l'enrobé recyclé.

- La première méthode simule une remobilisation nulle du liant des agrégats d'enrobé appelée « Black Rock ». Dans cette méthode, des échantillons d'enrobé recyclés sont préparés en mélangeant les granulats d'apport (GA), les granulats d'agrégats d'enrobé (GAE) et le liant d'apport (LA). La suppression du liant qui serait apporté par les agrégats d'enrobé permet de simuler alors une non remobilisation totale du liant d'agrégats d'enrobé (LAE).
- La seconde méthode simule une remobilisation totale du liant des agrégats d'enrobé appelée « Total Blending ». Dans cette méthode, les granulats d'apports (GA) et les granulats d'agrégats d'enrobé (GAE) sont mélangés avec un liant constitué dans des proportions adéquates de liant d'apport (LAE) et de liant d'agrégats d'enrobé (LAE). Le liant d'agrégats d'enrobé ayant été préalablement extrait des agrégats d'enrobé dont les granulats d'agrégats d'enrobé alors utilisés proviennent.
- La troisième méthode simule le cas intermédiaire de remobilisation indéterminée appelée « Actual practice ». Dans cette méthode, les granulats d'apport (GA) et le liant d'apport (LA) sont mélangés aux agrégats d'enrobé (AE) sans séparer le liant et les granulats de ces derniers.

L'étude présentée permet de comparer le cas de remobilisation indéterminée avec les cas de remobilisation nulle et totale. Les conclusions de l'étude indiquent que pour un taux de recyclage de 10 %, les trois méthodes présentent des résultats comparables. Alors que pour un taux de 40 % de recyclage, le cas de remobilisation intermédiaire est plus proche de l'hypothèse de remobilisation totale que de celle de

remobilisation nulle. L'étude du NCHRP indique donc que le liant des agrégats d'enrobé est remobilisé de manière importante durant la fabrication des enrobés recyclés. Les conclusions de l'étude précisent qu'il ne semble cependant pas raisonnable de supposer que, lors d'une fabrication industrielle, une remobilisation totale doit être considérée. L'indétermination du degré de remobilisation confirme la nécessité des règles de correction du liant d'apport et leur utilisation lors de l'incorporation d'une part importante de liant d'agrégats d'enrobé.

## IV.2 Performances mécaniques des enrobés recyclés

Les performances mécaniques des enrobés bitumineux sont essentielles pour supporter durablement les contraintes induites par le trafic. En France, ces performances sont définies normativement dans le cadre Européen de normalisation. Afin de satisfaire à ces critères, l'épreuve de formulation vise à obtenir un enrobé apte à la mise en œuvre (NF EN 12697-31 2007), gardant sa tenue sous l'effet de l'eau (NF EN 12697-12 2008), peu susceptible à l'orniérage (EN 12697-22 2007), suffisamment résistant (NF EN 12697-26 2004) et capable de résister durablement aux sollicitations mécaniques (EN 12697-24 2004).

### IV.2.a Niveau de performance mécanique d'un enrobé

Les mesures des propriétés mécaniques réalisées sur un enrobé permettent au regard des propriétés mécaniques mesurées de classer les enrobés au moyen de valeurs seuils. Ce classement permet d'attribuer une classe de performance à un type d'enrobé. La correspondance entre ces classes et les niveaux de performances est présentée dans le tableau Tab. I-4

Type d'enrobés	Classe	NF EN 12697-31			NF EN 12697-12	EN 126976-22	NF EN 12697-26	EN 2697-24
		Nombre de gyrations n	Pourcentage de vide (%)	Pourcentage de vide à 10 gyrations (%)	Sensibilité à l'eau	Orniérage à 30 000 cycles (%)	Module MPa	Fatigue $\epsilon_6$
BBSG 0/10	1	60	5 à 10	≥ 11	≥ 70%	≤ 10	5 500	≥ 100
	2					≤ 7,5	7 000	
	3					≤ 5		
BBME 0/10	1	60	5 à 10	≥ 11	≥ 80%	≤ 10	9 000	≥ 110
	2					≤ 7,5	12 000	≥ 100
	3					≤ 5		
EME 0/10	1	80	≤ 10	-	≥ 70%	≤ 7,5	14 000	≥ 100
	2		≤ 6				≥ 130	

Tab. I-4 : classe de performance mécanique des enrobés bitumineux (NF EN 13108-1 2007)

Dans une structure routière, les enrobés bitumineux recyclés sont soumis à des contraintes identiques à celles que subissent les enrobés neufs. Il est donc raisonnable d'en exiger les mêmes propriétés mécaniques.

### IV.2.b Performance des enrobés recyclés sans correction du liant d'apport

Une partie de l'étude du NCHRP (Samuels 2001) porte sur l'étude des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés sans effectuer de correction liant d'apport. Elle montre que l'augmentation du taux de recyclage de 0 % à 40 % conduit à de forte évolution des caractéristiques mécaniques, principalement notable

entre les taux de 20 % et 40 % de recyclage. Ainsi, si les caractéristiques du liant d'apport ne sont pas corrigées pour tenir compte des caractéristiques du liant d'agrégats d'enrobé, l'augmentation du taux de recyclage conduit à une rigidification de l'enrobé recyclé. Cette rigidification se traduit par une augmentation exponentielle du module de rigidité de l'enrobé, une augmentation de la rigidité à basse température et une diminution de la résistance à la fatigue mesurée par des essais de flexion sur poutre. Ce dernier résultat s'oppose aux conclusions de BAAJ (BAAJ 2002) qui indique que la résistance à la fatigue augmente avec la diminution de la pénétrabilité des bitumes.

Lors de l'étude des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés à fort taux sans effectuer de correction du liant d'apport (Samuels 2001), le rapport du NCHRP indiquent que l'augmentation de la rigidité peu conduire à une fragilisation aux basses températures et à une augmentation de la fissuration par le haut. Ils indiquent de plus que la correction du liant d'apport permet d'annuler ces effets.

#### ***IV.2.c Influence des conditions de fabrication sur les performances mécaniques d'un enrobé recyclé dont le liant d'apport est corrigé***

Lors de trois études d'enrobés recyclés effectuées entre 1994 et 2003, RENKEN (Renken 2004) étudie l'influence des conditions de fabrication sur les performances mécaniques des enrobés recyclés. Un grand soin, apporté à la préparation des échantillons d'enrobé recyclés étudiés, permet à RENKEN d'obtenir des échantillons d'enrobé dont la composition granulaire et les caractéristiques du liant de l'enrobé recyclé sont constantes et indépendantes du taux de recyclage de l'enrobé. Cette précaution expérimentale permet à RENKEN de décorréler les résultats mécaniques de la composition de l'enrobé pour n'étudier que les paramètres étudiés.

Les paramètres considérés dans l'étude de RENKEN sont :

- la viscosité du liant d'agrégats d'enrobé évaluée par l'utilisation de deux agrégats d'enrobé de température bille-anneau différente (56°C et 69°C),
- le taux de recyclage (0 %, 20 % et 40 %),
- la température d'introduction des agrégats d'enrobé (20°C et 120°C),
- la durée de malaxage des constituants (30 s, 90 s et 180 s),
- le teneur en eau des agrégats d'enrobé (0 % et 3 %).

Lors de ces études, RENKEN (Renken 2004) étudie l'aptitude au compactage (Marshall EN 12697-10), la résistance à la déformation (EN 12697-22 et EN 12697-25), la fragilité à basse température et résistance à la fatigue (Arand 2004). Les paramètres étudiés influent sur les caractéristiques mécaniques des enrobés étudiés.

##### 1) Résistance au compactage

RENKEN indique que le liant d'agrégats d'enrobé de haute TBA facilite le compactage et que lors d'une introduction à température ambiante des agrégats d'enrobé, une augmentation de la durée de malaxage facilite



le compactage. RENKEN précise que pour une introduction des agrégats d'enrobé à température ambiante, le taux de recyclage n'a pas d'influence sur la résistance au compactage. La teneur en eau des agrégats d'enrobé de 3 % facilite le compactage pour une courte durée de malaxage mais cet effet disparaît pour une durée de malaxage supérieure.

#### 2) Résistance à la déformation

RENKEN indique que le liant d'agrégats d'enrobé de haute TBA augmente la résistance à la déformation de manière importante et ceci indépendamment de la température d'introduction. RENKEN précise qu'il existe une interaction entre la durée de malaxage et le taux de recyclage.

#### 3) Fragilité à basse température

La fragilité à basse température est évaluée par une mesure du module de rigidité à  $-10^{\circ}\text{C}$ . L'utilisation d'un liant d'agrégats d'enrobé dont la TBA est haute augmente les performances à basse températures de l'enrobé recyclé. RENKEN attribue cela à l'utilisation d'un liant d'apport mou. La fragilité à basse température est fortement influencée par la durée de malaxage.

#### 4) Résistance à la fatigue

RENKEN montre que la résistance à la fatigue augmente avec la durée de malaxage. L'introduction des agrégats d'enrobé à température ambiante et l'utilisation d'agrégats d'enrobé dont la TBA est haute augmente aussi la résistance à la fatigue. RENKEN indique que l'augmentation du taux de recyclage conduit à une réduction de la résistance à la fatigue du fait de la réduction de la quantité de liant d'apport.

#### ***IV.2.d Pourcentage de vide et correction des valeurs de module de rigidité et de résistance à la fatigue***

Les travaux de RENKEN (Renken 2004) montrent que la durée de malaxage influe au premier ordre sur la résistance au compactage. Cette influence indique que le pourcentage de vide des éprouvettes est donc dépendant de la durée de malaxage. Ce fait préfigure une difficulté pour obtenir des échantillons d'enrobé dont la compacité identique permet de comparer les performances mécaniques mesurées. Cependant, RENKEN n'indique pas si les résultats qu'il compare tiennent ou non compte de cette variabilité de la compacité.

Deux études peuvent être utilisées pour déterminer des coefficients d'ajustement corrigeant les mesures en tenant compte de la compacité des éprouvettes utilisées lors des mesures des propriétés mécaniques.

En 1991, MOUTIER réalise une étude statistique du comportement des enrobés bitumineux. Il étudie le module en traction directe et la résistance en fatigue par flexion deux points (Moutier 1991). Cette étude considère l'influence sur les caractéristiques mécaniques de plusieurs facteurs parmi lesquels la compacité des éprouvettes. Cette étude propose une relation entre la résistance en fatigue et la compacité des éprouvettes. Indépendamment des autres variables considérées, cette relation indique qu'une augmentation de la compacité de 1% conduit à réduire de 5,5 microdéformations la déformation à 1 000 000 de cycles. Cette étude propose de plus, une relation entre le module en traction directe et la compacité des éprouvettes. Dans le cadre de l'étude d'un enrobé dont la teneur en liant est de 5,6%, cette corrélation permet de déterminer qu'une augmentation de la compacité de 1% conduit à une augmentation du module de rigidité 718 MPa pour un

module initial de 10 000 MPa, et de 1005 MPa pour un module initial de 14 000 MPa. Les mesures sont réalisées à 15°C.

En 2010, PY et COIN étudient l'influence du taux de recyclage, de la teneur en liant et de la compacité sur les performances mécaniques des enrobés à module élevé. Les données présentées dans cette étude permettent de déterminer un facteur de correction du module de rigidité. Une augmentation de la compacité de 1 % conduit à une augmentation du module de rigidité de 900 MPa. La valeur de ce paramètre d'ajustement est en accord avec les valeurs présentées par MOUTIER. Les mesures sont réalisées à 15°C.

### **IV.3 Conclusion**

En conclusion de leurs travaux respectifs, EL BEZE (El Beze 2008) et NGUYEN (Nguyen 2009) concluent sur l'importance de considérer l'influence des conditions de fabrication et du phénomène de remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé vis-à-vis des performances mécaniques des enrobés recyclés. Durant la fabrication des enrobés en laboratoire, les variables régissant le mélange des constituants sont la température de fabrication (Nguyen 2009) et la durée du malaxage (Renken 2004).

Afin de réaliser la mise en relation des performances mécaniques des enrobés recyclés avec les essais dont les cahiers des charges ont été précédemment présentés, la température de fabrication et la durée de malaxage seront utilisées pour influencer le degré de mélange des constituants des enrobés recyclés. Les caractéristiques des enrobés ainsi fabriqués seront ensuite mesurées.

Dans un même temps, des enrobés dont le taux de recyclage diffère seront étudiés pour quantifier l'influence du taux de recyclage sur leur performances mécaniques. Afin de réaliser cette étude et de pouvoir comparer les résultats, certaines variables de compositions doivent être identiques. Ainsi, il est nécessaire d'étudier des enrobés recyclés de composition identiques en termes de granulométrie, de caractéristiques du liant d'enrobé recyclé, de teneur en liant et de compacité.

Afin de quantifier la remobilisation à travers les performances mécaniques des enrobés recyclés, les mesures qui seront effectuées sont la mesure du module de rigidité et la mesure de la résistance à la fatigue. La mesure de la résistance à l'orniérage complètera ces mesures.

La mesure de l'influence du taux de recyclage sera couplée avec la mesure de l'influence des paramètres de fabrication température et durée de malaxage en adoptant une méthode expérimentale appelée méthode des plans d'expériences.



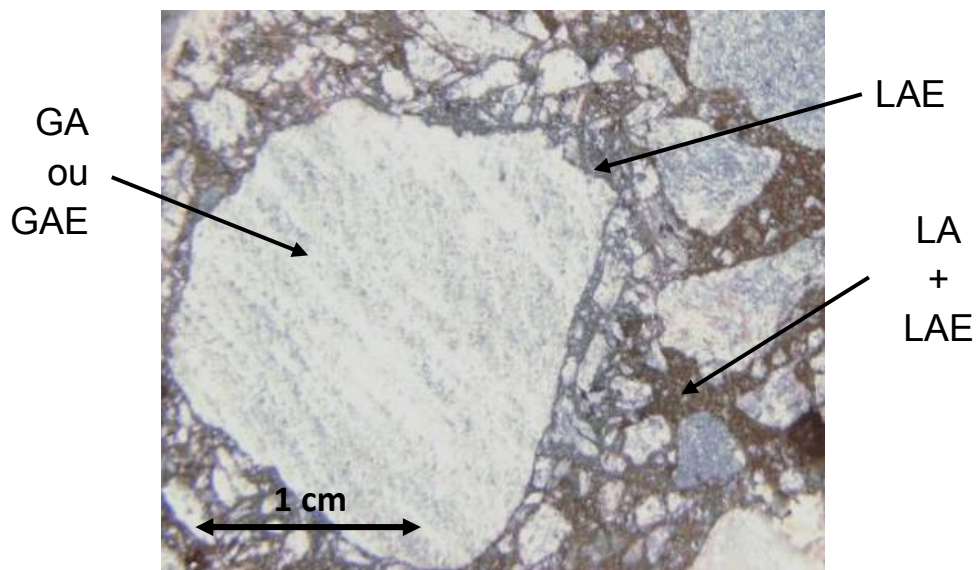
## **CHAPITRE II**

# **DÉVELOPPEMENT D'UNE TECHNIQUE D'OBSERVATION ET CALCUL DU DEGRÉ DE MÉLANGE PAR ANALYSE D'IMAGES**



## **I Adaptation et reproduction des essais de NGUYEN**

Les essais réalisés par NGUYEN (Nguyen 2009) mettant en œuvre des agrégats d'enrobé artificiels de grande dimension ont été reproduit en utilisant des agrégats d'enrobé préparés sur une plateforme de recyclage. L'utilisation d'un microscope optique a permis d'observer des amas noirs autour des granulats (Fig. II-1). Ces essais sont réalisés avec un taux de recyclage de 50% et à une température de 160°C. Durant le malaxage, le liant d'apport initialement rouge se fonce en se mélangeant en partie avec le liant noir des agrégats d'enrobé. Ce mélange progressif rend difficile la visualisation des amas et leur évolution durant le mélange.



*Fig. II-1 : amas d'agrégats d'enrobé de dimension centimétriques à la surface des granulats, mis en évidence par ajout de liant pigmenté par des oxydes de fer*

La difficulté de distinguer le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé a conduit dans le cadre de cette étude à une modification portant sur la nature du liant d'apport. La sélection d'un liant d'apport utilisé en technique routière, fluorescent sous des rayons ultra violet et possédant les mêmes caractéristiques qu'un liant bitumineux a permis de mettre en œuvre à une technique permettant de visualiser, caractériser et quantifier l'évolution du mélange des constituants d'un enrobé recyclé durant la fabrication en laboratoire.

L'exploitation des observations réalisées permettent de quantifier l'influence de la température de fabrication et de la durée de malaxage sur le degré de mélange de l'enrobé recyclé fabriqué.

## **II Méthode expérimentale d'observation des enrobés recyclés**

### **II.1 Observation des enrobés recyclés par microscopie ultra violet**

L'échelle d'observation sélectionnée intervient à une dimension intermédiaire aux travaux de NGUYEN (Nguyen 2009) et EL BEZE (El Beze 2008). Cette échelle permet d'obtenir des images d'une largeur de 4,6 mm. Elle est bon compromis entre la qualité des observations réalisées et une utilisation souple permettant

d'aller d'une échelle millimétrique à une échelle micrométrique. La méthode d'observation mise en place nécessite un microscope équipé de deux types d'éclairages dont il est possible d'alterner l'utilisation : l'un en lumière blanche et l'autre en lumière ultra violette.

La technique de microscopie UV est largement utilisée dans le domaine des matériaux granulaires pour préciser leur nature pétrographique et minéralogique (Warren et al. 1999). Elle a aussi été appliquée aux enrobés pour visualiser les vides et fractures (Wegan et Eriksen 1993) ainsi que l'état des liants modifiés aux polymères au sein de ce matériau (Wegan et Brûlé 1999) (Wegan et Nielsen 2001) (Nielsen 2007). À l'exception des essais de visualisation de vides et de fractures, l'épaisseur des échantillons observés est de 20  $\mu\text{m}$ . Cette épaisseur est obtenue par un polissage réalisé à la température de 2°C afin de permettre les observations par transmission de la lumière dans l'épaisseur de l'échantillon. Concernant les essais de visualisation de vides et de fractures, la mise en forme des échantillons se résume à une découpe de l'échantillon et à polissage destiné à améliorer l'état de surface et faciliter l'observation.

## II.2 Adaptation du liant d'apport

Dans le but de distinguer le liant d'apport et le liant d'agrégat d'enrobé, les propriétés de fluorescence des polymères ont été exploitées. Le liant d'apport sélectionné pour cela est un liant clair utilisé en technique routière (Mexphalt C / SHELL).

Les caractéristiques du liant d'apport choisi sont présentées dans le tableau Tab. II-1. Elles correspondent aux caractéristiques d'un liant de grade 50/70.

Température bille anneau	47°C
Pénétrabilité	53 <sup>1/10</sup> mm
Viscosité à 120°C	554 mPa.s
Viscosité à 130°C	333 mPa.s
Viscosité à 140°C	205 mPa.s
Viscosité à 160°C	92 mPa.s

Tab. II-1 : caractéristiques d'un liant synthétique Mexphalt C de grade 57/70

Il faut cependant noter que la phase permettant la dispersion des polymères du Mexphalt C peut éventuellement agir comme solvant du liant d'agrégats d'enrobé et accélérer le mélange des constituants. Cette remarque est confirmée par une fiche de sécurité qui indique la présence de composants dérivés d'huile brute de pétrole dans la composition de ce liant (SHELL 2010).

Ce liant possède en lumière blanche non polarisée (LB) une teinte claire et fluoresce sous une lumière ultra violette (LUV). Le liant d'agrégats d'enrobé n'étant pas fluorescent sous lumière UV, la microscopie sous éclairage UV permet de différencier le liant d'apport du liant d'agrégats d'enrobé. De plus, le liant d'apport étant clair, il se colore rapidement en noir lors de son mélange avec le liant d'agrégats d'enrobé. Le liant de l'enrobé

recyclé apparaît alors en noir sous un éclairage de lumière blanche. Afin de ne pas perturber les observations en révélant la nature minéralogique des constituants minéraux, les lumières ne sont pas polarisées.

## II.3 Préparation des échantillons d'enrobé recyclé

### II.3.a Composition des échantillons

La composition des échantillons est présentée en Annexe XXVI. Le taux de recyclage de l'enrobé fabriqué est de 70 % et la teneur en liant d'apport a été augmentée par rapport à la formule présentée dans cette annexe. Cette augmentation a été réalisée pour réduire en partie les vides des échantillons d'enrobé. La teneur interne en liant d'apport est égale à 1,8 % de la masse de l'enrobé recyclé, portant la teneur en liant de l'enrobé recyclé à 5,9 % (au lieu de 5,7 % en Annexe XXVI.).

### II.3.b Mode opératoire de fabrication des échantillons

Le mode opératoire suivi pour la fabrication des enrobés recyclés est le suivant :

- les granulats d'apport (GA) sont mis à l'étuve, 12 heures avant le malaxage, à une température  $T_{GA}$  (Éq. I-4) permettant par mélange avec les agrégats d'enrobé (AE) d'obtenir la température  $T_m$  appelée température de malaxage (i.e. de fabrication),
- le malaxeur de laboratoire (NF EN 12697-35 2007) est mis en chauffe à la température  $T_m$ , 4 heures avant le malaxage,
- les agrégats d'enrobé (AE) sont mis à l'étuve à une température  $T_{AE}$  de 110°C, 2 heures 30 mn avant le malaxage. De même qu'en centrale de fabrication, la chauffe des agrégats d'enrobé permet de limiter la chauffe des granulats d'apport à une température  $T_{GA}$  raisonnable,
- le liant d'apport (LA) est préchauffé à l'étuve, 3 heures avant le malaxage, à une température  $T_{LA}$  fixée à 110°C afin de ne pas altérer les propriétés du LA utilisé,
- la quantité de liant d'apport (LA) nécessaire à la fabrication est chauffée à la température  $T_{LA}$  correspondant au type de LA juste avant d'être introduit dans le malaxeur,
- les agrégats d'enrobé et les granulats d'apport sont introduits dans le malaxeur et mélangés durant 30 secondes,
- le liant d'apport est introduit dans le malaxeur et le décompte de la durée  $t_m$  de malaxage débute,
- l'enrobé recyclé est considéré fabriqué au terme de la durée  $t_m$ .

Le malaxeur utilisé dans le cadre de cette étude est le modèle *GZM-12+* de marque *FREUNDL*. Sa vitesse de rotation est réglée à la valeur maximale de 60 tours par minute.

Dans le but de déterminer l'influence de la température sur la remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé, des fabrications ont été réalisées à trois températures : 110°C, 130°C et 160°C. Le taux de recyclage utilisé et les trois températures de fabrication (110°C, 130°C et 160°C) conduisent à trois températures de chauffe des granulats d'apport : 105°C, 200°C et 296°C (cf. Éq. I-4)



### **II.3.c Échantillonnage des prélèvements durant le malaxage**

Dans le but de déterminer l'influence de la durée de malaxage  $t_m$ , des échantillons sont prélevés entre une durée minimale permettant un enrobage minimal des granulats (20 s) et une durée longue pour laquelle le degré de mélange des constituants est supposé être maximal (10 min). Cinq prélèvements sont logarithmiquement répartis entre ces deux durées délimitant le malaxage. Les moments auxquels les prélèvements doivent être effectués sont présentés dans le tableau Tab. II-2.

Numéro de prélèvement	Moments du malaxage auxquels sont effectués les prélèvements
N° 1	20 s
N° 2	33 s
N° 3	54 s
N° 4	1 min 29 s
N° 5	2 min 26 s
N° 6	4 min
N° 7	10 min

*Tab. II-2 : échantillonnage temporel pour caractériser l'évolution des enrobés recyclés durant le malaxage*

### **II.3.d Mise en forme des échantillons d'enrobé recyclés**

#### 1) Compactage

Après le prélèvement d'une masse de 1 kg, les échantillons d'enrobé recyclé sont compactés par une presse dans un moule cylindrique d'un diamètre de 80 mm et sous une charge augmentant à la vitesse de 1,2 kN.s<sup>-1</sup> jusqu'à 60 kN. La charge est ensuite maintenue durant 60 secondes. Cette procédure est adaptée de la norme NF P 98-251-1 (NF P 98-251-1 2002). À la suite du compactage, les échantillons sont immergés dans l'eau (~12°C) durant 30 minutes pour les refroidir et limiter le mélange des liants qui s'opère par diffusion.

#### 2) Découpe des échantillons

Les échantillons sont ensuite retirés des moules et deux disques circulaires de 80 mm de diamètres sont découpés de part et d'autre du milieu de la génératrice du cylindre au moyen d'une scie circulaire et d'un disque diamanté. L'opération est réalisée sous écoulement d'eau.

#### 3) Polissage

Une face de chaque disque est polie. L'étape de polissage est réalisée en utilisant successivement trois draps de polissage, du plus gros au plus fin (P600 à P1200). Le polissage est réalisé sous un écoulement d'eau en circuit fermé et refroidi par un groupe frigorifique à la température de 5°C. Le refroidissement est utilisée pour réduire le fluage éventuel de l'enrobé et permettre la lubrification durant le polissage.

## II.4 Conditions de réalisation des observations

### II.4.a Microscope utilisé

L'observation microscopique des disques polis d'enrobé recyclé est réalisé au moyen d'un microscope *BX60 / OLYMPUS* et d'une caméra *DP50 / OLYMPUS*. L'objectif utilisé permet un grossissement de 4. L'objectif et la caméra utilisés permettent de réaliser des photographies de 2776 x 2076 pixels<sup>2</sup> d'une zone représentant 4,6 x 3,5 mm<sup>2</sup>. Les photographies peuvent être réalisées sous un éclairage UV incident dont le spectre est compris entre 350 et 700 nm. Les observations en lumière blanche sont réalisées au moyen d'un module additionnel (*KL1500LCD / SCHOTT*) d'éclairage par fibres optiques.

### II.4.b Condition d'éclairage

Afin de pouvoir comparer les photographies réalisées, les conditions d'éclairage des échantillons et de prise de vue doivent être maîtrisées.

Les conditions d'éclairage sont :

- une absence totale de lumière dans la salle de déroulement de l'essai pour supprimer les éclairages parasites,
- une lumière blanche réglée à la température de 3000 K et une intensité de niveau B, position du bouton de réglage du module additionnel *KL1500LCD*, permettant de minimiser la brillance du liant bitumineux noir,
- une utilisation de la lumière UV après une durée de chauffe de 10 minutes afin que le flux lumineux soit stable.

Les conditions de prise de vue sont :

- une sensibilité de la caméra réglée à 100 ISO et un temps d'exposition de 1/80<sup>ème</sup> de seconde pour les photographies sous lumière blanche,
- une sensibilité de la caméra réglée à 100 ISO et un temps d'exposition de 1/5<sup>ème</sup> de seconde pour les photographies sous lumière UV.

## II.5 Présentation des observations réalisées

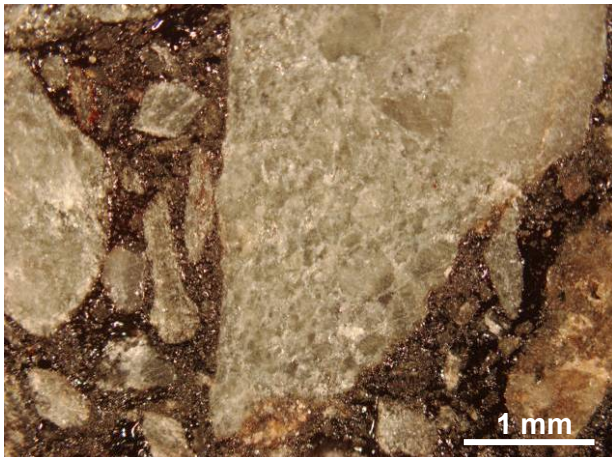
Les moyens utilisés et la définition de conditions standardisées d'éclairage permettent d'obtenir un couple de photographies d'une même zone ; l'une réalisée en lumière blanche et l'autre en lumière UV. Pour illustrer les observations, un couple de photographies d'un échantillon fabriqué à 130°C et malaxé durant 54 s est présenté sur la figure Fig. II-2.

Sur la photographie prise en lumière blanche, on constate que, classiquement, les granulats sont en blanc et le liant de l'enrobé recyclé est en noir. Il est important de noter ici que la forte disparité de taille entre les grains conduit les plus fins à se mélanger au liant et à être invisible en lumière blanche. Ainsi, la zone noire sur

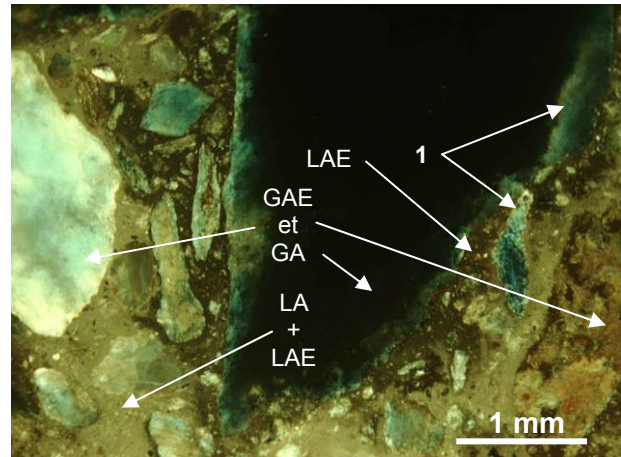
la photographie en lumière blanche est composée d'un mélange entre le liant d'apport, le liant d'agrégats d'enrobé et des granulats de petites dimensions que l'on peut estimer ici de l'ordre du dixième de millimètre.

Sur la photographie prise sous éclairage UV, on remarque que la surface noire sur la photographie en lumière blanche est composée de deux zones de couleurs : l'une « jaune » qui fluoresce sous UV, constituée de granulats fins et de liant d'apport, et l'autre « marron » qui ne fluorescent pas et constituée de fines particules d'agrégats d'enrobé.

La diversité de l'origine minéralogique des granulats se matérialise par une différence de couleurs sous l'éclairage UV. Concernant certains granulats (voir 1 sur la figure Fig. II-2), une fluorescence est visible à leur périphérie. Ceci peut éventuellement être causé par la pénétration de liant d'apport à la surface des granulats d'apport.



Photographie réalisée en lumière blanche permettant de distinguer le liant et les granulats



Photographie réalisée en lumière UV permettant de distinguer le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé

*Fig. II-2 : couple de photographies réalisé sur un échantillon d'enrobé recyclé fabriqué à 130°C et malaxé durant 54 s.*

### **III Définition d'un protocole d'analyse d'images**

La méthode d'analyse d'images développée ici a pour but de quantifier le degré de mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé de manière automatique et sans intervention de l'opérateur. Elle a pour principe d'exploiter communément les deux images pour que chacune contribue à identifier le liant d'agrégat de la photographie UV. Cette étape est réalisée au moyen d'un logiciel de traitement d'image nommé *ANALYSIS*.

#### **III.1 Protocole d'analyse d'images**

Le protocole d'analyse d'images consiste à créer des masques successifs ayant pour finalité de regrouper les granulats des photographies LUV et LB. L'application de ce masque sur la photographie UV permet

d'identifier le liant d'agrégats d'enrobé. La méthode ici présentée a été créée pour couvrir le cas général des images ayant servi au développement. Elle a pour but d'être applicable à un grand nombre de photographies, sans erreur majeure et sans ajustement de l'opérateur. Le cas ici présenté est un cas moyen servant de support à l'illustration.

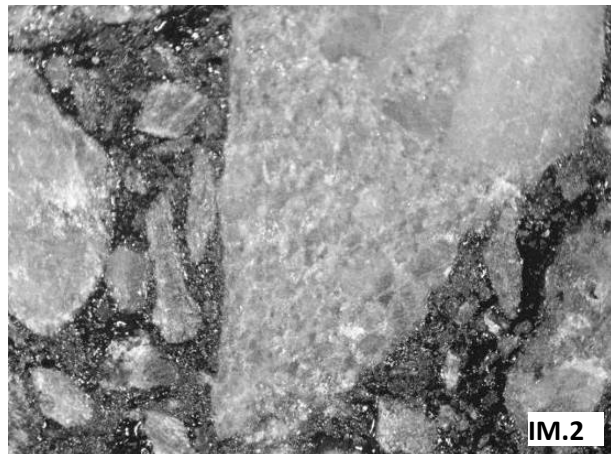
### **III.1.a Création du masque principal d'identification du liant de l'enrobé recyclé**

La première étape du protocole consiste à différencier les zones de l'image qui corresponde à du liant et les zones de l'image qui correspondent à des granulats. Cette identification est réalisée en exploitant la différence de contraste de ces deux matériaux : l'un sombre, le liant, et l'autre clair, les granulats.

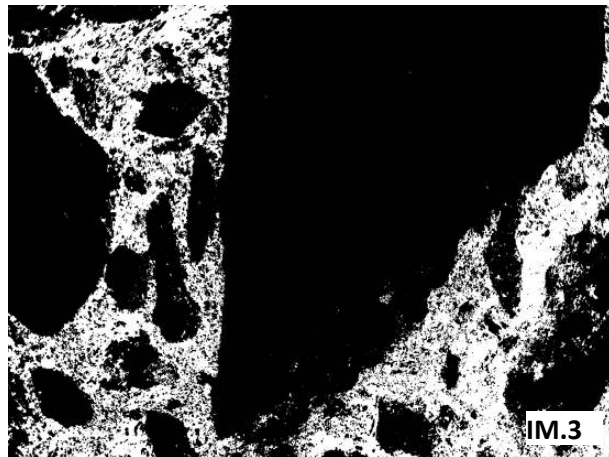
Étape 1 : Le protocole débute par le traitement de la photographie IM.1, prise en lumière blanche. L'objectif est d'isoler le liant en masquant les granulats en exploitation leur différence de contraste. Afin d'augmenter le contraste de l'image et faciliter ainsi l'identification des granulats, la couleur rouge (sur un constat expérimental) est supprimée.



Étape 2 : L'étape 1 conduit à l'obtention d'une image IM.2 dont l'intensité lumineuse est répartie en 256 niveaux. La couleur de cette image est alors répartie en 256 niveaux de gris (ng). Une telle image est appelée image en niveau de gris. Afin d'isoler le liant, les pixels dont l'intensité est inférieure à 160 (pixels les plus sombres) sont supprimés. Les pixels restants sont transformés en noir (ng=0). Une image en noir et blanc (binaire) est alors obtenue.



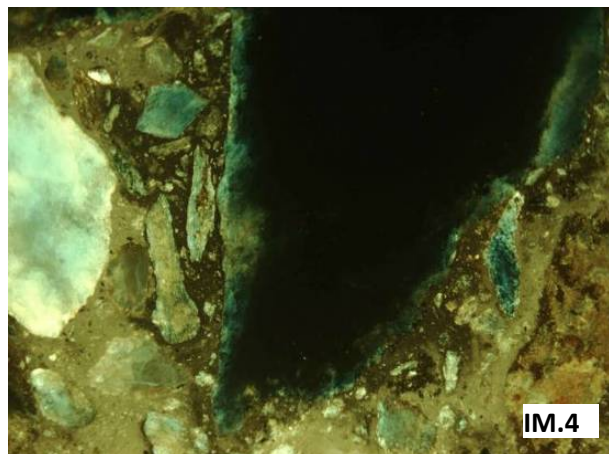
Étape 3 : L'étape 2 conduit à l'obtention d'une image binaire IM.3 qui représente les granulats. Sur cette image, les zones brillantes sur l'image IM.1 (reflets d'éclairage sur le liant noir) ont du fait du traitement effectué été assimilées à des granulats. Cependant, cette part de liant assimilé à des granulats peut être considérée négligeable au regard de la surface de liant (blanc) considérée.



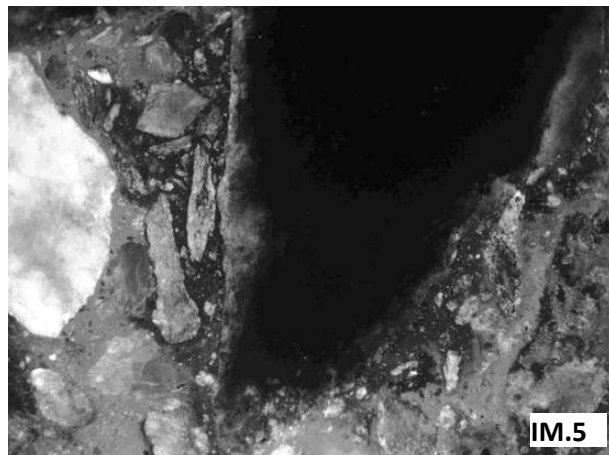
### III.1.b Création du masque granulaire complémentaire

Dans certains cas, les granulats ne peuvent pas être distingués du liant lors de l'exploitation de l'image prise sous lumière blanche. Pour palier à cela, un masque granulaire est réalisé à partir de la photographie UV du couple de photographie. (Annexe XVI).

Étape 4 : La création du masque complémentaire débute par le traitement de l'image IM.4. De même que pour l'étape 1, le contraste de l'image est augmenté par la suppression d'une couleur dont elle est composée. Sur un constat expérimental, la couleur verte est supprimée de la photographie UV IM.4.



Étape 5 : L'étape 4 conduit à l'obtention d'une image IM.5 dont l'intensité lumineuse est répartie en 256 niveaux de gris. Afin d'isoler les granulats, les pixels dont l'intensité est inférieure à 100 (les plus sombres) sont supprimés. Les pixels restants sont transformés en noir (ng = 0). Une image en noir et blanc (binaire) est alors obtenue.



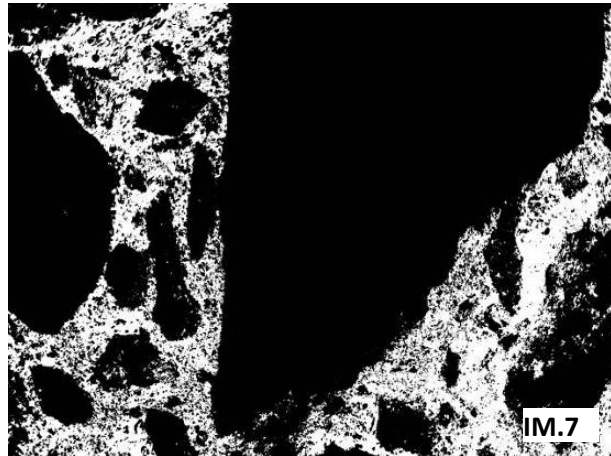


Étape 6 : L'étape 5 conduit à l'obtention d'une image binaire IM.6 qui représente les pixels les plus clairs de l'image IM.5. Dans l'exemple présent, les points noirs cerclés de rouge sont absents de l'image IM.3. IM.6 complète donc IM.3. La limite du gros granulat fluorescent est définie de manière plus précise que sur l'image IM.3.



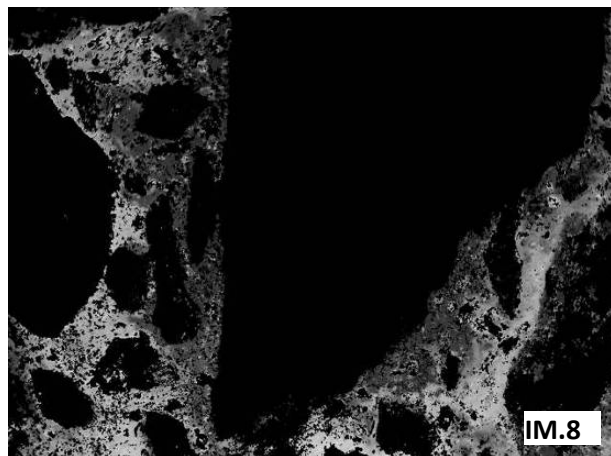
### III.1.c Addition du masque principal et du masque complémentaire

Étape 7 : L'étape 7 consiste à réunir les images IM.3 et IM.6 afin qu'elles se complètent pour donner l'image IM.7 qui représente le masque granulaire complet. La réunion de IM.3 et IM.6 est opérée par une addition binaire de ces deux images. L'addition binaire est définie par les règles suivantes. L'addition de pixels homologues blancs donne un pixel blanc et si l'un des deux pixels est noir, le pixel résultant sera noir. Les pixels blancs sur IM.7 sont assimilés à la zone noire sur IM.1 : donc au liant de l'enrobé recyclé



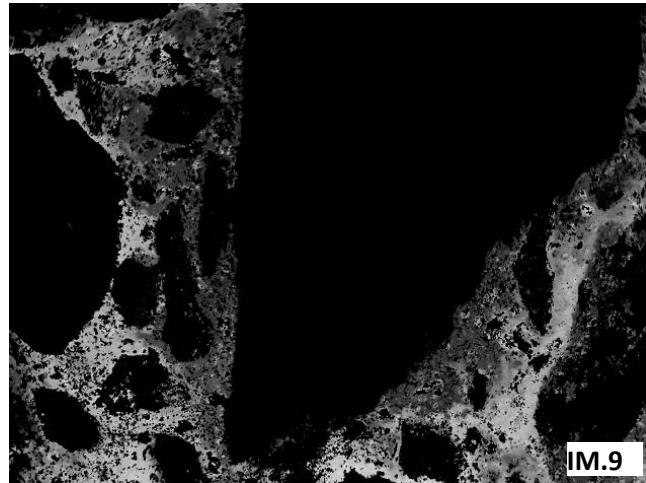
### III.1.d Application du masque granulaire

Étape 8 : L'étape 8 consiste à multiplier l'image IM.7 par l'image IM.4 pour obtenir IM.8. Cette multiplication permet à la zone blanche de IM.7 d'apparaître en dégradé de gris et à la zone noire sur IM.4 de devenir absolument foncée comparativement au reste de l'image. Ainsi, la limite entre amas d'AE et granulats n'est plus binaire, mais continue. Elle oblige donc à déterminer un seuil d'intensité pour séparer les granulats et le liant. Cette valeur seuil est expérimentalement fixée à un niveau de gris de 40.

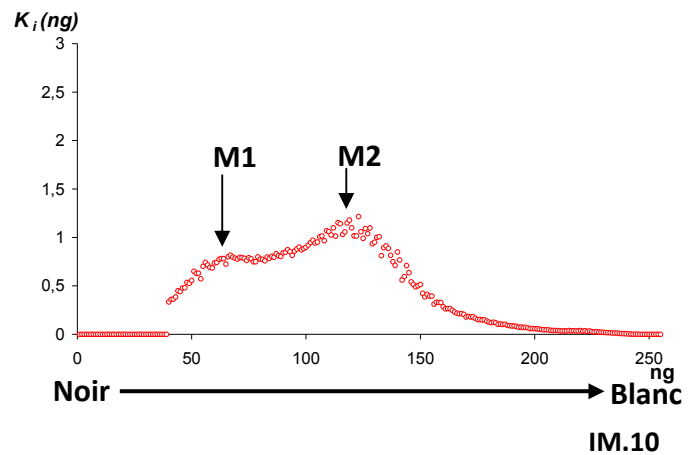


### III.1.e Détermination de la répartition de la couleur de la zone non noire

Étape 9 : L'étape 8 permet d'obtenir une image dont l'intensité lumineuse est répartie de 0 (noir) à 255 (blanc). L'utilisation d'une intensité seuil permet d'obtenir la répartition du nombre de pixels du liant (en blanc sur l'image IM.7) en fonction de leur intensité en niveau de gris.



Étape 10 : La répartition du nombre de pixels de liant correspondant au liant en fonction de leur intensité en niveau de gris est communément appelée un chromatogramme. Un chromatogramme est une fonction  $K_i(\text{ng})$  de répartition de l'intensité en fonction du niveau de gris d'une image  $i$ . Le chromatogramme correspondant à la répartition de l'intensité lumineuse de la zone liant de l'image IM.9 présente deux maxima relatifs identifiés M1 et M2.



Au sortir des 10 étapes du protocole d'analyse d'images, le chromatogramme présenté se caractérise par deux maxima relatifs. Le premier maximum relatif identifié M1 correspond à un niveau de gris égal à 60. Le second maximum relatif identifié M2 se situe à un niveau de gris supérieur à 100.

Par définition de l'échelle des niveaux de gris suivant laquelle le noir correspond à la valeur 0 et le blanc à la valeur 255, le premier maximum relatif identifié M1 correspond à une population de pixels qui se caractérise par une intensité moyenne plus faible, donc plus sombre, que l'intensité moyenne de la population identifiée par le second maximum relatif identifié M2.

En comparant les images IM.4, IM.9 et les populations de pixels identifiées par les maxima relatifs M1 et M2, on observe que les pixels identifiés par le maximum relatif numéro M1 correspondent aux amas d'agrégats d'enrobé visibles sur l'image IM.4. En conséquence, les pixels présents au maximum relatif M2 correspondent à une population dont l'intensité, le niveau de gris, résulte d'un mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé. Le chromatogramme caractérise donc le degré de mélange des constituants de l'enrobé recyclé.

## III.2 Exploitation des chromatogrammes

### III.2.a Addition de chromatogrammes

Le chromatogramme  $K_i(ng)$  présenté précédemment est réalisé à partir d'une seule photographie. Même si la zone observée est relativement grande (16 mm<sup>2</sup>), plus d'une photographie est nécessaire pour décrire de manière représentative le phénomène de mélange que l'on veut caractériser. Dans ce but, il est nécessaire de pouvoir additionner des chromatogrammes correspondants à plusieurs prises de vue pour prendre en compte plusieurs images et caractériser une surface supérieure.

Pour additionner des chromatogrammes, il est nécessaire de tenir compte de leur importance respective en utilisant un coefficient de pondération. Un chromatogramme, qui résulte d'une image présentant majoritairement des granulats doit nécessairement avoir une importance inférieure à celui résultant d'une image présentant majoritairement du liant. Le chromatogramme  $K_i(ng)$  obtenu à partir du couple  $i$  d'image LB/UV est donc pondéré par un coefficient relatif aux surfaces de liant des images.

Le coefficient de pondération choisi est le rapport entre la surface de liant  $SL_i$  correspondant au nombre de pixels blanc de l'image IM.7 et la surface totale de la photographie qui est constante (nombre total de pixels de l'image  $S_T = 2776 \times 2076$ ). Le rapport de surface choisi est assimilable à une teneur en liant surfacique interne à la section d'enrobé recyclé observée. Le chromatogramme pondéré  $K^i(ng)$  somme des  $i$  chromatogrammes pondérés correspondants aux  $i$  couples d'image LB/UV est obtenu selon l'équation Éq. II-1.

$$K^i(ng) = \sum_i K_i(ng) \cdot \frac{SL_i}{S_T}$$

Éq. II-1

Le chromatogramme moyen  $K^i(ng)$  est une liste de 256 valeurs de niveaux de gris auxquelles correspond un nombre de pixels. Ce nombre de pixel est la moyenne du nombre de pixels des  $i$  images considérées, nombre résultant d'une somme pondérée.

### III.2.b Identification des fonctions de répartition

La modélisation du chromatogramme  $K^i(ng)$  conclue la présentation du protocole d'analyse d'images. Elle implique d'émettre une hypothèse classique dans le domaine du traitement d'image (Bloch et al. 2005) selon laquelle le chromatogramme  $K^i(ng)$  est la somme de deux répartitions statistiques possédant chacune des valeurs centrales, égalent respectivement aux maxima relatifs M1 et M2, et des largeurs de répartition propres qui restent à déterminer. Des courbes Gaussiennes peuvent être utilisées pour modéliser ces répartitions.

Le logiciel *MATLAB* permet de manière simple (*Toolbox - Gaussian Curve Fit*) d'obtenir les caractéristiques des deux courbes de répartition à partir des données du chromatogramme moyen  $K^i(ng)$  en prenant soin d'exclure les niveaux de gris compris entre 0 et 40 (cf. étape 9). Les courbes ainsi obtenues à partir du chromatogramme moyen de  $i$  couples d'image LB/UV sont présentées dans la partie suivante lors d'une validation du protocole d'analyse d'images présenté ici (Fig. II-3).



En conclusion de ce protocole d'analyse d'images, il est important de noter qu'il est automatisé et permet le traitement d'un nombre important de couples de photos LB/UV et ceci sans aucune intervention de l'opérateur. De part l'automatisation, des erreurs peuvent être commises lors de la détection des zones d'agrégats d'enrobé. Le protocole présenté résulte de l'appréciation de deux personnes dont l'avis a conduit à juger satisfaisant la majorité des résultats obtenus. La pertinence des résultats n'ayant pas été proposée à un panel représentatif de personnes, celle-ci ne peut donc pas être quantifiée. Des images aléatoirement sélectionnées sont proposées en Annexe X pour juger du protocole, des résultats obtenus et du taux d'erreur.

## **IV Validation expérimentale du protocole d'analyse d'images**

### **IV.1 Caractérisation d'un enrobé recyclé fabriqué à 130°C au moyen de 6 couples d'images**

#### ***IV.1.a Présentation des résultats***

La validation du protocole d'analyse d'images a été réalisé expérimentalement par l'application de celui-ci à l'étude d'un enrobé recyclé fabriqué à 130°C. Les résultats obtenus pour les températures de 160°C et 110°C sont respectivement présentés en annexe XI et Annexe XII. Dans le cadre de cette validation, six couples de photographies LB/UV ont été étudiés pour chacun des prélèvements effectués durant le malaxage. Les chromatogrammes correspondants sont présentés sur les figures Fig. II-3-A à Fig. II-3-G.

Sur chacun des graphiques présentés, les données expérimentales sont représentées par des points rouges. Une régression utilisant les points expérimentaux compris entre  $n_g = 40$  et  $n_g = 255$  a permis de calculer la répartition gaussienne représentée en bleu. Celle-ci est décomposée en une courbe gaussienne noire et une courbe gaussienne grise. La courbe gaussienne noire représente les amas d'agrégats d'enrobé précédemment identifiés par le maximum relatif M1 du chromatogramme présenté sur la figure IM.10 (cf. protocole d'analyse d'images) et la courbe gaussienne grise représente le mélange existant entre le liant d'agrégats d'enrobé et le liant d'apport identifié par le maximum relatif M2 du même chromatogramme.

#### ***IV.1.b Discussion des résultats***

Il faut premièrement noter que la répartition des points expérimentaux est bien la somme de deux courbes (noire et grise) de répartition gaussienne. Il existe donc deux populations distinctes de pixels.

Durant les 33 premières secondes du malaxage, les courbes de régression Fig. II-3-A et Fig. II-3-B, présentent chacune deux maxima relatifs. Ceux-ci résultent de l'existence marquée de deux couleurs dont la distinction se matérialise par l'écart entre les maxima de la courbe bleu. Entre ces deux figures (20 s et 33 s), il n'y a pas de différence marquée montrant une évolution. De plus, l'écart entre les valeurs moyennes et la largeur de répartition n'évolue pas de manière significative. De même que précédemment, des amas d'agrégats d'enrobé correspondent aux niveaux de gris 40 et 70.

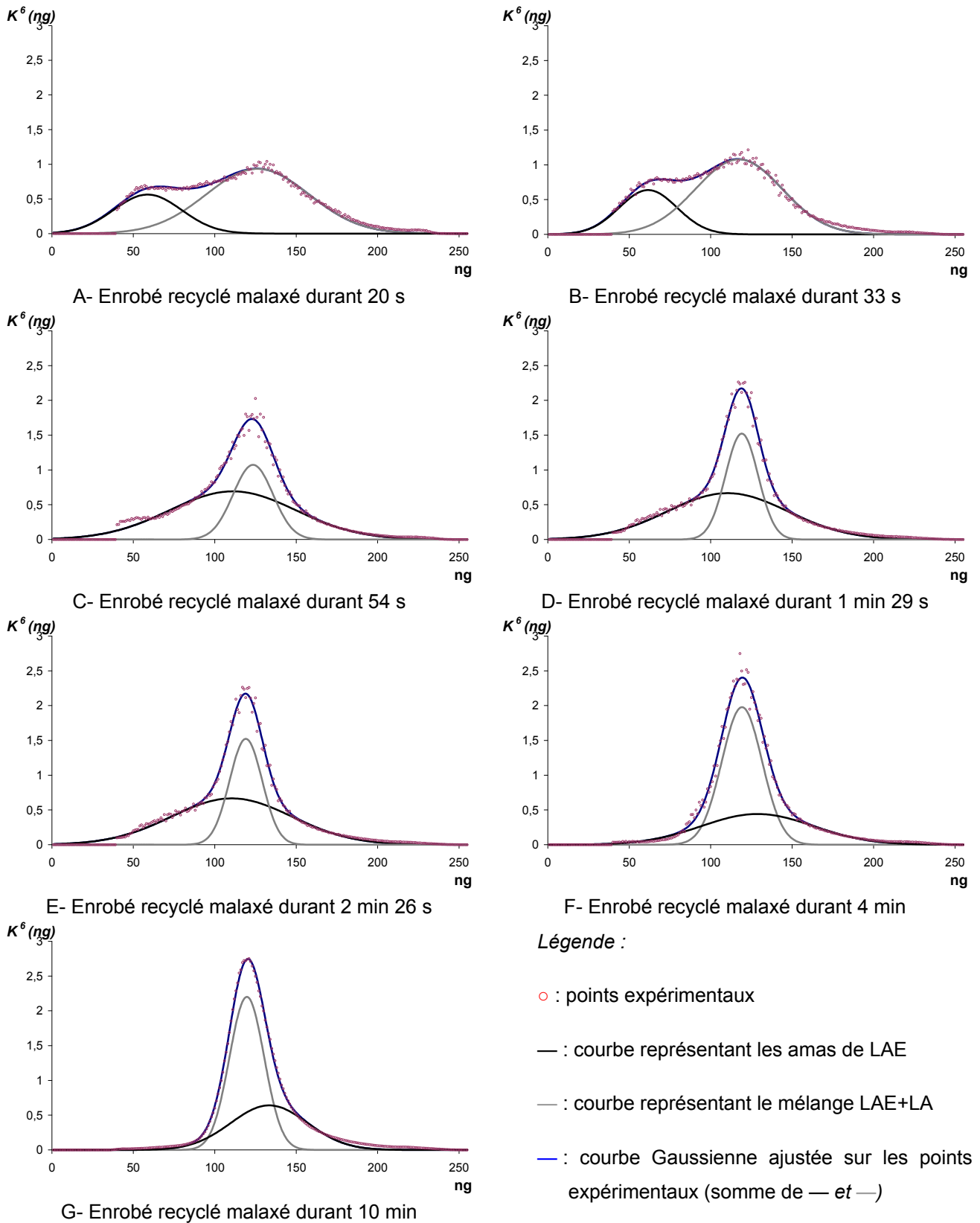


Fig. II-3 : essais de validation du protocole expérimental d'analyse d'images réalisés à partir de 6 couples de photographies pour un mélange réalisé à 130°C et un taux de recyclage égal à 70 % conditionnant une teneur en liant d'apport de 1,8 %

Entre 33 s et 54 s, les courbes changent d'aspect. Il n'existe alors qu'un seul maximum. Les amas d'agrégats d'enrobé et le liant d'apport qui était déjà partiellement mélangé aux agrégats d'enrobé se sont mélangés.

Entre 54 s et 10 min, les courbes se modifient progressivement et de manière sensible. La valeur maximale de la courbe bleue augmente progressivement avec la durée du malaxage indiquant ainsi que la couleur moyenne de la zone liant tend vers une même nuance de gris : le mélange de liant se parfait progressivement. De plus, si l'on considère la courbe bleue entre les niveaux de gris  $ng = 40$  et  $ng = 70$ , gamme de niveau de gris des amas d'agrégats d'enrobé, le nombre moyen de pixels présents sur cette gamme de niveau de gris se réduit progressivement. La quantité d'amas d'agrégats d'enrobé se réduit donc et participe à l'augmentation de la hauteur maximale du pic située à droite de la valeur  $ng=100$ .

Les Annexe XI et Annexe XII permettent d'observer le même phénomène que celui présenté mais accéléré et ralenti par les températures respectives de  $110^{\circ}\text{C}$  et  $160^{\circ}\text{C}$ . On notera cependant une tendance nette au rapprochement des deux gaussiennes dans les premiers temps du malaxage pour la fabrication à  $110^{\circ}\text{C}$  et une forte présence d'amas au début de cette même fabrication.

La technique d'observation utilisée ainsi que la méthode d'exploitation des chromatogrammes obtenues permettent de visualiser l'évolution progressive du mélange des constituants des enrobés recyclés. Cependant, il est nécessaire de vérifier que le nombre d'images observées durant cette étape de validation permet une représentation fidèle du phénomène observé.

## **IV.2 Validation statistique de la représentativité des observations**

Afin de déterminer le nombre nécessaire de couples de photographie nécessaire pour caractériser le degré de mélange des constituants de l'enrobé recyclé, le chromatogramme constitué à partir d'un nombre de photographies croissant doit être comparé à un cas idéal servant de référence. Le nombre de photographie pour lequel l'écart au cas de référence est jugé faible sera le nombre de photographie permettant de caractériser fidèlement le degré de mélange.

### ***IV.2.a Identification du cas de référence***

L'étude de la représentativité suppose de connaître parfaitement le matériau pour déterminer l'erreur commise si le nombre d'images utilisées est insuffisant. Elle nécessite donc la définition d'une valeur servant de référence.

La seule information théorique parfaitement connue pouvant être utilisée pour estimer l'erreur commise est la teneur en liant de l'enrobé recyclé. Dans le cas présent, celle-ci est de 5,9% de la masse de l'enrobé. Cependant, la zone de liant en noir sur la figure IM.1 (cf. protocole d'analyse d'images) est un mélange de granulats et de liant. Ce mélange entre granulats et liant conduit à surestimer le liant de l'enrobé recyclé lors de l'observation microscopique. La teneur en liant ne peut donc être utilisée comme valeur de référence.

Ceci, conduit à émettre une hypothèse selon laquelle le matériau peut être parfaitement caractérisé par 20 photographies de la zone liant prises aléatoirement et qui représentent une surface totale d'observation de 3,22 cm<sup>2</sup> (2,3 cm x 1,4 cm).

La validation statistique est réalisée sur un enrobé recyclé fabriqué à 130°C et malaxé durant 1 min 29 s. Sur trois disques polis réalisés à partir de cet enrobé, vingt couples de photographies LB/UV de la zone liant sont réalisés, et le chromatogramme moyen  $K^{20}(ng)$  est calculé au moyen de l'équation Éq. II-1. Ce chromatogramme est supposé être le chromatogramme représentant parfaitement le degré de mélange du liant de l'enrobé recyclé. Il est pris comme cas de référence.

#### **IV.2.b Influence du nombre de photographies d'un lot sur l'écart entre le chromatogramme du lot et le chromatogramme du cas de référence**

##### 1) Chromatogramme des lots possibles

À partir des vingt couples de photographies LB/UV réalisés, vingt chromatogrammes sont obtenus. Afin de vérifier l'influence du nombre de photographies et de leur choix sur le chromatogramme moyen, toutes les combinaisons possibles de  $i$  photographies LB/UV parmi les vingt sont réalisées et étudiées. Pour toutes les combinaisons de  $i$  couples de photographies LB/UV,  $q$  lots sont réalisables et à chacun des  $q$  lots correspond un chromatogramme moyen  $K_q^i(ng)$  qui est le chromatogramme moyen pondéré du lot  $q$ . Par exemple, il y a 15504 lots réalisables en choisissant cinq couples de photographies LB/UV parmi les vingt disponibles. Le chromatogramme du 800<sup>ème</sup> lot des 15504 lots possibles s'écrira alors  $K_{800}^5(ng)$ .

##### 2) Comparaison du chromatogramme des lots possibles au chromatogramme de référence

Le chromatogramme  $K_q^i(ng)$  est ensuite comparé au chromatogramme de référence  $K_1^{20}(ng)$  (il n'y a qu'un lot possible : une façon de tirer vingt photos parmi vingt). La comparaison est réalisée en calculant leur coefficient de corrélation  $R_q^2$  de  $K_1^{20}(ng)$  et  $K_q^i(ng)$ . Ce coefficient de corrélation est attribué à  $K_q^i(ng)$  et s'écrit :

$$R_q^2 = \frac{\sum_{ng=0}^{255} (\alpha_{ng} - \mu_\alpha) \cdot (\beta_{ng} - \mu_\beta)}{\sqrt{\left( \sum_{ng=0}^{255} (\alpha_{ng} - \mu_\alpha)^2 \right)} \cdot \sqrt{\left( \sum_{ng=0}^{255} (\beta_{ng} - \mu_\beta)^2 \right)}}$$

Éq. II-2

$$\text{avec : } \alpha_{ng} = K_q^i(ng), \beta_{ng} = K_1^{20}(ng), \mu_\alpha = \frac{1}{255} \cdot \sum_{ng=0}^{255} K_q^i(ng) \text{ et } \mu_\beta = \frac{1}{255} \cdot \sum_{ng=0}^{255} K_1^{20}(ng)$$

**IV.2.c Influence du choix des photographies d'un lot sur l'écart entre le chromatogramme du lot et le chromatogramme du cas de référence**

Afin de déterminer l'influence du choix des couples de photographies LB/UV lors de la constitution des lots, les lots contenant  $i$  couples de photographies LB/UV sont comparés entre eux en calculant l'écart type des coefficients de corrélation des  $R_q^2$ . Le calcul de l'écart type nécessite le calcul de la valeur moyenne des  $R_q^2$ . La valeur moyenne  $\overline{R_q^2}$  des coefficients de corrélation  $R_q^2$  des  $q$  lots réalisés est calculée comme suit :

$$\overline{R_q^2} = \frac{1}{q} \cdot \sum_q R_q^2$$

Éq. II-3

L'écart type  $S_{R_q^2}$  des coefficients de corrélation  $R_q^2$  s'écrit comme suit :

$$S_{R_q^2} = \sqrt{\frac{1}{q} \cdot \sum_q (R_q^2 - \overline{R_q^2})^2}$$

Éq. II-4

**IV.2.d Influence du choix et du nombre de photographies d'un lot sur l'écart entre le chromatogramme du lot et le chromatogramme du cas de référence**

Les résultats obtenus à partir de l'étude de toutes les combinaisons possibles de  $i$  couples de photographies LB/UV avec  $i$  allant de un à vingt (1 048 575 possibilités) permettent de déterminer l'évolution du coefficient de corrélation  $\overline{R_q^2}$  et de son incertitude élargie à 95%. Ces résultats de ces calculs sont présentés sur la figure Fig. II-4.

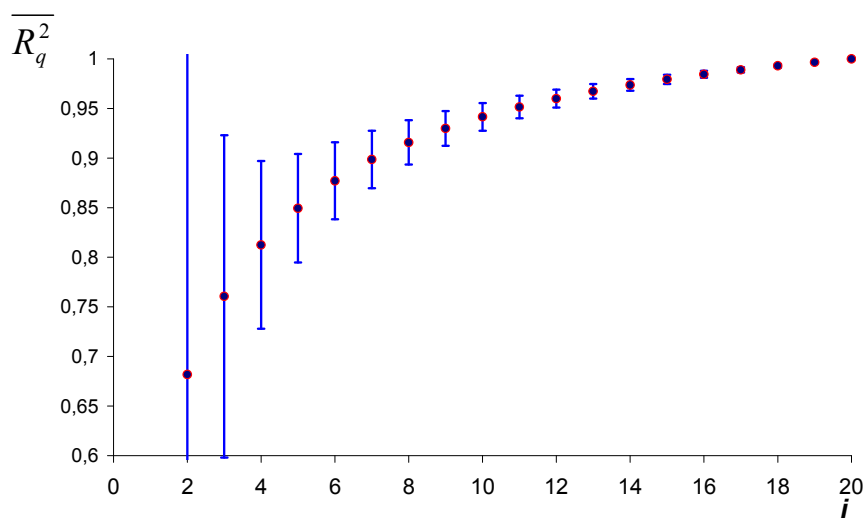


Fig. II-4 : coefficient de corrélation  $\overline{R_q^2}$  attribué aux lots de photos constitués de  $i$  photographies et influence sur ce coefficient du nombre et du choix des photographies utilisées pour calculer ce coefficient

Sur la courbe présentée sur la figure Fig. II-4, la courbe tend classiquement vers l'unité au gré de l'augmentation du nombre de photographies LB/UV utilisées et atteint sa valeur unitaire maximale pour un nombre de vingt photographies LB/UV.

Pour onze photographies LB/UV, la valeur du coefficient de corrélation  $\overline{R_q^2}$  correspondant est égale à  $0,95 \pm 0,01$ . Onze photographies LB/UV sont donc suffisantes pour être proche des résultats obtenus avec vingt photographies LB/UV. Ceci est un gain de temps non négligeable.

En considérant l'incertitude élargie du coefficient de corrélation  $\overline{R_q^2}$  correspondant à onze photographies LB/UV, le choix des photographies utilisées n'influe que de 1 % sur le résultat obtenu.

Les résultats présentés sur la figure Fig. II-4, permettent de valider que la considération de une ou deux photographies LB/UV ne suffit pas à décrire le phénomène car pour deux photographies la corrélation avec le cas de référence est faible et fortement entachée d'erreur ( $0,68 \pm 0,74$ ). Pour six photographies, le choix des photographies a peu d'influence mais la corrélation est faible ( $0,87 \pm 0,03$ ).

#### **IV.2.e Influence du choix et du nombre des photographies d'un lot sur l'écart entre la surface de liant du lot et la surface de liant du cas de référence**

En complément de la détermination du nombre de photographies nécessaires pour caractériser le degré de mélange, il convient de vérifier que la surface de liant correspondante à ce nombre de photographies est peu influencée par le choix des photographies qui constituent le lot. Pour cela, l'intérêt est porté sur la surface de liant observé. Ainsi,  $\overline{SL_q^i}$  exprimée en pourcentage de pixels de l'image ainsi que son écart type  $S_{SL_q^i}$  est calculée pour les  $q$  lots réalisés.  $\overline{SL_q^i}$  et  $S_{SL_q^i}$  sont calculées à partir des équations suivantes.

$$\overline{SL_q^i} = \frac{1}{q} \sum_q SL_q^i$$

Éq. II-5

$$S_{SL_q^i} = \sqrt{\frac{1}{q} \cdot \sum_q (SL_q^i - \overline{SL_q^i})^2}$$

Éq. II-6

Ces équations permettent de déterminer l'évolution de la surface moyenne  $\overline{SL_q^i}$  de tous les lots de  $i$  photographies LB/UV possibles. L'écart type  $S_{SL_q^i}$  permet le calcul de l'incertitude élargie à 95% de  $\overline{SL_q^i}$  afin de déterminer l'influence du choix photographies LB/UV sur la valeur  $\overline{SL_q^i}$  de la surface moyenne. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure Fig. II-5.

Il faut noter sur cette représentation que la moyenne des surfaces moyennes  $\overline{SL}_q^i$  de tous les lots de  $i$  photographies LB/UV possibles est constante. Cette particularité tient du fait que les photos étudiées représentent un groupe constant dont tous les éléments constitutifs sont comparés un même nombre de fois.

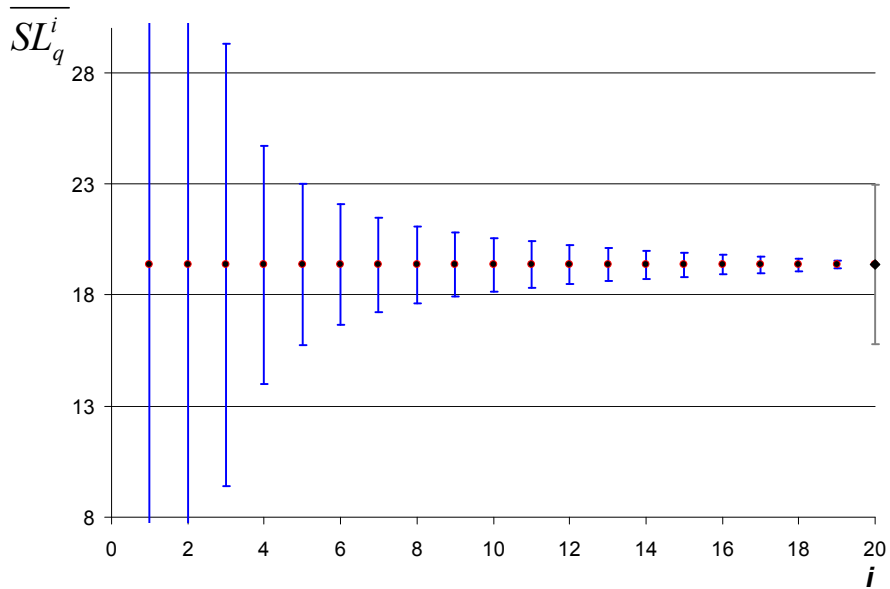


Fig. II-5 : évolution du pourcentage surfacique en liants des lots réalisés à partir de  $i$  photographies LB/UV et influence du nombre et du choix des photos utilisées pour calculer ce coefficient

Il faut premièrement noter que la surface moyenne de liant  $\overline{SL}_q^i$  est constante et égale à 19% des pixels des images utilisées. En effet, la moyenne de l'ensemble des combinaisons possibles est égale à celle du lot de vingt photographies LB/UV. Par exemple, la valeur moyenne de l'ensemble des groupes constitués de une photographie LB/UV est égale à la valeur moyenne des vingt photographies LB/UV.

La représentation a été choisie dans le but de mettre en valeur la réduction de l'incertitude élargie à 95% en fonction du nombre de photographies LB/UV utilisées. Pour onze photographies LB/UV, la surface moyenne  $\overline{SL}_q^{11}$  est égale à  $19 \pm 1$  % des pixels de l'image. Si l'on choisi d'étudier onze photographies, le choix des photographie influence peu la surface de liant observée.

Il faut cependant remettre en question le caractère idéal des vingt photographies LB/UV. L'écart type des surfaces de liant des vingt photographies LB/UV permet d'estimer l'incertitude de  $\overline{SL}_1^{20}$  à 4%. La valeur de  $\overline{SL}_1^{20}$  est donc égale à  $19 \pm 4$  %. Celle-ci est représentée visuellement sur la figure Fig. II-5 par l'incertitude attribuée à  $\overline{SL}_1^{20}$ . Cette valeur permet de préciser le domaine d'appartenance de la valeur qui serait obtenue si un nombre infini de photographies LB/UV était réalisé.

#### **IV.2.f Conclusion**

Les données présentées indiquent que l'étude de onze photographies LB/UV permet d'approcher la valeur obtenue par l'étude de vingt photographies LB/UV avec une corrélation de  $0,95 \pm 0,01$  et que la surface de liant observée est alors statistiquement proche de l'observation d'un nombre infini de photographie LB/UV avec une précision de 4%.

### **V Exploitation des résultats**

A partir des données statistiques précisant le besoin de 11 photographies, une étude a été réalisée sur des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués à 110°C, 130°C et 160°C.

#### **V.1 Présentation des résultats expérimentaux**

De même que précédemment, le cas de la température intermédiaire de 130°C est présenté chronologiquement sur les figures Fig. II-6-A à Fig. II-6-G. Les chromatogrammes moyens correspondants aux températures de 160°C et 110°C sont présentés respectivement dans les Annexe XIII et Annexe XIV. Sur chacun des graphiques présentés, les données expérimentales sont représentées par des points rouges.

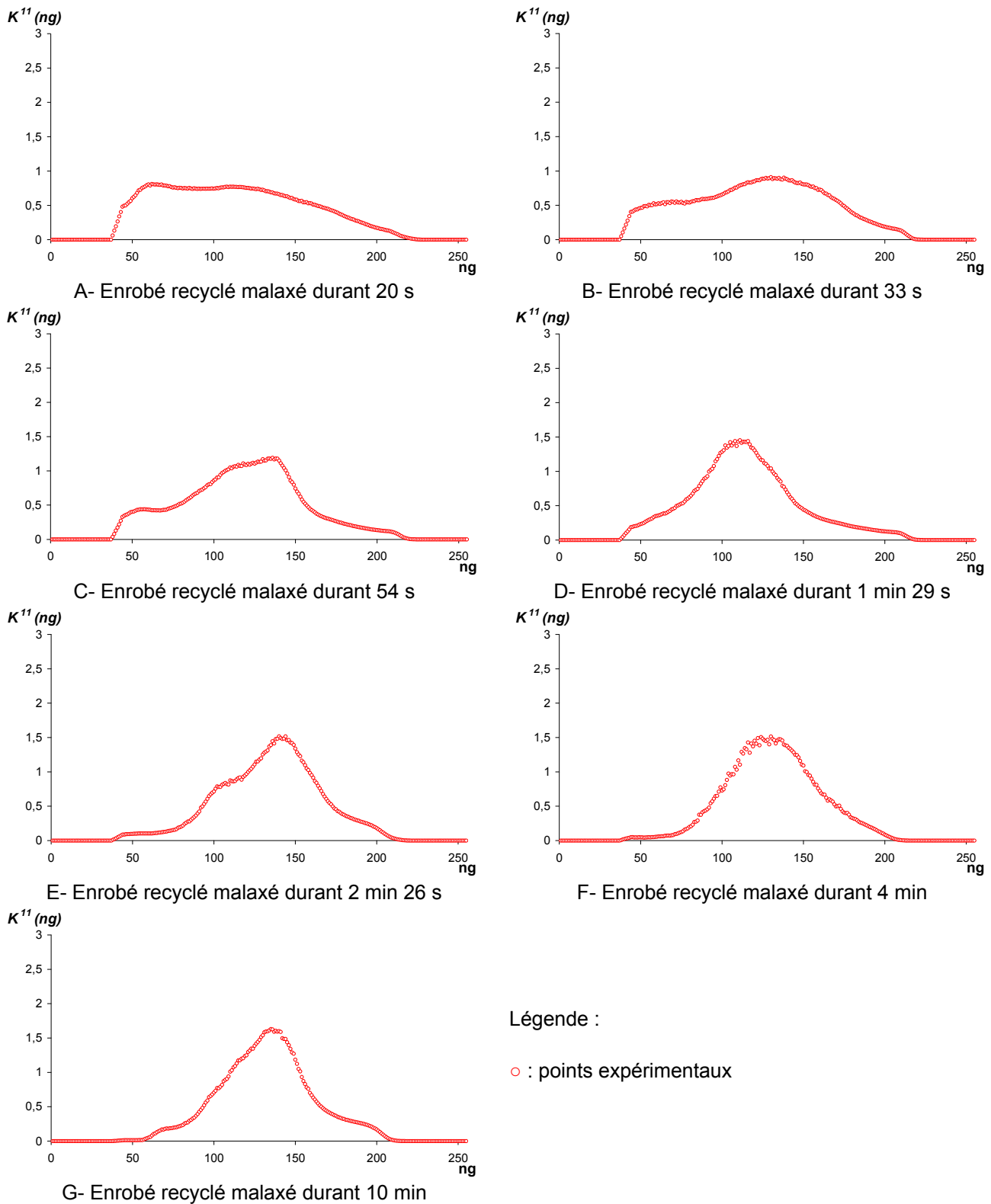
Les mêmes phénomènes que ceux observés sur la figure Fig. II-3 sont visibles. Il est constaté d'une part, une diminution progressive du nombre moyen de pixel sur la gamme de niveau de gris allant de  $ng = 40$  à  $ng = 70$  qui indique que les amas d'agrégats d'enrobé se réduisent durant le malaxage et d'autre part, une augmentation progressive du sommet de la courbe à droite de la valeur  $ng = 100$  qui indique que le liant de l'enrobé recyclé s'homogénéise progressivement.

Lors de la réalisation des essais, une modification de la méthode de refroidissement des échantillons a été réalisée. Le refroidissement des échantillons a été réalisé sous un filet d'eau. Un refroidissement plus lent a potentiellement permis la diffusion des liants LA et LAE. Cette diffusion des liants se caractérise par des maximums relatifs moins distincts que ceux identifiée lors de l'étude précédente comportant 6 photographies. La technique de régression utilisée précédemment ne peut pas être appliquée ici.

#### **V.2 Définition de deux indicateurs quantifiant le degré de mélange**

Du fait de la possible diffusion des liants, la régression par des fonctions de répartition, permettant de caractériser les populations des pixels représentant les amas d'agrégats d'enrobé et l'homogénéisation, n'est pas applicable. Afin de comparer l'évolution du degré de mélange pour les trois températures de fabrication étudiée (110°C, 130°C et 160°C), des indicateurs quantifiant le degré de mélange doivent être définies. Ces indicateurs sont définis en exploitant les remarques faites sur les figures Fig. II-6-A à Fig. II-6-G qui indiquent que l'évolution du degré de mélange peut être caractérisée en prenant en compte l'évolution des amas entre  $ng = 40$  à  $ng = 70$  ou en prenant en compte l'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé concrétisé par un maximum pour les  $ng \geq 100$ .





*Fig. II-6 : présentation des chromatogrammes moyens obtenus par l'étude d'enrobé recyclé caractérisé à chaque prélèvement par 11 couples de photographies LB/UV, fabriqués à 130°C et pour un taux de recyclage égal à 70 % conditionnant une teneur en liant d'apport de 1,8 %*

Pour caractériser la présence d'amas d'agrégats d'enrobé, le nombre moyen des pixels sur la gamme de niveau de gris allant de  $ng = 40$  à  $ng = 70$  définit l'indicateur  $A_t$  (%) caractérisant les amas identifiés au temps  $t$  du malaxage sur le chromatogramme correspondant. L'indicateur  $A_t$  (%) caractérisant les amas s'écrit :

$$A_t (\%) = \frac{1}{70 - 40} \cdot \sum_{ng=40}^{70} K^{11}(ng)$$

Éq. II-7

Pour caractériser l'homogénéité du mélange, la valeur maximale du chromatogramme  $K^{11}(ng)$  correspondant au sommet pour les  $ng \geq 100$  définit l'indicateur  $H_t$  (%) caractérisant l'homogénéité de l'échantillon d'enrobé. L'indicateur  $H_t$  (%) caractérisant l'homogénéité s'écrit :

$$H_t (\%) = \text{Max}(K^{11}(ng)), \quad \forall ng \geq 100$$

Éq. II-8

Pour les chromatogrammes moyens correspondant à la température de fabrication à 110°C (Annexe XIV) et à des durées de prélèvement de 20 s et 33 s, il n'existe pas de valeur maximale pour les niveaux de gris supérieurs à 100. Afin de calculer l'indicateur  $H_t$  (%), la valeur maximale est calculée en prenant la valeur moyenne de  $K^{11}(ng)$  entre  $ng = 120$  et  $ng = 150$ . Cette gamme de niveau de gris correspond à la gamme dans laquelle les sommets des autres chromatogrammes sont identifiés.

### V.3 Cinétique de mélange : évolution du degré de mélange en fonction des conditions de fabrication

Les indicateurs du degré de mélange  $A_t$  (%) et  $H_t$  (%) permettent de mesurer respectivement la présence des amas d'agrégats d'enrobé et l'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé. Leur calcul pour les chromatogrammes correspondants aux différentes températures de fabrication étudiées 110°C, 130°C et 160°C et aux différentes durées du malaxage permet d'obtenir la cinétique de mélange : l'évolution du degré de mélange en fonction des conditions de fabrication que sont la température et la durée du malaxage.

#### V.3.a *Caractérisation de la cinétique de mélange par l'évolution des amas d'agrégats d'enrobé en fonctions des conditions de fabrication : Température et durée de malaxage*

Sur la figure Fig. II-7, la présence d'amas d'agrégats d'enrobé caractérisée par l'indicateur  $A_t$  (%) est présentée pour les trois températures de fabrication 110°C, 130°C et 160°C en fonction de la durée  $t$  du malaxage.

La figure Fig. II-7 se caractérise par la présence de trois ensembles de points montrant tous une convergence vers une même valeur égale à  $0,05 \pm 0,05$  %. Cette valeur peut être considérée comme la valeur pour laquelle l'enrobé recyclé ne contient plus d'amas d'agrégats d'enrobé. Cette valeur représente la limite d'observation de l'indicateur  $A_t$  (%). La figure est présentée sur une échelle logarithmique afin de représenter l'ensemble des durées de malaxage considérées.

Il faut premièrement remarquer que l'importance de la présence d'amas en début de malaxage est inversement proportionnelle à la température. Pour une température de fabrication de 110°C, une part importante d'amas est initialement présente et la réduction de cette part est progressive durant le malaxage. Comparativement, peu d'amas sont présents à  $t = 20$  s pour une température de fabrication à 160°C et ces même amas peuvent, au regard de l'incertitude de mesure ( $0,05 \pm 0,05$  %), être considérés comme ayant majoritairement disparu dès 54 s de malaxage.

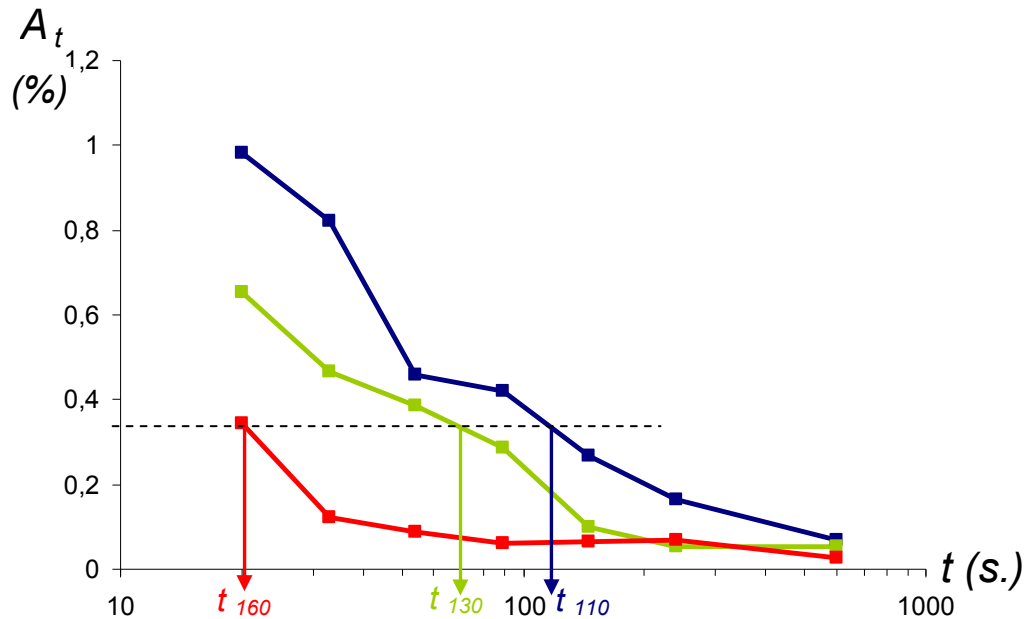


Fig. II-7 : cinétique de la disparition des amas d'agrégats d'enrobé en fonction de la durée du malaxage et de la température de la fabrication (110°C en bleu, 130°C en vert et 160°C en rouge)

Les points verts caractérisant la fabrication à 130°C et la courbe associée évoluent logiquement entre la série rouge (fabrication à 160°C) et la série bleu (fabrication à 110°C). Si l'on considère la droite horizontale passant par le premier point rouge, celle-ci intercepte les courbes verte et bleue en des points auxquels correspondent respectivement les durées  $t_{130}$  et  $t_{110}$ . Ces durées sont égales à 20 s pour  $t_{160}$ , 70 s pour  $t_{130}$  et 120 s pour  $t_{110}$ . En utilisant ces temps caractéristiques, il est possible de comparer, en fonction de la température de fabrication, les durées nécessaires pour obtenir la même quantité d'amas qu'après 20 s de malaxage à la température de 160°C. Ainsi la réduction de la température de fabrication entraîne une augmentation de la durée nécessaire à réduire les amas. Il faut 3,5 fois plus de temps à 130°C et 6 fois plus de temps à 110°C pour obtenir une quantité d'amas équivalente à 20 s de malaxage à 160°C.

### V.3.b Caractérisation de la cinétique de mélange par l'évolution de l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé en fonctions des conditions de fabrication : Température et durée de malaxage

L'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé est caractérisée par l'indicateur  $H_t$  (%) et présentée pour les trois températures de fabrication 110°C, 130°C et 160°C en fonction de la durée  $t$  du malaxage. Afin de le comparer facilement avec l'indicateur précédent, la valeur présentée sur la figure Fig. II-8 est l'écart entre

l'indicateur  $H_t$  (%) et la moyenne des valeurs maximales de  $H_t$  (%) pour les trois températures ( $1,6 \pm 0,1$  %). La valeur tracée représente donc l'écart entre le sommet du chromatogramme au moment  $t$  et le sommet du chromatogramme moyen des trois températures pour la durée de malaxage de 10 min.

L'ensemble des courbes présentées sur la figure Fig. II-8 montre une réduction de l'écart entre le sommet du chromatogramme au moment  $t$  et le sommet du chromatogramme moyen pour la durée de malaxage de 10 min. Cela signifie que le mélange s'homogénéise avec le malaxage. De même que précédemment, les séries de points tendent vers une valeur de  $0 \pm 0,1\%$ . Cette valeur peut être considérée comme la valeur pour laquelle l'enrobé recyclé est homogène. Cette valeur représente l'erreur d'observation de la méthode présentée pour l'indicateur  $\{Max(H) - H_t\}$  en %.

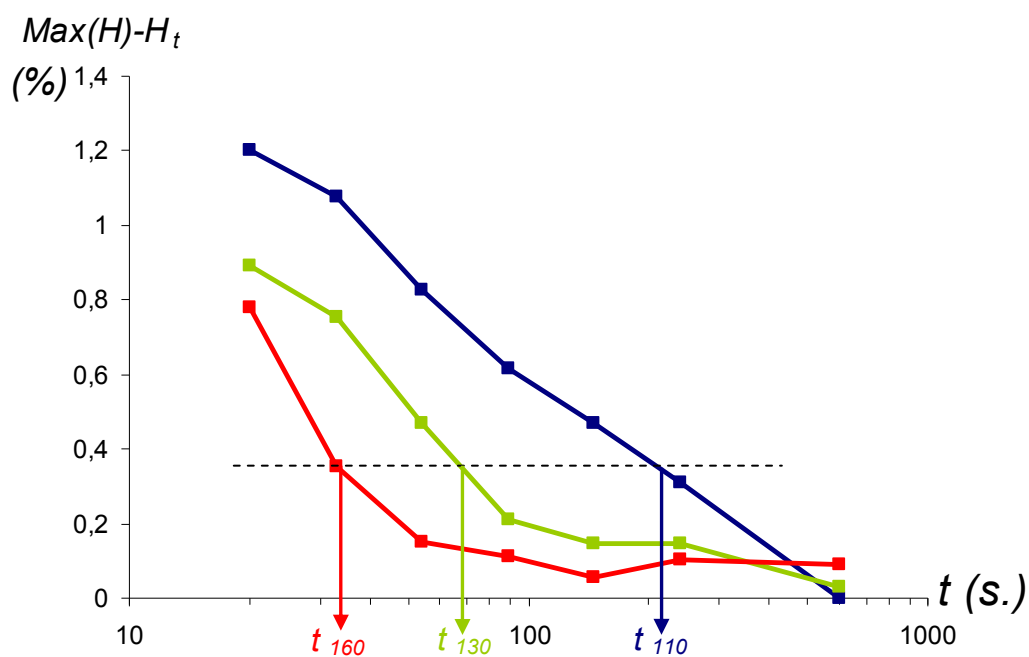


Fig. II-8 : cinétique de l'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé en fonction de la durée du malaxage et de la température de la fabrication (110°C en bleu, 130°C en orange et 160°C en rouge)

Il faut premièrement remarquer que pour 20 s de malaxage, l'homogénéité du liant à 130°C et à 160°C sont, à l'erreur de mesure près ( $\pm 0,1\%$ ), égales. Pour une température de fabrication de 110°C, le liant de l'enrobé recyclé est moins homogène. Le malaxage permet une homogénéisation rapide des liants pour des températures de fabrication égales à 130°C et 160°C et une homogénéisation sensiblement plus lente pour une température de fabrication égale 110°C.

De même que précédemment, des durées caractéristiques peuvent être définies. Celles-ci comparent les durées nécessaires à l'obtention d'une homogénéité identique à celle caractérisant l'enrobé recyclé fabriqué à 160°C après 33 s de malaxage. Ces durées sont égales à 33 s pour  $t_{160}$ , 68 s pour  $t_{130}$  et 205 s pour  $t_{110}$ . En utilisant ces temps caractéristiques, il est possible de comparer le temps nécessaire pour homogénéiser à un degré égal les enrobés recyclés en fonction de la température de fabrication. La réduction de la température de fabrication entraîne une augmentation de la durée d'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé. Il faut 2,1 fois

plus de temps à 130°C et 6,2 fois plus de temps à 110°C pour obtenir la même homogénéité qu'après 33 s de malaxage à 160°C.

Il est difficile de caractériser l'homogénéité d'un enrobé recyclé sans modifier les caractéristiques des composants de celui-ci. Le choix fait ici a conduit à l'utilisation d'un liant synthétique (MEXPHALT C). Ce liant contient des « composants dérivés d'huile brute de pétrole ». Ces huiles étant connues pour leur aptitude à solubiliser le bitume, il est possible de supposer que la cinétique d'homogénéisation ( $H_t$ ) présentées ici peut être surestimée comparativement à celle correspondante à l'utilisation d'un bitume classique.

### ***V.3.c Conclusion sur la dépendance de la cinétique de mélange à la température de fabrication***

Dans les conditions expérimentales des essais ici présentés, les données obtenues par l'exploitation des figures Fig. II-7 et Fig. II-8 , ainsi que la détermination de temps caractéristiques du mélange permettent d'indiquer qu'une réduction de la température de 30°C multiplie par un facteur 2 le temps nécessaire à l'obtention d'un enrobé au degré de mélange identique à celui d'un enrobé fabriqué à 160°C. La remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé s'opère en deux étapes par la réduction des amas d'agrégats d'enrobé puis par l'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé.

Au regard des incertitudes de mesures, il ne peut être fait de différence entre le moment où l'amas est réduit et le moment où le liant de cet amas d'agrégats d'enrobé participe au liant de l'enrobé recyclé à travers son homogénéisation. Cela permet de supposer que l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé est directement proportionnelle à la disparition des amas d'agrégats d'enrobé : dès qu'un amas est réduit, son liant participe au liant de l'enrobé recyclé.

## **VI Conclusion**

En utilisant des agrégats d'enrobé dont la forme est identique à celle des agrégats d'enrobé quotidiennement utilisés en centrale de fabrication et en réalisant des observations à l'échelle microscopique, la réédition des essais de NGUYEN (Nguyen 2009) a permis de montrer que lors du mélange d'agrégats d'enrobé et de constituants d'apport, il peut exister des amas d'agrégats d'enrobé localisés à la surface des granulats.

Afin de distinguer les amas d'agrégats d'enrobé présents au sein de l'enrobé recyclé, une technique d'observation a été développée. Pour cela, une modification du liant d'apport a été nécessaire. Le liant d'apport utilisé, un liant clair, a été choisi dans la gamme des liants disponibles en technique routière et ses caractéristiques permettent de le comparer rhéologiquement avec un liant bitumineux classique.

La technique d'observation présentée est basée sur une analyse de deux photographies : l'une en lumière blanche et l'autre en lumière UV. Les images sont ensuite exploitées selon un protocole d'analyse d'images défini expérimentalement puis automatisé. Ce protocole permet de caractériser le liant de l'enrobé recyclé selon un principe d'imagerie de contraste. Le contraste est traduit en termes de répartition de niveau de gris ( $ng$ ) de la zone de liant des photographies observées. Cette analyse permet d'identifier des amas d'agrégats d'enrobé et de quantifier le degré de mélange du liant de l'enrobé recyclé.

La méthode réunissant la technique d'observation développée et le protocole d'analyse d'images est validée expérimentalement puis statistiquement. Cette méthode est ensuite utilisée pour caractériser le degré de mélange d'un enrobé recyclé fabriqué à trois températures différentes, en fonction de la durée de son malaxage.

Le travail de caractérisation présenté dans ce chapitre montre qu'au début de la fabrication d'enrobé recyclé, des amas d'agrégats d'enrobé existent et que ceux-ci sont réduits par l'action mécanique du malaxage durant la fabrication. La réduction de la température conduit à une baisse sensible de la vitesse d'homogénéisation du liant de l'enrobé recyclé. La prise en compte de durées caractéristiques pour deux critères distincts permet de préciser qu'une baisse de 30°C de la température de fabrication multiplie par un facteur deux la durée d'homogénéisation.



## **CHAPITRE III**

# **CARACTÉRISATION DU DEGRÉ DE MÉLANGE PAR UN ESSAI D'EXTRACTION PROGRESSIVE PAR LIXIVIATION DU LIANT DE L'ENROBÉ RECYCLÉ**





## **I Introduction**

Dans l'analyse bibliographique correspondante à ce chapitre, il a été établi que la méthode par trempage utilisée dans les travaux présentés permet l'obtention d'un nombre limité d'échantillons du fait d'une solubilisation rapide des liants bitumineux dans les solvants utilisés. De plus, les essais utilisés pour caractériser les échantillons récoltés nécessitent d'une part, de séparer le liant et le solvant par évaporation afin de récupérer le liant, et d'autre part d'obtenir une masse importante de liant. L'importance de la masse de liant nécessaire à la réalisation des essais est aussi une limite au nombre d'échantillons de liant pouvant être extrait d'un échantillon d'enrobé recyclé.

Les voies de développement identifiées ont conduit à opter pour un essai basé sur la pulvérisation de solvant sur l'échantillon d'enrobé recyclé afin de réaliser l'extraction progressive du liant et d'augmenter le nombre des échantillons obtenus. Une technique d'analyse chimique qui nécessite peu de liant a été choisie pour caractériser les échantillons extraits sans avoir recours à une extraction du solvant par chauffage. Cette caractérisation permettra de doser le liant d'agrégats d'enrobé dans les échantillons extraits.

Le dispositif expérimental résultant des remarques précédentes et la mesure de dosage en liant d'agrégats d'enrobé y étant associée sont présentés dans le paragraphe II. Le paragraphe III est dédié à la présentation et à une analyse de mesures effectuées sur des échantillons d'enrobé recyclé dont la granulométrie est comprise entre 0 mm et 14 mm, notée 0/14 mm. Cette analyse est complétée par la présentation de mesures réalisées sur la fraction granulométrique 10/14 mm de ces mêmes échantillons. À la suite de ces essais confirmant la capacité de la méthode utilisée à mesurer le degré de mélange entre le liant d'agrégats d'enrobé et le liant d'apport, celle-ci sera utilisée dans le cadre d'un plan d'expériences. Ce plan d'expériences permet d'évaluer la reproductibilité de l'essai et l'influence conjuguée de la température de fabrication, la durée de malaxage et du taux de recyclage sur le degré de mélange du liant de l'enrobé recyclé. En fin du paragraphe III, la première utilisation du dispositif expérimental dans un cadre industriel est présentée.

## **II Développement d'une méthode expérimentale de caractérisation du degré de mélange par extraction progressive du liant de l'enrobé recyclé**

### **II.1 Comparaison des vitesses de dissolution correspondante à un liant d'agrégats d'enrobé et à des bitumes de grade 10/20 et 70/100**

Les essais présentés dans la bibliographie correspondante à ce chapitre indiquent que dans le cas d'un faible degré de mélange du liant de l'enrobé recyclé, une part importante de liant d'apport est mise en solution lors du premier trempage. Afin de vérifier que l'importance de cette part n'est pas du fait d'une solubilisation préférentielle du liant d'apport par le solvant, un essai comparant la cinétique de dissolution d'un liant d'agrégats d'enrobé avec des bitumes de grade 10/20 et 70/100 a été réalisé. La méthode utilisée et les résultats obtenus sont présentés dans l'Annexe VII de ce document.

Les résultats obtenus montrent que le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé ont, pour le solvant utilisé lors de cet essai (tétrachloroéthylène), des vitesses de dissolutions très proche. Cet essai permet de conclure que l'importance de la part de liant d'apport mise en solution lors du premier trempage ne provient pas d'une solubilisation préférentielle du liant d'apport comparativement au liant d'agrégats d'enrobé.

## II.2 Système expérimental d'extraction du liant par lixiviation d'échantillons d'enrobés recyclés

### II.2.a Principe et avantages du dispositif expérimental

Le principe du dispositif expérimental décrit ici repose sur une dissolution continue du liant de l'échantillon d'enrobé recyclé étudié. La dissolution est opérée par la lixiviation de l'échantillon par un solvant : le tétrachloroéthylène (TCE - Annexe XVII). Ce solvant a été sélectionné pour son appartenance à une famille de solvants connue pour son aptitude à dissoudre totalement les liants bitumineux (ASTM D 2042-09 2009).

Le dispositif expérimental présenté comporte les avantages suivants :

- une facilité de l'échantillonnage apportée par la récupération continue du lixiviat associée à cette technique (contrairement aux techniques de trempage qui rendent difficile la réalisation de plus de 4 ou 5 échantillons),
- une grande liberté dans le choix du nombre d'échantillons de lixiviat prélevés rendue possible par le fait que la mesure présentée par la suite nécessite de faibles masses de liant.

### II.2.b Présentation du dispositif expérimental

Une représentation schématique et une photographie du dispositif expérimental d'extraction par lixiviation sont présentés respectivement sur les figures Fig. III-1 et Fig. III-2.

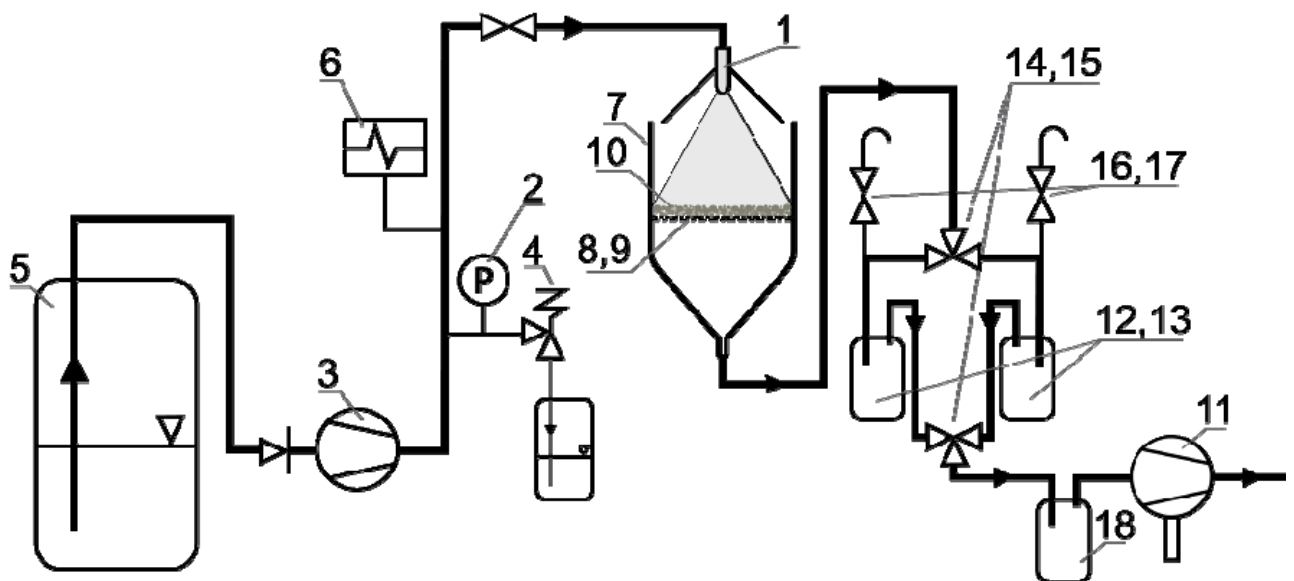


Fig. III-1 : schéma du dispositif expérimental d'extraction par lixiviation.

Ce système est composé des éléments présentés ci-dessous. Il se compose principalement d'un circuit d'approvisionnement de solvant, d'une cellule de lixiviation dans laquelle a lieu la dissolution et d'un système d'échantillonnage du lixiviat.

Le circuit d'approvisionnement de solvant est constitué :

- d'un système de pulvérisation du solvant (**1**) constitué d'une buse d'atomisation de type 1,5 GPH / DELAVAN SPRAY TECHNOLOGY munie d'un écran conique de protection de l'utilisateur. Le débit de solvant de cette buse (4,3 litres par heure) est assuré par la mesure de la charge en amont à l'aide d'un manomètre à aiguille (**2**);
- d'une pompe à piston unique (**3**) de type GAMMA-L / PROMINENT puise le solvant liquide dans le réservoir à solvant (**5**) ; associée à une soupape de décharge (**4**), elles assurent conjointement une fonction de charge en amont de la buse ;
- d'un vase d'expansion (**6**) (tube en téflon de section 6 mm et de longueur 1200 mm, obturé à une extrémité) rempli d'air et connecté, en partie haute du système expérimental, au circuit de circulation du solvant a pour fonction d'atténuer les fluctuations de pression engendrées par la pompe.

La cellule de lixiviation est constituée :

- d'un tube vertical (**7**) de diamètre intérieur 200 mm et de hauteur 400 mm, fermé en partie basse par un entonnoir canalisant le lixiviat, recouvert par le système de pulvérisation (**1**),
- d'un tamis constitué d'une toile en acier tissé (**8**) de maille 63 µm, posée sur une grille de renfort en acier (**9**) de maille 2 mm ; l'échantillon d'enrobé recyclé (**10**) est disposé sur ce tamis (Fig. III-3).

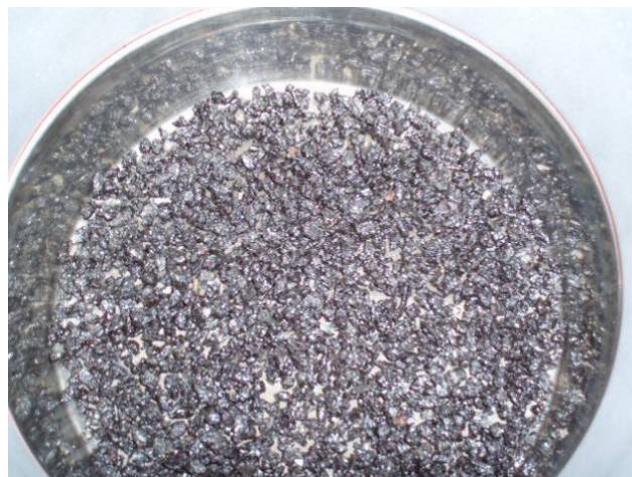
Le système d'échantillonnage du lixiviat canalisé est constitué :

- d'une pompe à vide (**11**) créant une dépression sous le tamis et amenant le lixiviat recueilli vers une station d'échantillonnage constituée de deux sites de stockage (flacons **12** et **13**) dont le remplissage est contrôlé par deux vannes 3 voies (**14**, **15**) permettant un remplissage des flacons en place. Un couple évent-vanne (**16**, **17**) associé à chacun des flacons facilite leur remplacement au cours de la lixiviation en permettant une mise à pression atmosphérique ;
- d'un récipient (**18**) situé en amont de la pompe à vide et protégeant celle-ci d'une aspiration accidentelle du lixiviat joue le rôle de flacon laveur.

La photographie Fig. III-3 montre l'échantillon d'enrobé recyclé en situation avant sa lixiviation dans la cellule de lixiviation.



*Fig. III-2 : dispositif expérimental de lixiviation*



*Fig. III-3 : vue du dessus de la cellule de lixiviation, en absence du système de pulvérisation, présentant un échantillon d'enrobé recyclé positionné avant lixiviation.*

L'ensemble des pièces utilisées pour la réalisation du dispositif présenté sont en acier inoxydable ou en Téflon. Ces matériaux ont été sélectionnés pour leur résistance chimique au solvant utilisé (Tétrachloroéthylène) et pour leur non interférence avec les moyens mis en œuvre par la suite pour caractériser les échantillons recueillis de lixiviat.

Du fait du classement CMR du solvant utilisé (Cancérogène, Mutagène et Reprotoxique), le dispositif expérimental a été réalisé afin de réduire les volumes de solvant employé. À l'issue de la réalisation de l'essai et des mesures associées, le solvant est débarrassé du bitume par un procédé d'évaporation-condensation puis recyclé. Les décisions prises lors de la définition de la configuration du dispositif permettent de contraindre le solvant pulvérisé à l'intérieur du dispositif. Le dispositif est positionné dans une hotte d'aspiration et les équipements de protection individuelle conformes à l'usage classique de solvant sont utilisés.

### II.3 Préparation des échantillons d'enrobé recyclé destinés à caractériser l'aptitude du dispositif à mesurer le degré de mélange d'un enrobé recyclé à fort taux fabriqué en laboratoire

L'objectif premier des mesures présentées dans ce chapitre, est de montrer que le système expérimental mis en place permet de distinguer entre eux des enrobés recyclés à fort taux possédant une composition identique, mais dont les modes de fabrication diffèrent par la température de fabrication  $T_m$  et la durée  $t_m$  de malaxage des constituants. Pour cela, les fabrications sont réalisées à deux températures  $T_m$  (110°C et 160°C). Pour chacune de ces températures, deux durées  $t_m$  de malaxage (40 s et 240 s) sont employées.

Les enrobés recyclés (ER), préparés en vue d'être analysés par lixiviation, sont composés de façon à respecter les proportions massiques d'un enrobé recyclé à fort taux (70 %) (Annexe XXVI)

- La fraction massique  $C_{GAE}^{GER}$  de granulats d'agrégat d'enrobé (GAE) dans les granulats de l'enrobé recyclé (GER) est égale à  $0,700 \pm 0,001$  g/g.
- La fraction massique  $C_{LER}^{ER}$  (teneur en liant intérieure de l'enrobé recyclé) de liant d'enrobé recyclé (LER) dans l'enrobé recyclé (ER) est égale à  $0,057 \pm 0,002$  g/g.
- La fraction massique  $C_{LAE}^{LER}$  de liant d'agrégats d'enrobé (LAE) dans le liant d'enrobé recyclé (LER) est égale à  $0,67 \pm 0,04$  g/g.

Les incertitudes sur les fractions massiques indiquées ci-dessus sont directement liées à l'incertitude sur la fraction massique de liant dans les agrégats d'enrobé utilisés ( $C_{LAE}^{AE} = 0,052 \pm 0,002$  g/g). Les calculs d'incertitudes correspondants sont présentés en Annexe XXXV.

La fabrication des enrobés recyclés est réalisée suivant la même méthode que celle présentée dans le Chapitre II. À l'issue du malaxage des constituants, les enrobés recyclés sont répartis en couche mince jusqu'à leur refroidissement à température ambiante ( $\approx 20^\circ\text{C}$ ). Ils sont ensuite tamisés pour supprimer les gros agglomérats d'enrobé recyclé de façon à ne retenir que la fraction granulométrique 0/14 mm. Chaque fabrication est séparée en deux parties homogènes (NF EN 932-2 1996) afin de préparer deux types d'échantillon.

- Sur l'une des parties, un échantillon représentatif de 320 grammes est prélevé.
- L'autre partie est tamisée pour isoler sa fraction 10/14 mm. Dans cette dernière, un échantillon représentatif de 320 grammes est prélevé. La fraction 0/10 mm de cette partie est rejetée.

Ainsi, pour les 4 fabrications, deux échantillons sont obtenus, l'un de granulométrie 0/14 mm et l'autre de granulométrie 10/14 mm. Par la suite, ces huit échantillons provenant de la division en deux échantillons des quatre fabrications seront identifiés par  $ER_{T_m, t_m}^{d/D}$ , avec  $T_m = (110^\circ\text{C}; 160^\circ\text{C})$ ,  $t_m = (40 \text{ s}; 240 \text{ s})$ ,  $d = 0 \text{ mm}$  ou  $d = 10 \text{ mm}$  et  $D = 14 \text{ mm}$ .

L'étude d'échantillon composés de granulats dont la granulométrie est de 10/14 mm est réalisée en référence aux travaux de BICHERON dans lesquels de gros granulats sont introduits dans l'enrobé recyclé pour étudier si le liant présent sur ces gros granulats est identique au liant présent dans les fractions inférieures. Dans notre cas, nous comparerons le liant de l'échantillon 10/14 mm au liant de l'échantillon 0/14 mm.

## II.4 Mode opératoire d'extraction du liant d'enrobé recyclé et de préparation des solutions d'échantillon de lixiviat

Le dispositif expérimental est utilisé pour extraire et échantillonner le liant des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués précédemment. Les solutions récoltées suivent ensuite une étape de préparation préalable à leur caractérisation.

### II.4.a Mode opératoire d'extraction du liant des échantillons d'enrobé recyclés

L'extraction du liant LER des échantillons d'enrobé recyclé est effectuée à l'aide du système expérimental décrit au paragraphe II.2. Cette extraction est progressive, suivant un échantillonnage temporel établi expérimentalement (Tab. III-1), de façon à appréhender une déconstruction régulière du milieu lixivié (LER). Les durées de la collecte de chaque échantillon de lixiviat par le système d'échantillonnage (Fig. III-1 et Fig. III-2) permettent à l'ensemble des échantillons récoltés de contenir approximativement la même quantité de LER. Pour chaque lixiviation d'un échantillon d'enrobé recyclé, le lixiviat est collecté dans 10 flacons identifiés de *Sol\_1* à *Sol\_10*. Au terme de la lixiviation par pulvérisation (20 min), une onzième solution (*Sol\_1m*) est obtenue à partir de l'échantillon d'enrobé recyclé résiduel présent dans le tamis ; mélange de granulats et de liant partiellement dissous. La onzième solution (*Sol\_1m*) est obtenue en immergeant l'échantillon d'ER résiduel dans du solvant (TCE) durant 12 heures. Cette dernière solution conclut l'échantillonnage du liant de l'enrobé recyclé.

Identifiant des échantillons de lixiviat	Durée du prélèvement	Identifiant des échantillons de lixiviat	Durée du prélèvement
Sol_1	40 s	Sol_7	120 s
Sol_2	40 s	Sol_8	240 s
Sol_3	40 s	Sol_9	240 s
Sol_4	60 s	Sol_10	240 s
Sol_5	60 s		
Sol_6	120 s	Sol_1m	Immersion dans le solvant durant 12h

Tab. III-1 : durées de la collecte de chaque solution pendant la lixiviation des échantillons d'enrobé recyclés

Afin d'éliminer les fines particules minérales ayant traversé le tamis de 63  $\mu\text{m}$  durant la lixiviation, les échantillons de lixiviat sont filtrés par soutirage sous vide à l'aide de filtres cellulose (6  $\mu\text{m}$ ), d'un entonnoir Büchner, d'une fiole à vide, d'un flacon laveur et d'une pompe à vide.

#### **II.4.b Préparation des solutions d'échantillons de lixiviat**

En vue de déterminer la proportion des liants LA et LAE en présence dans les solutions  $Sol_1$  à  $Sol_{lm}$ , la concentration de ces solutions est ajustée. La technique mise en œuvre (spectrométrie infrarouge, cf. Paragraphe II.5) nécessite une concentration en liant des solutions égale à  $0,0080 \pm 0,0004$  g/g (i.e. gramme de liant par gramme de solvant). L'ajustement est réalisé en trois étapes.

##### 1) Étape 1 : Ajustement approximatif de la concentration par comparaison visuelle des teintes

Pour des raisons de rapidité, un ajustement approximatif de la concentration est réalisé. Le contenant des échantillons de lixiviat est ouvert et le solvant s'évapore. Au gré de l'évaporation du solvant, les échantillons de lixiviat sont comparés visuellement à une solution de référence de concentration en liant d'enrobé recyclé connue et égale à 0,009 g/g. Les contenants possédant un échantillon de lixiviat dont la teinte est plus sombre que la solution de référence sont alors fermés et les contenants possédant un échantillon de lixiviat dont la teinte est plus claire que la solution de référence sont gardés ouverts jusqu'à ce que leur teinte soit plus sombre que l'échantillon de référence.

À l'issue de l'ajustement approximatif, les onze échantillons de lixiviat possèdent une concentration supérieure à 0,009 g/g. La masse de solvant évaporé est connue pour chaque contenant en comparant la masse des solutions avant et après l'évaporation.

##### 2) Étape 2 : mesure par atténuation UV-VIS de la concentration en liant d'enrobé recyclé des échantillons de lixiviat

La mesure de la concentration en liant d'enrobé recyclé des échantillons de lixiviat est réalisée en mesurant l'atténuation, par ces solutions, d'un rayonnement ultra-violet. Cette atténuation a été préalablement calibrée à l'aide de solutions étalons de concentrations variées : solutions de LA et solutions de LAE obtenues par dilution contrôlée de solutions mères. Cette calibration permet d'obtenir une correspondance entre l'absorbance qui caractérise l'atténuation et la concentration de la solution étalon. Cette calibration est présentée en Annexe XVIII.

À l'issue de cette mesure, la concentration en liant d'enrobé recyclé des échantillons de lixiviat  $Sol_i$  ( $i$  allant de 1 à  $lm$ ) est connue. Cette concentration permet le calcul de  $m_{Sol_i}^{LER}$  qui est la masse de liant d'enrobé recyclé présente dans chacun des échantillons de lixiviat  $Sol_i$  de masse connue.

##### 3) Étape 3 : ajustement précis de concentration par dilution

A partir des échantillons de lixiviat  $Sol_i$ , des solutions de même nom et de concentration égale à 0,008 g/g sont préparées. La masse de solvant à ajouter est calculée, à partir de la concentration en LER mesurée lors de l'étape 2. L'ajustement précis de concentration par dilution permet d'obtenir des solutions dont la concentration est comprise dans l'intervalle [ 0,0076 ; 0,0084 ] g/g.

Les étapes 1 et 2 auraient pu être interverties. Cependant, l'ajustement de la concentration aurait alors dû être réalisé en contrôlant la masse de solvant évaporé par une pesée régulière des contenants. Il a été jugé que l'ordre choisi et présenté ici facilite l'ajustement de la concentration sans influencer sur la qualité de sa réalisation.



## II.5 Mesure de la fraction massique de liant d'agrégats d'enrobé dans le liant présent dans les solutions préparées

L'objet de ce paragraphe est de présenter le protocole expérimental menant à la détermination de la part de liant d'agrégats d'enrobé (LAE) présent dans le liant d'enrobé recyclé (LER), ainsi que l'analyse des mesures des solutions *Sol\_1* à *Sol\_Im* obtenues par la lixiviation des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués. Les mesures sont effectuées à l'aide d'un spectromètre infrarouge (IR) à transformée de Fourier (FTIRs) de type *Spectrum 400 FT-IR FT-NIR* et de marque *PerkinElmer*.

### II.5.a Mesures de spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

Un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier est un outil permettant de déterminer l'absorbance d'une solution en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident, indiquée par le nombre d'onde par centimètre. La relation entre l'absorbance et la longueur d'onde est présentée sous la forme d'un spectre. A titre d'exemple, le spectre d'une solution dont la concentration en LAE est 0,008 g/g est reproduit sur la figure Fig. III-4. Ce spectre est la moyenne des seize spectres infrarouges qui sont réalisés durant une mesure. Il renseigne sur la composition chimique des solutions mesurées. Les pics d'atténuation centrés autour de  $n = 2950 \text{ cm}^{-1}$  correspondent à des modes précis de vibration des liaisons aliphatiques des liants bitumineux ; la surface située sous ce pic peut être considérée comme indépendante de la nature des liants considérés ici (LAE ou LA) (Dalibart et Servant 2000) (Yoon et al. 2009).

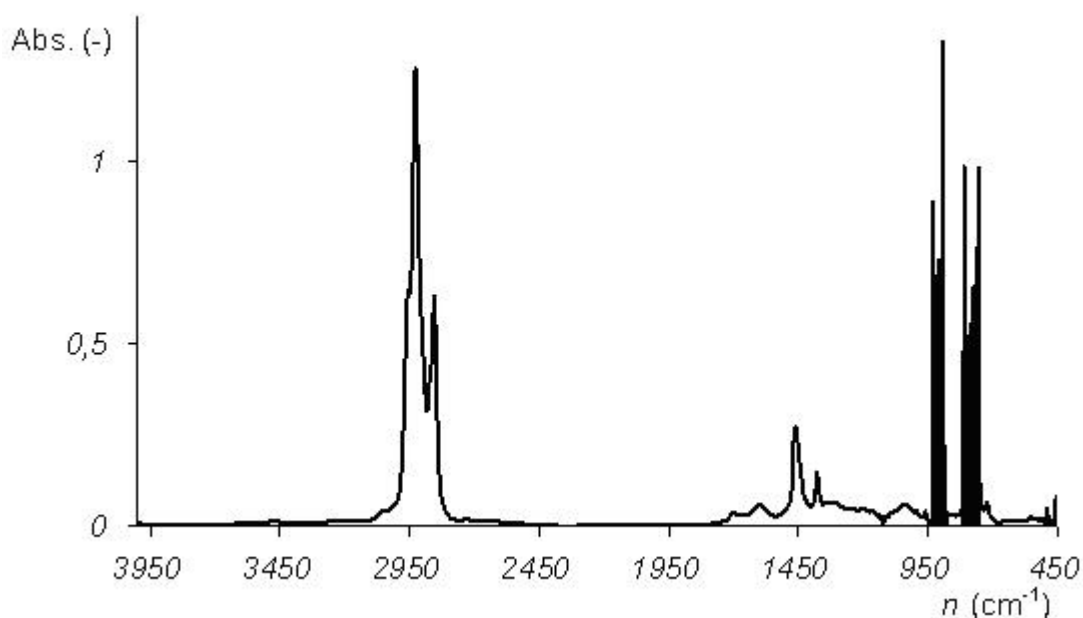


Fig. III-4 : spectre infrarouge d'un liant d'agrégats d'enrobé de concentration égale à 0,008

### II.5.b Conditions expérimentales de réalisation des mesures de spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

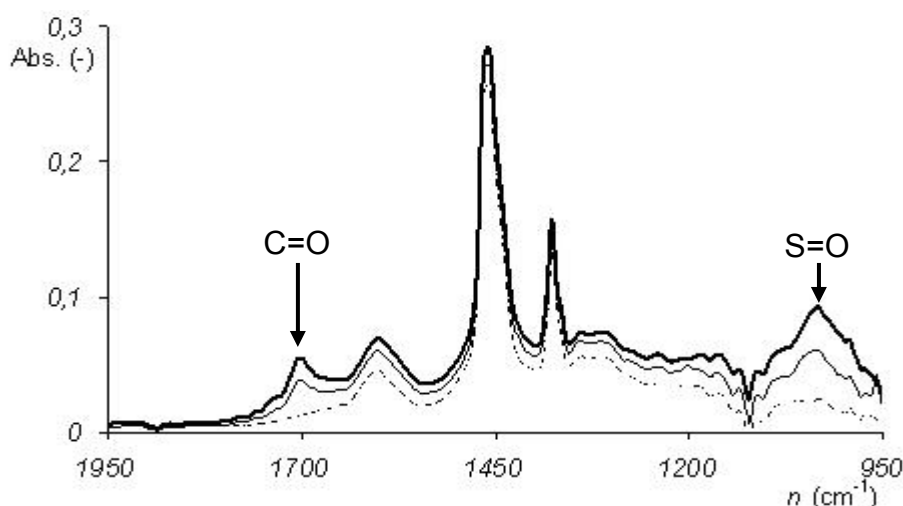
La gamme de nombre d'onde explorée lors des mesures de spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier est de  $450\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$ . La cellule de transmission utilisée possède deux fenêtres en Chlorure de Sodium (NaCl) espacées de  $500 \mu\text{m}$ . Comme entendu précédemment, la concentration en liant des solutions testées a

été fixée à  $0,0080 \pm 0,0002$  g/g de façon à permettre à la valeur maximale de l'absorbance des spectres obtenus d'être inférieure à la valeur 1,3 unité d'absorbance. Cette valeur correspond à une fraction transmise du rayonnement incident supérieure à 5 %, compatible avec une utilisation de la loi de Beer-Lambert (Dalibart et Servant 2000).

### **II.5.c Application de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier à la distinction entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé**

La spectrométrie IRTF est couramment utilisée pour caractériser des composés hydrocarbonés d'origine pétrolière et plus particulièrement l'évolution de leurs compositions chimiques au cours de leur vieillissement artificiel ou naturel (Lamontagne et al. 2001) (Mouillet et al. 2008). Le vieillissement des liants bitumineux se caractérise par la création de fonctions chimiques oxygénées carboxyles (fonction C=O) et sulphydes (fonction S=O) produites par l'interaction des liants bitumineux avec l'air. Ces fonctions chimiques particulières se matérialisent respectivement par des pics aux nombres d'onde  $1700\text{ cm}^{-1}$  et  $1045\text{ cm}^{-1}$ . La figure Fig. III-5 permet de comparer trois solutions bitumineuses de même concentration ( $0,0080 \pm 0,0002$  g/g). La courbe en pointillés correspond à une solution de LA (non oxydée), celle en gras à une solution de LAE (oxydée) et celle en trait fin à une solution d'égale proportion massique en LA et LAE.

Il est important de noter que le spectre de la solution LA ne fait pas apparaître de pic autour des nombres d'ondes  $1700\text{ cm}^{-1}$  et  $1045\text{ cm}^{-1}$ . Il n'en n'est pas de même pour la solution de LAE qui présente des pics autour de ces nombres d'ondes, ceux-ci étant plus marqués que ceux observables pour la solution contenant une part égale de LA et LAE (courbe en trait continu fin).



*Fig. III-5 : spectres IR de solutions de bitumes modèles de concentration 0,008 g/g  
Solution de LA en trait pointillé, solution de LAE en trait gras, solution de LA + LAE en trait fin*

Notons que, même après leur filtration à un seuil de  $6\text{ }\mu\text{m}$ , les solutions de lixiviation étudiées contiennent des résidus minéraux micrométriques de nature siliceuse. Ceux-ci perturbent la mesure infrarouge pour les nombres d'onde voisins de celui caractérisant de la fonction sulphyde (S=O) à  $1045\text{ cm}^{-1}$  (Silverstein 1998).

### II.5.d Application de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier à la quantification de la part de le liant d'agrégats d'enrobé dans les solutions

Pour mesurer les concentrations en LAE et LA dans les échantillons de liant en solution, il convient d'étudier le pic non perturbé correspondant à la fonction carboxyle ( $1700\text{ cm}^{-1}$ ). Sur la figure Fig. III-6, une vision dilatée du spectre présenté en figure Fig. III-5, autour de  $1700\text{ cm}^{-1}$ , est proposée. Pour information, le pic des aromatiques ( $1450\text{ cm}^{-1}$ ) ne sera pas utilisé du fait de son évolution irrégulière durant le vieillissement des bitumes (Lamontagne et al. 2001).

Une analyse précise du pic présent à  $1700\text{ cm}^{-1}$  est réalisée. Cette analyse consiste à étudier la relation entre la hauteur de ce pic et la concentration de la solution en liant d'agrégats d'enrobé. Cette analyse permet la mesure de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégats d'enrobé (LAE) dans le liant d'enrobé recyclé (LER) en solution.

Pour chacun des huit échantillons d'enrobé recyclé lixiviés, cette analyse est réalisée en deux étapes successives. La première étape consiste à normaliser mathématiquement les spectres IR pour en permettre la comparaison et la seconde consiste à comparer le pic de la fonction chimique carboxyle de chacune des solutions *Sol\_1* à *Sol\_10*, *Sol\_Im* et *Sol\_LAE* (solution du liant d'agrégats d'enrobé utilisé pour la fabrication des échantillons d'enrobé recyclé). Cette analyse et sa validation sont présentées en Annexe XIX. Son utilisation permet le calcul de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  des solutions préparées à partir des lixiviats des échantillons d'enrobé recyclé. La précision de la méthode de mesure est égale à  $\pm 0,023\text{ g/g}$ . La précision est estimée avec un intervalle de confiance de 95%, à partir de la reproduction de 5 mesures sur 5 solutions de concentration connue.

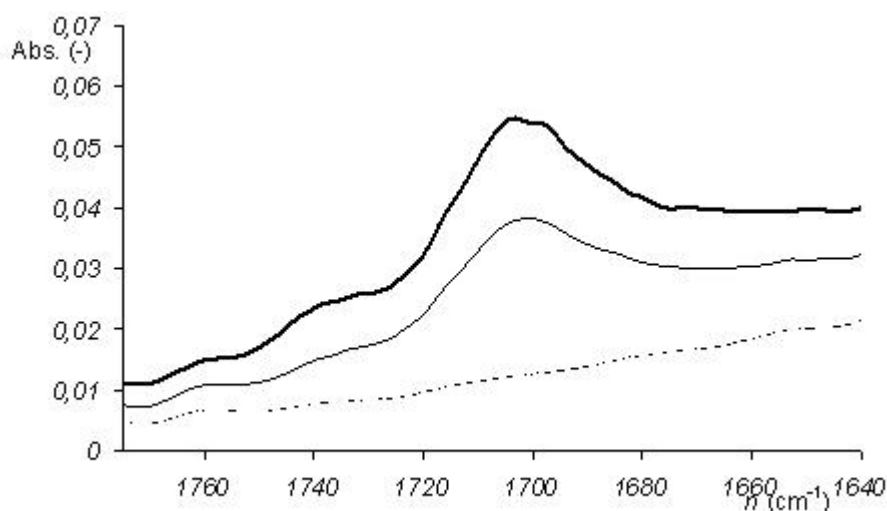


Fig. III-6 : vision dilatée autour du pic correspondant à la fonction carboxyle à  $1700\text{ cm}^{-1}$   
Solution de LA en trait pointillé, solution de LAE en trait gras, solution de LA + LAE en trait fin

### III Exploitation des résultats obtenus par la réalisation de l'essai d'extraction progressive

#### III.1 Comparaison des cinétiques de lixiviation des échantillons d'enrobé recyclé de même composition et dont la méthode de fabrication diffère

##### III.1.a Présentation des figures

Pour les huit échantillons d'enrobé recyclé, la mesure de concentration des solutions  $Sol_1$  à  $Sol_{1m}$  permet d'estimer l'avancée du processus de lixiviation dans le temps. La fraction massique  $F$  de liant lixivié, rapportée à la masse de liant présente dans chaque échantillon d'ER avant sa lixiviation, est représentée sur les figures Fig. III-7 et Fig. III-8 en fonction du temps de lixiviation  $t$  (instant médian de chaque collecte des solutions  $Sol_1$  à  $Sol_{10}$ ).

##### III.1.b Présentation des résultats

Les figures Fig. III-7 et Fig. III-8 ne laissent apparaître aucune influence de la température de fabrication et de la durée de malaxage sur la cinétique de lixiviation. Par contre, comme attendu, l'allure des courbes présentées diffère sensiblement selon la fraction granulométrique des échantillons ; 0/14 mm (Fig. III-7) ou 10/14 mm (Fig. III-8). Les échantillons possédant une plus grande surface spécifique (fraction granulométrique 0/14 mm) se déconstruisent plus rapidement.

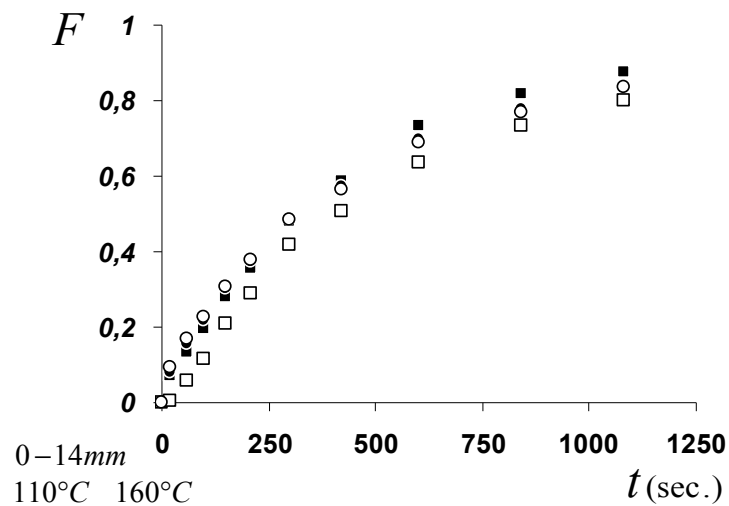


Fig. III-7 : fraction massique  $F$  de liant lixivié en fonction du temps de lixiviation  
 Echantillons  $ER_{110,40}^{0/14}$  (■),  $ER_{110,240}^{0/14}$  (●),  $ER_{160,40}^{0/14}$  (□) et  $ER_{160,240}^{0/14}$  (○)

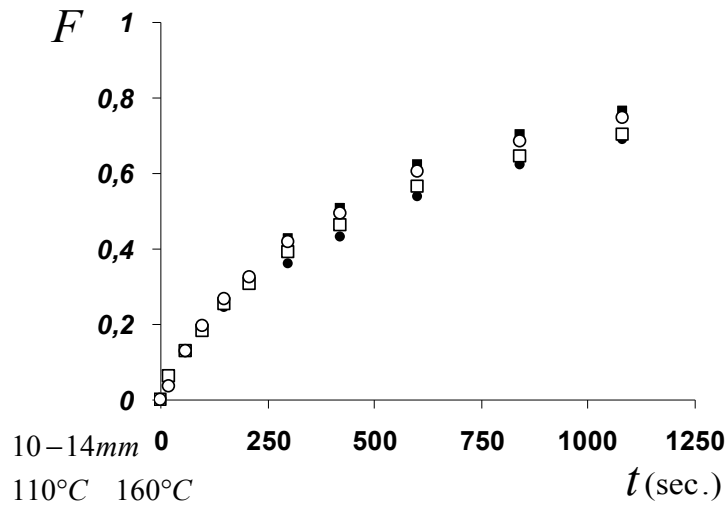


Fig. III-8 : fraction massique  $F$  de liant lixivié en fonction du temps de lixiviation  
 Echantillons  $ER_{110,40}^{10/14}$  (■),  $ER_{110,240}^{10/14}$  (●),  $ER_{160,40}^{10/14}$  (□) et  $ER_{160,240}^{10/14}$  (○)

Le résultat précédent est confirmé par les cinétiques présentées sur les figures Fig. III-9 et Fig. III-10 qui, pour ces mêmes échantillons, présentent la vitesse de collecte du liant ( $\Delta F/\Delta t$ ) en fonction de la fraction massique  $F$  qui quantifie l'avancée de la lixiviation. Ces figures font apparaître une phase transitoire qui correspond à une imbibition de l'échantillon dans son volume par le solvant pulvérisé à sa surface supérieure ( $F < 0,15$ ). Pour des valeurs de l'avancée de la lixiviation  $F > 0,15$ , elles font apparaître une décroissance de la vitesse de récupération  $\Delta F/\Delta t$  plus rapide pour les échantillons possédant une plus faible surface spécifique (fraction granulométrique 10/14 mm – Fig. III-10), que pour ceux possédant une plus grande surface spécifique (fraction granulométrique 0/14 mm – Fig. III-9).

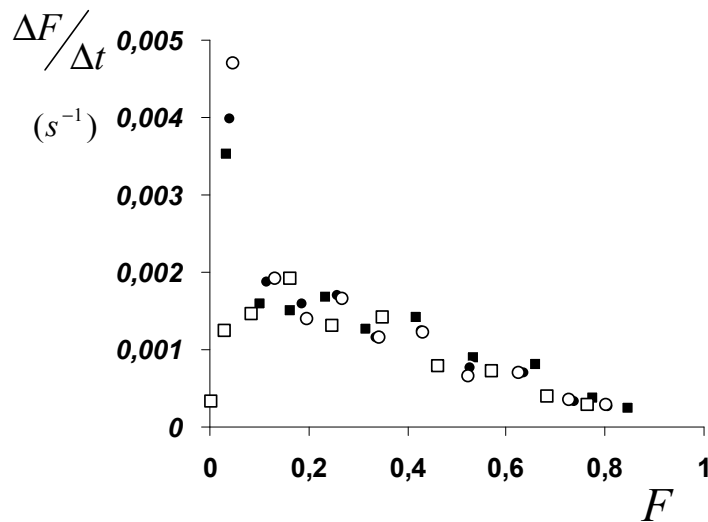


Fig. III-9 : vitesse d'extraction  $\Delta F/\Delta t$  en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié  
 Echantillons  $ER_{110,40}^{0/14}$  (■),  $ER_{110,240}^{0/14}$  (●),  $ER_{160,40}^{0/14}$  (□) et  $ER_{160,240}^{0/14}$  (○)

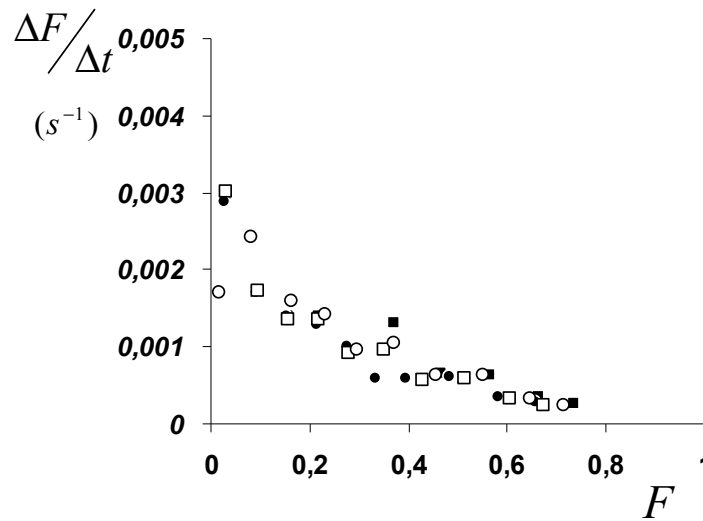


Fig. III-10 : vitesse d'extraction  $\Delta F/\Delta t$  en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié  
 Echantillons  $ER_{110,40}^{10/14}$  (■),  $ER_{110,240}^{10/14}$  (●),  $ER_{160,40}^{10/14}$  (□) et  $ER_{160,240}^{10/14}$  (○)

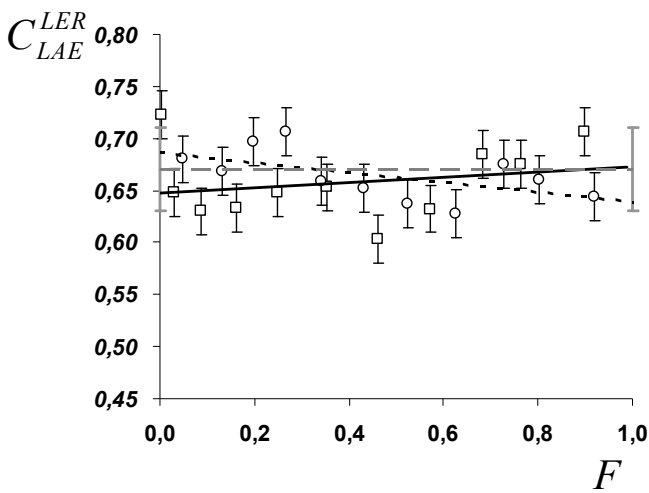
L'analyse des cinétiques de lixiviation présentées permet d'observer un comportement similaire des échantillons de même granulométrie et ceci indépendamment de la température et de la durée de malaxage. Ces analyses valident de plus l'aptitude du dispositif expérimental réalisé à extraire progressivement et de manière régulière et maîtrisée le liant de l'enrobé recyclé.

### III.2 Évolution de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé dans le liant lixivié d'échantillons d'enrobé recyclé de même composition et dont la méthode de fabrication diffère

#### III.2.a Présentation des figures

Les figures Fig. III-11, Fig. III-12, Fig. III-13 et Fig. III-14 présentent la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégat d'enrobés (LAE) dans le liant (LER) lixivié en fonction de fraction massique  $F$  de liant lixivié, ceci pour les huit échantillons d'enrobés recyclés étudiés  $ER_{T_m, t_m}^{d/D}$  correspondant à deux températures  $T_m$  de fabrication (110°C et 160°C), deux durées  $t_m$  de malaxage (40 s et 240 s) et deux fractions granulométriques « d/D » (0/14 mm et 10/14 mm). Chaque courbe présentée correspond à un échantillon d'enrobé et est constituée de onze points correspondant aux onze mesures par spectrométrie IR réalisées sur les solutions  $Sol_i$  ( $i=1, \dots, 10$ ) et  $Sol_{1m}$ .

Les figures Fig. III-11 et Fig. III-12 correspondent aux fractions granulométriques 0/14 mm. Les figures Fig. III-13 et Fig. III-14 correspondent aux fractions 10/14 mm. Les figures Fig. III-11 et Fig. III-13 correspondent à une température de fabrication de 160°C (marqueurs sans remplissage ○ ou □), les figures Fig. III-12 et Fig. III-14 à une température de fabrication de 110°C (marqueurs avec remplissage noir ● ou ■). Chaque figure fait apparaître deux séries de points expérimentaux : l'une correspondant à un temps de malaxage de 40 secondes (marqueurs carrés) et l'autre correspondant à un temps de malaxage de 240 secondes (marqueurs ronds). Des courbes de tendances y sont associées, respectivement en trait continu et en trait pointillé.



□ : échantillon  $ER_{160,40}^{0/14}$

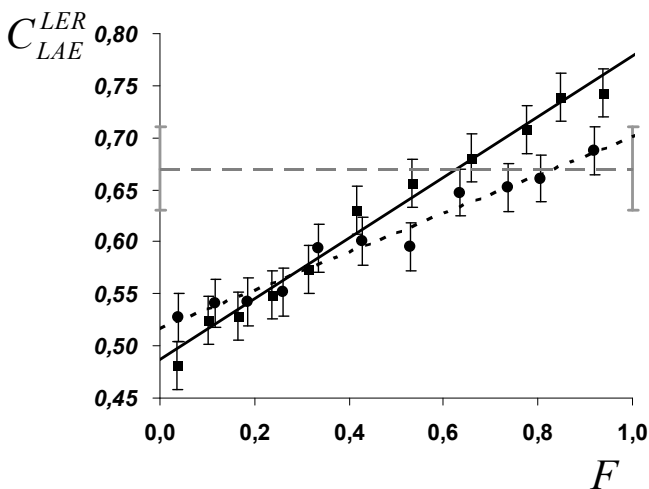
○ : échantillon  $ER_{160,240}^{0/14}$

Trait continu : courbe de tendance linéaire associée aux mesures effectuées sur le  $ER_{160,40}^{0/14}$

Trait pointillé : courbe de tendance linéaire associée aux mesures effectuées sur le  $ER_{160,240}^{0/14}$

Trait pointillé gris : concentration moyenne en liant d'agrégats d'enrobé  $C_{LAE}^{LER}$  dans les échantillons d'enrobé recyclé.

Fig. III-11 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à 160°C de granulométrie 0/14 mm (échantillons  $ER_{160,40}^{0/14}$  et  $ER_{160,240}^{0/14}$ ) : évolution de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié



■ : échantillon  $ER_{110,40}^{0/14}$

● : échantillon  $ER_{110,240}^{0/14}$

Trait continu : courbe de tendance linéaire associée aux mesures effectuées sur le  $ER_{110,40}^{0/14}$

Trait pointillé : courbe de tendance linéaire associée aux mesures effectuées sur le  $ER_{110,240}^{0/14}$

Trait pointillé gris : concentration moyenne en liant d'agrégats d'enrobé  $C_{LAE}^{LER}$  dans les échantillons d'enrobé recyclé.

Fig. III-12 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à 110°C de granulométrie 0/14 mm (échantillons  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$ ) : évolution de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié

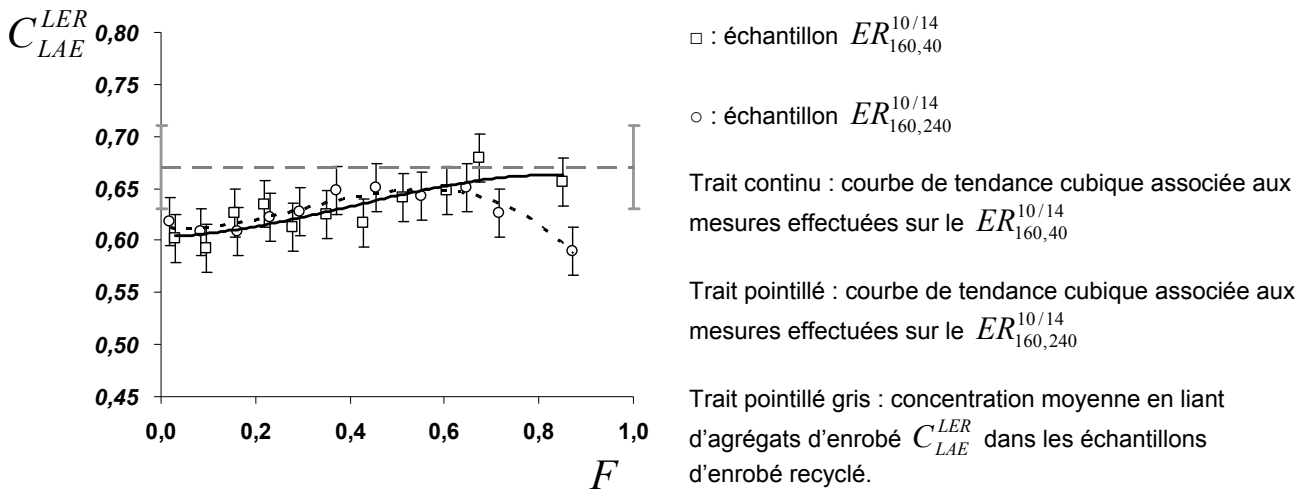


Fig. III-13 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à 160°C de granulométrie 10/14 mm (échantillons  $ER_{160,40}^{10/14}$  et  $ER_{160,240}^{10/14}$ ) : évolution de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié

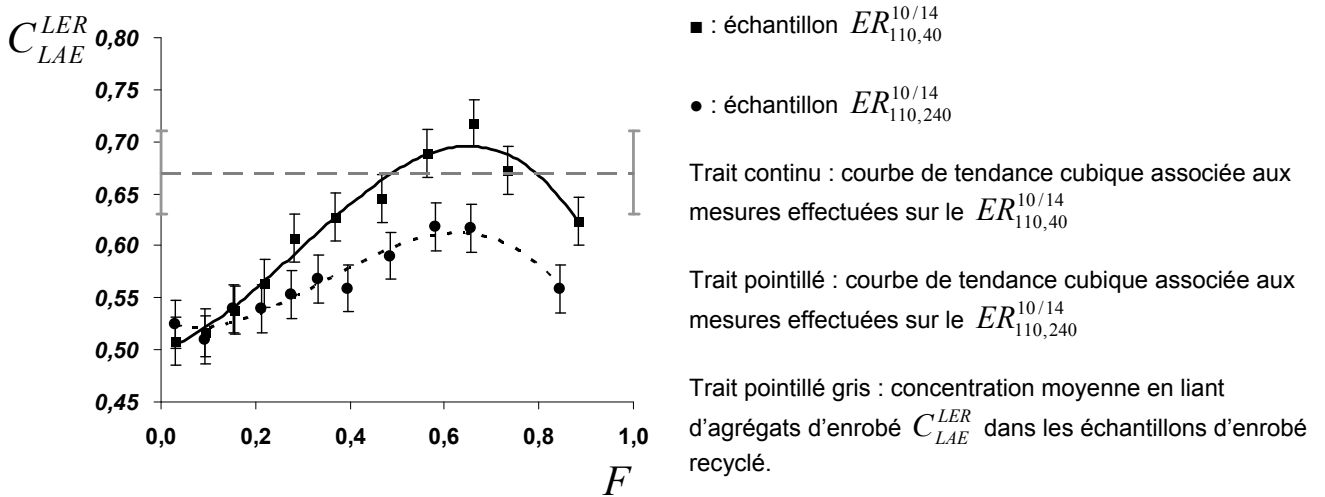


Fig. III-14 : influence de la durée de malaxage sur des enrobés recyclés fabriqués à 110°C de granulométrie 10/14 mm (échantillons  $ER_{110,40}^{10/14}$  et  $ER_{110,240}^{10/14}$ ) : évolution de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégat d'enrobé dans le liant lixivié en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié



### III.2.b Présentation des résultats

Il est important de noter que la formulation des enrobés étudiés correspond à une concentration en liant d'agrégats d'enrobé moyenne  $C_{LAE}^{LER}$  de  $0,67 \pm 0,04$  g/g (Paragraphe II.3). Cette concentration moyenne est représentée par la droite horizontale en pointillé gris située à l'ordonnée 0,67 ; à cette droite sont associées deux barres d'erreur ( $F = 0$  et  $F = 1$ ) précisant l'incertitude de  $\pm 0,04$  g/g provenant de l'incertitude sur la fraction massique ( $C_{LAE}^{AE} = 0,052 \pm 0,002$  g/g) de liant dans les agrégats d'enrobé utilisés pour fabriquer les échantillons d'enrobé recyclés.

#### 1) Présentation des résultats pour les échantillons de granulométrie 0/14 mm

Les valeurs moyennes expérimentales de concentration en liant d'agrégats d'enrobé  $C_{LAE}^{LER}$ , pour les fractions 0/14 mm des quatre enrobés recyclés considérés dans cette étude, ont été calculées par intégration des résultats expérimentaux présentés sur les figures Fig. III-11 et Fig. III-12. Pour les échantillons testés  $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{160,240}^{0/14}$ ,  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$ , celles-ci sont respectivement de 0,66, 0,66, 0,63 et 0,61 g/g. Compte tenu de l'incertitude relevant de l'hétérogénéité des enrobés fabriqués ( $C_{LAE}^{LER} = 0,67 \pm 0,04$  g/g) et de l'incertitude de mesure par spectrométrie de la concentration de LAE dans le LA ( $\pm 0,023$  g/g), les valeurs moyennes expérimentales sont cohérentes avec celle prévue par la fabrication de ces enrobés.

La figure Fig. III-11 fait apparaître que la concentration en liant d'agrégats d'enrobé présente dans le liant lixivié  $C_{LAE}^{LER}$ , pour des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués à 160°C, est a priori quasi-indépendante de l'avancée de la lixiviation et, sur la gamme de durées de malaxage appréhendée, indépendante de cette durée : 40 secondes de malaxage suffisent à obtenir une homogénéité parfaite du liant du ER (nous verrons ultérieurement que ce n'est pas exactement le cas). Cette affirmation est basée sur le fait que, aux erreurs de mesures près, nous considérons les deux courbes de tendance présentées sur cette figure comme étant horizontales ; remarquons ici, que les points de mesures sont parfois légèrement distants de ces courbes de tendance, contrairement aux résultats présentés sur les figures Fig. III-12, Fig. III-13 et Fig. III-14 ; une explication possible sera proposée ultérieurement. Pour conclure, l'analyse des résultats expérimentaux présentés sur la figure Fig. III-11 nous amène à considérer que le liant d'agrégats d'enrobé participe pleinement à l'agglomération des composants minéraux de l'enrobé recyclé. Le liant d'agrégats d'enrobé est parfaitement remobilisé.

La figure Fig. III-12 fait apparaître que la concentration en liant d'agrégats d'enrobé présente dans le liant lixivié  $C_{LAE}^{LER}$ , pour des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués à 110°C, est nettement dépendante de l'avancée de la lixiviation. En début de lixiviation ( $F = 0$ ), les lixiviats analysés contiennent, quelle que soit la durée de malaxage, une proportion de LAE inférieure à celle présente en moyenne dans l'enrobé recyclé. On observe en effet, pour des échantillons correspondant respectivement à 40 s et 240 s de malaxage, des valeurs de concentrations en LAE dans le LER  $C_{LAE}^{LER} = 0,49$  g/g et  $C_{LAE}^{LER} = 0,52$  g/g inférieures à la valeur moyenne prévue  $C_{LAE}^{LER} = 0,67 \pm 0,04$  g/g. En fin de lixiviation ( $F = 1$ ), c'est l'inverse qui est observé : la proportion de LAE

est supérieure à celle présente en moyenne dans l'enrobé recyclé. On observe en effet, pour des échantillons correspondant respectivement à 40 secondes et 240 secondes de malaxage, des valeurs de concentrations en LAE dans le LER  $C_{LAE}^{LER} = 0,78$  g/g et  $C_{LAE}^{LER} = 0,70$  g/g supérieures à la valeur moyenne prévue  $C_{LAE}^{LER} = 0,67 \pm 0,04$  g/g. La figure Fig. III-12 fait aussi apparaître que l'évolution de  $C_{LAE}^{LER}$  dépend de façon sensible de la durée du malaxage. Pour conclure, un malaxage des enrobés recyclés à 110°C ne permet pas d'obtenir un liant d'enrobé recyclé homogène, contrairement à un malaxage à 160°C. De plus, l'hétérogénéité de ce liant est accentuée par la brièveté du temps de malaxage.

Les commentaires des résultats expérimentaux présentés sur les figures Fig. III-11 et Fig. III-12 sont en accord avec les observations réalisées par les auteurs dont les travaux ont été présentés précédemment (Zearley 1979) (S.H. Carpenter et Wolosick 1980) (Bicheron et al. 1992). En effet, les résultats expérimentaux montrent une récupération préférentielle du liant d'apport lors de conditions de fabrication défavorables. Ils montrent de plus la prépondérance de la température de fabrication sur la durée de malaxage indiquant que le malaxage seul ne suffit pas à l'obtention d'un liant d'enrobé recyclé homogène ; la remobilisation du LAE serait principalement dépendante de la température de fabrication.

## 2) Présentation des résultats pour les échantillons de granulométrie 10/14 mm

Les valeurs moyennes expérimentales de concentration en liant d'agrégats d'enrobé  $C_{LAE}^{LER}$ , pour les fractions 10/14 mm des quatre enrobés recyclés considérés dans cette étude, ont été calculées par intégration des résultats expérimentaux présentés sur les figures Fig. III-13 et Fig. III-14. Pour les échantillons testés  $ER_{160,40}^{10/14}$ ,  $ER_{160,240}^{10/14}$ ,  $ER_{110,40}^{10/14}$  et  $ER_{110,240}^{10/14}$ , celles-ci sont respectivement de 0,64, 0,62, 0,62 et 0,56 g/g. Compte tenu de l'incertitude relevant de l'hétérogénéité des enrobés fabriqués ( $\pm 0,04$ ) et des incertitudes de mesure par spectrométrie de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé dans le liant de l'enrobé recyclé  $C_{LAE}^{LER}$  ( $\pm 0,023$  g/g), ces valeurs moyennes expérimentales ne peuvent pas être considérées comme étant différentes de celle prévue par la fabrication de ces enrobés ( $C_{LAE}^{LER} = 0,67$  g/g), excepté pour l'échantillon  $ER_{110,240}^{10/14}$ . Pour cet échantillon, la valeur moyenne de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  est sans ambiguïté inférieure à la valeur attendue de fabrication 0,67. Ceci indique qu'un malaxage de 240 s à la température de 110°C conduit à l'obtention d'une part plus importante de LA dans la fraction 10/14 mm (Fig. III-14) que dans la fraction 0/14 mm (Fig. III-12). Par conservation, la part de LA est donc plus faible dans la fraction 0/10 mm. Une explication de cette observation est proposée par le scénario en 4 étapes suivant :

- Étape 1 : les éléments fins des agrégats d'enrobé (AE), préchauffés à 110°C en amont de la fabrication, s'agglomèrent partiellement entre eux pour former des amas d'AE.
- Étape 2 : ceux-ci adhèrent aux granulats d'apport (GA) durant la phase de pré-mélange de 30 s qui précède l'introduction du LA.
- Étape 3 : dans les premiers instants du malaxage, alors que le LA est introduit dans le processus de fabrication, un liant comportant une proportion de LA supérieure à celle moyenne correspondant à la formulation souhaitée (liant constitué de ce LA et de la partie du LAE

désagrégée des AE) enrobe partiellement les gros granulats (GAE et GA), et favorise ainsi l'adhésion de ces amas d'AE, de telle sorte que, peu de temps après l'introduction du LA, l'échantillon en cours de fabrication est constitué de granulats recouverts d'amas d'AE et de LA.

- Étape 4 : le malaxage a ensuite tendance à désagréger progressivement ces amas d'AE agglutinés aux gros granulats. Dans les échantillons malaxés durant 40 secondes, la présence d'amas d'AE agglomérés aux granulats de fractions granulométriques 10/14 mm est a priori plus marquée que pour des échantillons malaxés pendant 240 secondes.

Cette présence d'amas d'agrégats d'enrobé agglomérés aux granulats de fractions granulométriques 10/14 mm explique le fait que la valeur moyenne de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  pour un enrobé fabriqué à 110°C et malaxé pendant 240 secondes soit inférieure à celle correspondant à un enrobé fabriqué à cette même température mais malaxé seulement 40 secondes. Cette différence d'enrobage a été mise en évidence pour une fabrication à 110°C, mais celle-ci n'existe pas (ou est moins marquée) pour une fabrication à 160°C (Fig. III-13), car à cette température la disparition des amas est facilitée par la température.

La figure Fig. III-13 fait apparaître que la concentration en liant d'agrégats d'enrobé présent dans le liant lixivié  $C_{LAE}^{LER}$ , pour les fractions 10/14 mm des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués à 160°C, dépend de l'avancée de la lixiviation sans dépendre de la durée de malaxage. Pendant une première phase de la lixiviation allant de  $F = 0$  à  $F = 0,65$ , la concentration en LAE dans le LER passe d'une valeur  $C_{LAE}^{LER} = 0,60$  g/g à une valeur  $C_{LAE}^{LER} = 0,65$  g/g. Ainsi, le LER présent dans la fraction 10/14 mm est sensiblement hétérogène pour une fabrication à 160°C.

La figure Fig. III-14 fait apparaître que la concentration en liant d'agrégats d'enrobé présent dans le liant lixivié  $C_{LAE}^{LER}$ , pour les fractions 10/14 mm des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués à 110°C, dépend fortement de l'avancée de la lixiviation et de la durée de malaxage. Pendant une première phase de la lixiviation ( $F = 0$  à  $F = 0,65$ ), la concentration en LAE dans le LER augmente de  $C_{LAE}^{LER} = 0,50$  g/g et  $C_{LAE}^{LER} = 0,70$  g/g pour un enrobé malaxé pendant 40 s, et de  $C_{LAE}^{LER} = 0,50$  g/g et  $C_{LAE}^{LER} = 0,60$  g/g pour un enrobé recyclé malaxé durant 240 s. Ainsi, le LER présent dans la fraction 10/14 mm est caractérisé comme nettement hétérogène pour une fabrication à 110°C.

Sur les deux figures Fig. III-13 et Fig. III-14, la valeur de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  diminue au-delà d'une valeur de fraction massique de liant lixivié  $F = 0,65$  : la fraction de liant d'apport dans le liant d'enrobé recyclé extrait croît sur cette seconde phase de la lixiviation (de  $F = 0,65$  à  $F = 1$ ). Cette observation est d'autant plus marquée que la température de fabrication est faible.

Une explication possible de ce phénomène réside dans la présence accrue de LA sur les gros granulats de l'ER, du fait d'un enrobage préférentiel de ceux-ci dans les premiers instants du malaxage (pénétration du liant

d'apport dans l'épaisseur du granulat). Le scénario d'enrobage proposé précédemment conduit à un désenrobage de l'enrobé recyclé en trois étapes :

- aux instants initiaux de lixiviation ( $F = 0$ ) le liant à fort taux de LA recouvrant les granulats et les amas d'AE est dissous,
- ensuite (de  $F = 0$  à  $F = 0,65$ ), les amas d'AE se réduisent progressivement, augmentant ainsi la valeur de  $C_{LAE}^{LER}$ .
- enfin (de  $F = 0,65$  à  $F = 1$ ), le liant majoritairement constitué de LA ayant initialement enrobé les gros granulats est dissous.

Par ailleurs, notons ici que sur les figures Fig. III-12 et Fig. III-14, au début de la lixiviation ( $F = 0$ ), les valeurs de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  sont toutes identiques (et égales à 0,50 g/g) ; ceci indique que pour une fabrication à 110°C, le liant qui participe à la cohésion (agglomération) de l'enrobé recyclé est constitué d'une proportion de LA et de LAE indépendante de la durée de malaxage : la proportion du LAE désagrégée des AE et mobilisée pour participer à ce liant ne dépend alors que de la température de fabrication.

Enfin, les résultats présentés sur la figure Fig. III-13 (fraction granulométrique 10/14 mm, fabrication à 160°C) amènent à nuancer les commentaires des résultats présentés sur la figure Fig. III-11 (fraction granulométrique 10/14 mm, fabrication à 160°C). En effet, si la figure Fig. III-11 laisse penser que 40 secondes de malaxage suffisent à obtenir une homogénéité parfaite du liant de l'enrobé recyclé pour une fabrication à 160°C, la figure Fig. III-13 montre que tel n'est pas le cas : le liant de l'enrobé recyclé présent sur la fraction granulométrique 10/14 mm est faiblement hétérogène (et en conséquence, il en est de même pour la fraction granulométrique 0/10 mm). Cette faible hétérogénéité de répartition du LA et LAE, à la fois en termes spatial sur chaque granulat et en fonction de taille caractéristique de ceux-ci, est une explication possible des résultats expérimentaux présentés sur la figure Fig. III-11 pour la fraction granulométrique 0/14 mm d'une fabrication à 160°C pour lesquels les points de mesures sont « légèrement » distants de leur courbes de tendance.

En vue d'une application de cette méthode à des enrobés recyclés provenant de centrale de fabrication, nous étudierons par la suite des échantillons d'enrobé recyclé de granulométrie 0/14 mm. La hauteur moyenne, calculée par intégration des résultats expérimentaux, définira alors le pourcentage de recyclage en liant  $C_{LAE}^{LER}$  de l'échantillon étudié.

### **III.2.c   Pente caractéristiques indicatrice du degré de mélange**

Afin de quantifier le degré de mélange des liants LA et LAE, l'évolution de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé durant l'extraction progressive sera mesurée en calculant la pente moyenne  $a \pm \Delta a$  des points expérimentaux correspondant à l'échantillon. Cette pente  $a \pm \Delta a$  résumera ainsi l'évolution de la concentration  $C_{LAE}^{LER}$  en liant d'agrégat d'enrobé (LAE) dans le liant (LER) lixivié en fonction de la fraction massique  $F$  de liant lixivié. Une pente  $a \pm \Delta a$  accentuée caractérisera un liant d'enrobé recyclé non homogène

(à faible degré de mélange) et une pente  $a \pm \Delta a$  nulle caractérisera un liant d'enrobé recyclé homogène (à fort degré de mélange). Le coefficient de la pente  $a \pm \Delta a$  est calculé par régression linéaire au sens des moindres carrés et son incertitude  $\Delta a$  est calculée selon la méthode des pentes extrêmes dont le mode de calcul est précisé en Annexe XXI.

La pente  $a \pm \Delta a$  représentant le degré de mélange d'un échantillon d'enrobé recyclé sera par la suite considérée comme le résultat de l'essai d'extraction progressive.

### III.3 Exploitation de l'essai d'extraction progressive dans le cadre d'un plan d'expériences.

Un plan d'expériences permet d'étudier l'influence de plusieurs paramètres sur les résultats d'un essai. Il a pour principal avantage de permettre de réduire le nombre des essais nécessaires à l'évaluation de l'influence des paramètres sur les résultats d'un essai.

Le plan d'expériences ici mise en œuvre nécessite la fabrication d'une série d'échantillons d'enrobé recyclé identifiés  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  ( $C_{GAE}^{GER}$  précise le pourcentage de recyclage en granulats de l'enrobé recyclé étudié). Ces échantillons diffèrent par leur pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$ , par la température  $T_m$  à laquelle ils ont été fabriqués et par la durée  $t_m$  du malaxage. Ces trois paramètres sont les variables de notre plan d'expériences.

#### III.3.a Résultats des essais d'extraction progressive des échantillons fabriqués pour la réalisation du plan d'expériences

L'exploitation de chaque graphique résultant de la lixiviation des échantillons  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  est réalisée en calculant la pente  $a \pm \Delta a$ . Les pentes calculées sont ensuite exploitées selon la méthode des plans d'expériences : précisément de type Box-Behnken (Annexe XX). Les figures présentant les courbes et les pentes  $a \pm \Delta a$  correspondant aux échantillons  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  sont présentées en Annexe XXI (Annexe XXI-1A à Annexe XXI-13A).

La majorité des courbes de cette annexe (Annexe XXI-1A, 2A, 3A, 4A, 5A, 6A, 7A, 8A, 9A, 10A, 11A et 13A) présentent un artéfact en début de la lixiviation. Cet artéfact se présente sous la forme d'une accentuation anormale de la teneur en liant d'agrégats d'enrobé : accentuation qui se réduit lors de l'augmentation de  $F$  sur une gamme de fraction massique de liant lixivié allant de  $F = 0$  à  $F = 0,2$ .

Il semble que les artéfacts présents sur les courbes en Annexe XXI-1A, 2A, 3A, 4A, 5A, 6A, 7A, 8A, 9A, 10A, 11A et 13A résultent de deux faits : d'une part, de la température de leur fabrication et d'autre part, de la différence de durée entre la fabrication et la réalisation des essais de lixiviation. Il est important de noter que les 13 échantillons présentés en Annexe XXI ont été fabriqués sur une période de 3 mois, puis entreposés 3 mois à la température de 0°C avant la réalisation des essais de lixiviation. La conservation des échantillons à la température de 0°C a été réalisée afin de ralentir le plus possible le phénomène de diffusion des liants (S.H. Carpenter et Wolosick 1980) (Bicheron et al. 1992) pouvant survenir entre la fabrication et la réalisation des

essais de lixiviation. Pour confirmer l'origine de cet artéfact, les numéros indiquant l'ordre de fabrication des échantillons sont précisés dans les légendes associées aux graphiques de l'Annexe XXI.

Afin de pouvoir négliger cet artéfact, une correction a été apportée aux graphiques. Celle-ci consiste à supprimer les deux premiers points de chaque courbe. Les points supprimés correspondent en moyenne à un intervalle de l'ordre de  $0,3F$ . Les courbes après correction et les pentes  $a$  associées sont présentées sur les figures de l'Annexe XXI.

**III.3.b Répétabilité de l'essai d'extraction progressive**

La répétabilité de l'essai d'extraction progressive est déterminée en comparant les résultats obtenus par l'exploitation du plan d'expériences avec les résultats des lixiviations présentés précédemment sur les figures Fig. III-11 et Fig. III-12. Pour cela, une correction, des figures Fig. III-11 et Fig. III-12, identique à celle réalisée sur les figures de l'Annexe XXI est nécessaire.

Pour les besoins de la comparaison permettant de déterminer la répétabilité de l'essai de lixiviation, une partie des résultats du plan d'expériences est utilisée. Cependant, les graphiques ne peuvent être discutés avant de connaître la répétabilité de l'essai.

- 1) Correction des graphiques correspondant aux échantillons  $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{160,240}^{0/14}$ ,  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$

Une correction identique à celle réalisée sur les figures de l'Annexe XXI est apportée aux figures Fig. III-11 et Fig. III-12. De même que précédemment, les points de l'intervalle allant de 0 à  $0,3F$  sont supprimés. Les courbes résultantes sont présentées sur les figures Fig. III-15 et Fig. III-16 et les pentes  $a \pm \Delta a$  correspondantes ont été calculées

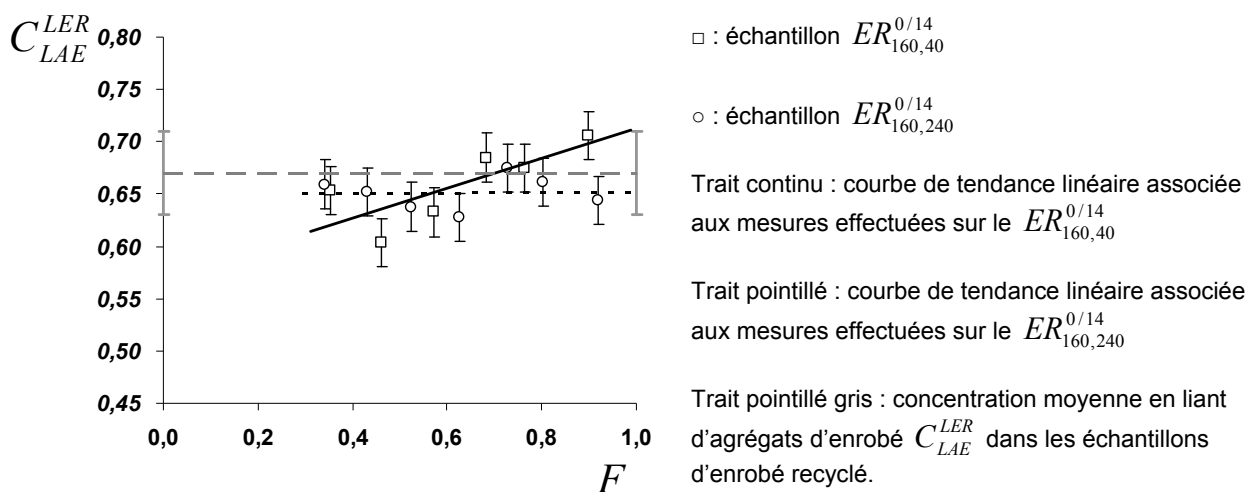


Fig. III-15 : correction du graphique présenté précédemment en figure Fig. III-11

Contrairement à ce qu'indiquait précédemment la figure Fig. III-11, le liant de l'échantillon  $ER_{160,40}^{0/14}$  (Fig. III-15) n'est pas homogène. La courbe corrigée correspondant à cet échantillon présente une pente égale à  $0,14 \pm 0,07$  alors que la courbe avant la suppression des points entre  $F = 0$  et  $F = 0,3$  (Fig. III-11) présentait une pente égale à  $0 \pm 0,05$ . La pente de l'échantillon  $ER_{160,240}^{0/14}$  ne varie pas et reste égale à  $0,00 \pm 0,05$ .

Concernant les pentes des courbes correspondant aux échantillons  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$  (Fig. III-16), celles-ci restent identiques et respectivement égales à  $0,26 \pm 0,08$  et  $0,17 \pm 0,07$

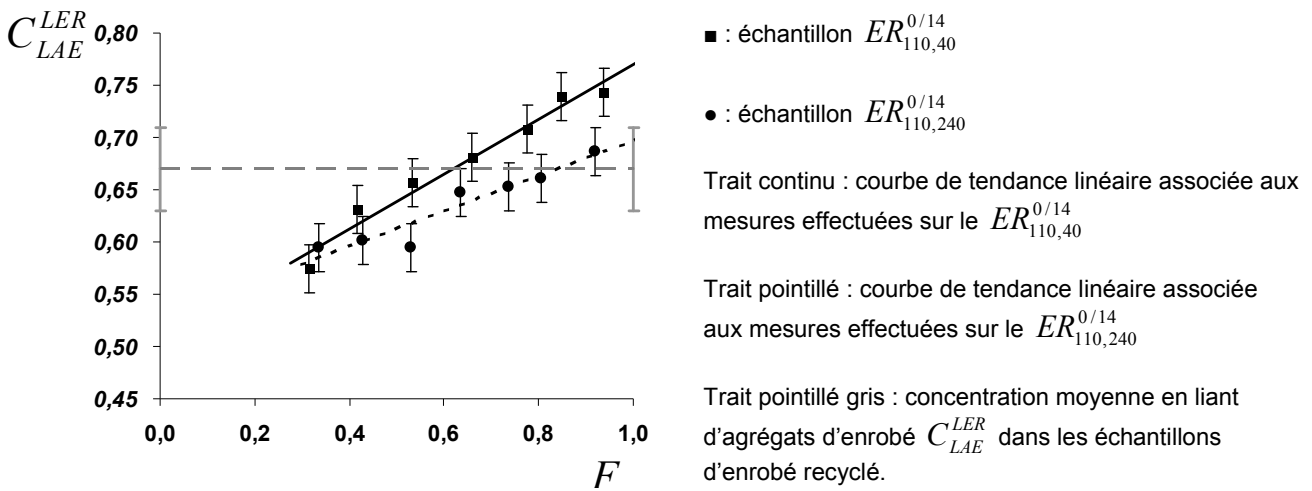


Fig. III-16 : correction du graphique présenté précédemment en figure Fig. III-12

2) Comparaison des résultats du plan d'expériences et des résultats de la lixiviation des échantillons  $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{160,240}^{0/14}$ ,  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$

Les valeurs numériques des 13 pentes associées aux figures de l'Annexe XXI sont utilisées pour réaliser le calcul du plan d'expériences. Le calcul du plan d'expériences présenté est réalisé au moyen du logiciel JMP 5.1 / SAS.

Les résultats du plan d'expériences se présentent sous la forme des trois graphiques présentés sur les figures Annexe XXII-A, Annexe XXII-B et Annexe XXII-C. Ces graphiques montrent la dépendance de la pente  $a$  caractérisant un échantillon  $ER_{T_m, t_m}^{GER}$  vis-à-vis de la température de fabrication  $T_m$  et du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$ . Les figures Annexe XXII-A, Annexe XXII-B et Annexe XXII-C présentent respectivement cette dépendance pour des durées  $t_m$  de malaxage de 40 s, 140 s et 240 s. Ces graphiques seront discutés après avoir déterminé la répétabilité de l'essai de lixiviation.

L'exploitation des figures résultant de la réalisation du plan d'expériences permet de déterminer les pentes correspondantes aux échantillons  $ER_{160,240}^{70}$ ,  $ER_{160,40}^{70}$ ,  $ER_{160,240}^{70}$  et  $ER_{160,40}^{70}$ . Celles-ci sont présentées dans le tableau Tab. III-2 qui compare les pentes déterminées au moyen du plan d'expériences et les pentes mesurées

sur les figures Fig. III-15 et Fig. III-16 à partir de la réalisation des essais de lixiviation précédant. En référence aux valeurs des pentes des échantillons  $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{160,240}^{0/14}$ ,  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$ , la comparaison est réalisée en séparant les échantillons dont les degrés de mélange mesurés sont nettement distincts, des échantillons dont les degrés de mélange mesurés sont intermédiaires.

Pentes a obtenues lors de la lixiviation des échantillons		Pentes a obtenues par l'exploitation du plan d'expériences	
$ER_{160,40}^{0/14}$	0,14 ± 0,07	$ER_{160,40}^{70}$	0,21 ± 0,03
$ER_{160,240}^{0/14}$	0,00 ± 0,05	$ER_{160,240}^{70}$	0,00 ± 0,03
$ER_{110,40}^{0/14}$	0,26 ± 0,08	$ER_{110,40}^{70}$	0,30 ± 0,03
$ER_{110,240}^{0/14}$	0,17 ± 0,07	$ER_{110,240}^{70}$	0,07 ± 0,03

Tab. III-2 : comparaison des pentes obtenues lors de la lixiviation et des pentes obtenues par l'exploitation du plan d'expériences

- Cas des échantillons dont les degrés de mélange sont nettement distincts :  $ER_{160,240}^{0/14}$ ,  $ER_{110,40}^{0/14}$  et  $ER_{160,240}^{70}$ ,  $ER_{110,40}^{70}$

Les pentes mesurées correspondantes aux échantillons  $ER_{160,240}^{0/14}$  et  $ER_{110,40}^{0/14}$  (0,00 ± 0,05 et 0,26 ± 0,08) - cf. Fig. III-15 et Fig. III-16 - et les pentes, déterminées au moyen du plan d'expériences, des échantillons  $ER_{160,240}^{70}$  et  $ER_{110,40}^{70}$  (0,00 ± 0,03 et 0,30 ± 0,03) - Annexe XXII-A, Annexe XXII-B et Annexe XXII-C - ont des domaines de validité qui se correspondent. Cette correspondance montre l'aptitude de l'essai de lixiviation à caractériser de manière répétable des échantillons dont les degrés de mélange sont nettement distincts : homogène ou hétérogène.

- Cas des échantillons dont les degrés de mélange sont intermédiaire :  $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{110,240}^{0/14}$  et  $ER_{160,40}^{70}$ ,  $ER_{110,240}^{70}$

Les pentes mesurées correspondantes aux échantillons  $ER_{160,40}^{0/14}$  et  $ER_{110,240}^{0/14}$  (0,14 ± 0,07 et 0,17 ± 0,07) - cf. Fig. III-15 et Fig. III-16 - et les pentes, déterminées au moyen du plan d'expériences, des échantillons  $ER_{160,40}^{70}$  et  $ER_{110,240}^{70}$  (0,21 ± 0,03 et 0,07 ± 0,03) - Annexe XXII-A et Annexe XXII-C - ont des domaines de validité qui ne se correspondent pas. Cette absence de correspondance montre la difficulté de l'essai à caractériser de manière répétable des échantillons dont le degré de mélange est intermédiaire. Elle conduit à un écart de pente de 0,07 entre le couple d'échantillons ( $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{160,40}^{70}$ ) et un écart de pente de 0,10 entre le couple d'échantillons ( $ER_{110,240}^{0/14}$ ,  $ER_{110,240}^{70}$ ).



### 3) Évaluation de la répétabilité

Au regard des écarts de pentes observés, il est nécessaire de calculer la répétabilité de l'essai. Pour cela, les cas présentés dans le tableau Tab. III-2 sont regroupés en fonction de la valeur des pentes, selon les trois degrés de mélange : homogène, intermédiaire et hétérogène. Le calcul des pentes moyennes pour les trois cas considérés permet d'obtenir la pente moyenne  $\bar{a}$  dont la valeur est égale à : 0 pour le cas homogène, 0,28 pour le cas hétérogène et 0,14 pour le cas d'homogénéité intermédiaire.

La répétabilité est calculée à partir des pentes et des incertitudes présentées dans le tableau Tab. III-2. Elle est calculée avec une incertitude estimée avec un facteur d'élargissement égal à 2 (élargissement à 95%). La répétabilité de l'essai de lixiviation est donc égale à :  $\pm 0,04$  pour le cas homogène, égale à  $\pm 0,11$  pour le cas hétérogène et égale à  $\pm 0,06$  pour le cas d'homogénéité intermédiaire.

En tenant compte de l'incertitude des cas homogène, intermédiaire et hétérogène présentés et de leur valeur moyenne, il est possible de préciser les gammes de valeur de pente  $a$  auquel chaque cas correspond. Cette correspondance est présentée sur le graphique Fig. III-17.

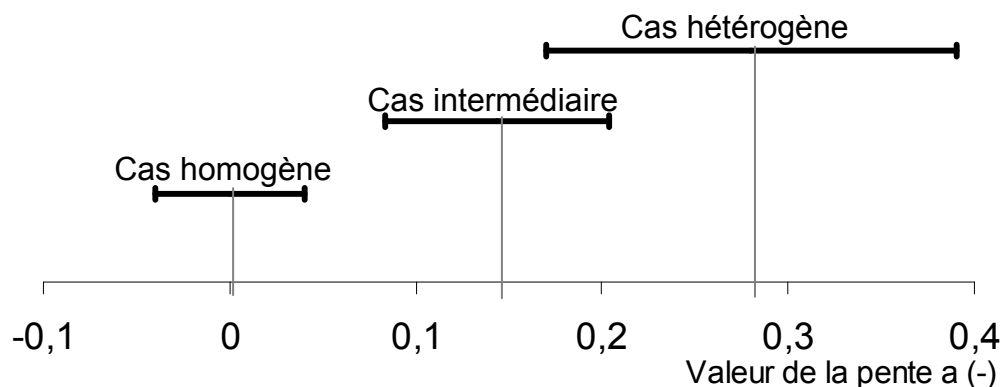


Fig. III-17 : correspondance entre le degré de mélange et la gamme de valeur de la pente  $a$

En complément du calcul de répétabilité présenté, la reproductibilité a été évaluée par la réalisation de trois essais de lixiviation sur l'échantillon  $ER_{135,240}^{70}$ , par un opérateur différent et en suivant la même procédure. Ces essais indiquent que la reproductibilité de l'essai est de  $\pm 0,07$  pour un échantillon caractérisé par une pente de 0,03. Ce résultat est compatible avec le résultat précédent.

Au regard des incertitudes de mesure, l'essai d'extraction progressive présenté peut être utilisé pour qualifier le degré de mélange d'un échantillon d'enrobé recyclé. Il est ainsi possible de définir trois gammes de valeur de la pente  $a$  auxquelles correspondent trois degrés de mélange. La gamme de variation de la pente  $a$ , de  $a = 0$  à  $a = 0,3$  peut être divisée en trois parties. La gamme identifiée  $QR_1$  et allant de  $a = 0$  à  $a = 0,1$  qualifie au regard des mesures et de leurs incertitudes une bonne remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé ; un fort degré de mélange. La gamme identifiée  $QR_3$  allant de  $a = 0,2$  à  $a = 0,3$  qualifie une mauvaise remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé ; un faible degré de mélange. La gamme intermédiaire  $QR_2$  allant de  $a = 0,1$  à  $a = 0,2$  qualifie une remobilisation intermédiaire.

### **III.3.c Présentation des graphiques résultants de la réalisation du plan d'expériences**

Les graphiques Fig. Annexe XXII-A, Fig. Annexe XXII-B et Fig. Annexe XXII-C présentent les résultats obtenus par l'exploitation du plan d'expériences et doivent être étudiés au regard des incertitudes de mesure évoquées précédemment.

Les graphiques obtenus par l'exploitation du plan d'expériences montrent comme attendu que la pente ne dépend pas de la durée de malaxage pour un faible taux de recyclage et une forte température de fabrication. Pour une température de fabrication de 160°C, entre 40 s et 140 s de malaxage, la pente devient significativement indépendante du taux de recyclage et traduit une bonne remobilisation du liant d'agrégat d'enrobé. De même que lors de l'étude des échantillons  $ER_{160,240}^{0/14}$ ,  $ER_{160,40}^{0/14}$ ,  $ER_{160,240}^{0/14}$  et  $ER_{160,40}^{0/14}$ , la température apparaît être un frein significatif à la remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé car la pente ne s'annule jamais pour les températures inférieures à 130°C.

Il faut de plus noter que le dispositif expérimental, contrairement à ce que l'on aurait naturellement supposé, caractérise une hétérogénéité du liant de l'enrobé recyclé pour un faible taux de recyclage (20%) et pour des températures inférieures à 130°C, indépendamment de la durée du malaxage.

En tenant compte de la répétabilité de l'essai et des trois degrés de mélange (QR<sub>1</sub>, QR<sub>2</sub> et QR<sub>3</sub>) précédemment définis, les figures présentées en Annexe XXII permettent de préciser l'influence des paramètres sur le degré d'homogénéité mesuré. Pour une durée de malaxage de 40 s, les fabrications réalisées à une température inférieure à 130°C ou pour des taux de recyclage supérieur à 45 % se caractérisent par un degré de mélange QR<sub>3</sub>. Pour une durée de malaxage de 140 s, les fabrications inférieures à 130°C ou pour des taux de recyclage supérieurs à 45 % se caractérisent essentiellement par un degré de mélange QR<sub>2</sub>. Pour une durée de malaxage de 240 s, les fabrications réalisées à une température inférieure à 130°C se caractérisent essentiellement par un degré de mélange QR<sub>2</sub>.

### **III.4 Première application industrielle du dispositif d'extraction progressive à la caractérisation d'enrobés recyclés fabriqués à chaud en centrale**

Dans le cadre d'une première utilisation industrielle du dispositif d'extraction progressive, des échantillons fabriqués en centrale ont été étudiés. L'Annexe XXIII présente les résultats de l'analyse d'échantillons d'enrobé recyclé à des taux de 40% et 50%. Les échantillons étudiés d'enrobé recyclé à chaud présentent des pentes appartenant à la gamme QR<sub>1</sub>. Dans les résultats présentés, il est important de noter que l'oxydation des liants bitumineux est supérieure lors d'une fabrication en centrale par rapport à celle survenant en laboratoire. Celle-ci se traduit par la présence d'un artefact important aux premiers instants de la lixiviation et une augmentation de la valeur moyenne expérimentale calculée par intégration des résultats expérimentaux présentés.

## **IV Conclusion**

Un dispositif d'extraction progressive par lixiviation du liant d'un enrobé recyclé a été développé. Celui-ci permet un échantillonnage progressif du liant lixivié. La lixiviation est réalisée en pulvérisant un solvant sur l'échantillon. Associée à ce dispositif, une méthode de mesure par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier de la concentration en liant d'agrégat d'enrobé a été proposée et validée par des mesures effectuées sur des solutions élaborées en laboratoire par dilution de solutions mères. Le dispositif et la méthode associée ont ensuite été utilisées pour caractériser des échantillons d'enrobés recyclés fabriqués en laboratoire.

L'analyse des résultats obtenus a permis de mettre en évidence l'influence du malaxage et de la température sur l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé. L'influence de la température de fabrication a été identifiée dans un premier temps comme étant le principal facteur de l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé. Dans second temps, l'importance de la durée de malaxage s'est confirmée, tout en ne conduisant cependant jamais pour des températures de fabrication inférieures à 130°C à un liant d'enrobé recyclé homogène.

Les observations microscopiques présentées dans le Chapitre II, ont permis de révéler l'existence d'amas d'agrégats d'enrobé au sein d'un enrobé recyclé fabriqué à 110°C. Le dispositif et la méthode présentés ici en permettent la détection. Des amas sont aussi identifiés au sein d'échantillons d'enrobés recyclés fabriqués à 160°C, mais pour des durées de malaxage courte. L'étude d'échantillons fabriqués en centrale montrent qu'une fabrication industrielle réalisée à 160°C conduit à un liant d'enrobé recyclé homogène, indépendamment de l'outil utilisé pour réaliser la fabrication.

# **CHAPITRE IV**

## **INFLUENCE DU DEGRÉ DE MÉLANGE SUR LES PERFORMANCES MÉCANIQUES DES ENROBÉS RECYCLÉS**



## **I Introduction**

L'objet de ce chapitre est de mesurer l'influence du degré de mélange sur les caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés contenant entre 20% et 70% d'agrégats d'enrobé. De la même manière que dans les chapitre II et III, différents degré de mélange seront obtenus en modifiant la durée de malaxage et la température de fabrication des enrobés bitumineux recyclés.

Le type d'enrobé bitumineux choisi pour la réalisation de cette campagne d'essai est un BBME 0/10. Les caractéristiques mécaniques considérées dans cette étude sont l'orniérage (*Om.*), le module en traction directe à 15°C et 10 Hz (*TD15*) et à 10°C et 10 Hz (*TD10*) ainsi que la résistance à la fatigue mesurée à 10°C et 25 Hz (*Fat.*).

Afin de réduire le nombre d'essais expérimentaux nécessaires à cette étude, la méthode des plans d'expériences est utilisée. Cette méthode expérimentale implique une étape de préparation des matériaux utilisés : granulats, agrégats d'enrobé et liant d'apport qui permet de garantir que les enrobés étudiés possèdent une courbe granulométrique et une teneur en liant indépendante du taux de recyclage. Ce point est essentiel à la comparaison des caractéristiques mécaniques mesurées en fonction du taux de recyclage.

L'hypothèse de formulation utilisée ici suppose une remobilisation totale du liant des agrégats d'enrobé. Cette supposition résulte des obligations normatives en vigueur. Elle permet de plus, en étudiant des enrobés de composition identique, de mesurer l'influence de l'hypothèse de remobilisation totale sur les caractéristiques mécaniques. Cette hypothèse a conduit à la fabrication de liants d'apport de grade différent pour chaque taux de recyclage (20%, 45% et 70%) et ajustés afin que la pénétrabilité résultante soit indépendante du taux de recyclage. De plus, le liant d'apport a été choisi afin que lors de l'étape de fabrication en laboratoire son vieillissement soit suffisamment réduit pour ne pas influencer sur les caractéristiques mécaniques mesurées.

Après la phase de description de la procédure suivie pour la détermination de la composition et la préparation des matériaux utilisés, les résultats des essais sont présentés et comparés à teneur en vide identique. Cette teneur en vide identique est partiellement obtenue expérimentalement en ajustant l'énergie de compactage lors de la mise en forme des éprouvettes et mathématiquement en utilisant les facteurs de correction précisés en bibliographie. Ces deux actions d'ajustement de la teneur en vide sont nécessaires et se complètent : l'ajustement expérimental de l'énergie de compactage permet d'approcher une même teneur en vide pour l'ensemble des éprouvettes fabriquées et donc par conséquent de réduire l'importance de l'ajustement mathématique des caractéristiques mécaniques mesurées.

## **II Présentation des paramètres étudiés et du plan d'expériences mise en œuvre**

### **II.1 Les plans d'expériences**

L'utilisation de la théorie des plans d'expériences permet de réduire de manière non négligeable le nombre des essais nécessaires. Dans notre cas, le nombre des essais a été rapporté de 27 à 13. Le principe de la

méthode des plans d'expériences est présenté en Annexe XX avec l'aimable autorisation de Jacques GOUPY (Goupy 2006).

Le plan d'expériences utilisé est un plan fractionnaire de type BOX-BEHNKEN ( $2^{3-1}$ ), il permet de caractériser l'évolution d'une grandeur en fonction de 3 paramètres. Pour cela, les points expérimentaux devant être caractérisés sont en partie fixés par le plan d'expériences. L'expérimentateur choisit les paramètres à considérer, ainsi que la gamme de valeur sur laquelle chaque paramètre évolue : une valeur minimale et une valeur maximale. La théorie des plans d'expériences impose que le point médian de cette gamme soit un point à caractériser. Les trois points médians de chaque paramètre définissent le centre du domaine expérimental d'étude.

## **II.2 Gamme de variation des paramètres considérés**

Dans le cas présent, nous avons choisi de mesurer l'influence du pourcentage de recyclage, de la température de fabrication et de la durée de malaxage sur les performances mécaniques des enrobés afin de mesurer l'influence du taux de recyclage sur les propriétés mécaniques tout en reproduisant en laboratoire l'évolution des conditions de fabrication.

### ***II.2.a Pourcentage de recyclage***

La gamme de pourcentage a été choisie pour couvrir une gamme allant du cas du recyclage à faible taux (20%) réalisable communément avec la plupart des centrales existantes (avec plus ou moins de modifications) au cas du recyclage à fort taux (70%) qui correspond à la capacité maximale de recyclage à chaud des centrales de type doubles tambours dédiées à la fabrication d'enrobés recyclés à fort taux.

Le choix de ces deux valeurs, maximale et minimale, impose un point intermédiaire à 45% de recyclé correspondant au taux de recyclage des centrales à brûleur déporté.

### ***II.2.b Température de fabrication***

Nous utiliserons un liant de type 35/50 pour les fabrications à 20% d'agrégats d'enrobé, la température maximale est donc fixée à 160°C. Cette température est la température de fabrication maximale que l'on peut atteindre en laboratoire pour un taux de 70% de recyclage en chauffant les agrégats d'enrobé à 110°C et en conservant une température des granulats d'apport compatible avec leur manipulation en laboratoire (300°C) (Éq. I-4). La température minimale est choisie égale à 110°C afin que les granulats d'apport ne transfèrent pas de chaleur aux agrégats d'enrobé préchauffés à 110°C. Cette température minimale représente le cas de remobilisation minimale du liant d'agrégats d'enrobé ; non nulle car les agrégats d'enrobé sont préchauffés à 110°C. Le choix de ces deux valeurs, maximale et minimale, impose un point intermédiaire à 135°C qui est une température proche de la température de fabrication des enrobés dits tièdes.

### ***II.2.c Durée de malaxage***

La norme encadrant le malaxage en laboratoire (NF EN 12697-35 2007) stipule que la durée maximale de malaxage des constituants est de 3 minutes lors de la fabrication d'un enrobé sans agrégats d'enrobé et de 5

minutes si des agrégats d'enrobé sont utilisés. Une valeur intermédiaire de 4 minutes a été choisie comme valeur maximale de la durée de malaxage. La durée nécessaire à l'enrobage des constituants a expérimentalement été choisie comme valeur minimale. Le cas choisi pour réaliser cet essai est celui de la fabrication d'un enrobé à 20% de recyclage et fabriqué à 110°C supposé être le cas représentant l'enrobage de plus difficile principalement du fait d'une forte présence de fines et de la viscosité à 110°C d'un bitume de grade 35/50. Deux photographies présentent le degré d'enrobage à 30 s et 40 s (Fig. IV-1). La valeur minimale de la durée de malaxage a été choisie égale à 40 s. Le choix de ces deux valeurs, maximale et minimale, impose une durée intermédiaire de malaxage égale à 2 min 20 s.



30 s de malaxage



40 s de malaxage

Fig. IV-1 : comparaison du degré d'enrobage d'un enrobé entre 30 s et 40 s de malaxage

### II.3 Présentation des points expérimentaux du plan d'expériences mise en œuvre

Les points expérimentaux devant être étudiés pour la réalisation du plan d'expériences sont présentés sur la figure Fig. IV-2. Par la suite, la nomenclature  $ER_{T_m t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  désignera un enrobé recyclé fabriqué avec un taux de recyclage en granulats égal à  $C_{GAE}^{GER}$  (%), à la température de malaxage  $T_m$  (°C) et malaxé pendant la durée de malaxage  $t_m$  (s).

Le modèle mathématique postulé lors de l'utilisation d'un plan de type BOX-BEHNKEN est un modèle du second degré. La forme de ce modèle est présentée dans l'équation Éq. IV-1 présentant la forme de la réponse  $y$  en fonctions des variables  $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$ .

$$y(x_1, x_2, x_3) = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + a_3 \cdot x_3 \\ + a_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 + a_{13} \cdot x_1 \cdot x_3 + a_{23} \cdot x_2 \cdot x_3 \\ + a_{11} \cdot x_1^2 + a_{22} \cdot x_2^2 + a_{33} \cdot x_3^2 + e$$

Éq. IV-1

Les valeurs des coefficients  $a_i$  et du résidu  $e$  de l'équation sont les inconnues qui sont déterminées par la résolution d'un système de 13 équations obtenues grâce à l'ensemble des points expérimentaux réalisés durant la réalisation du plan BOX-BEHNKEN.



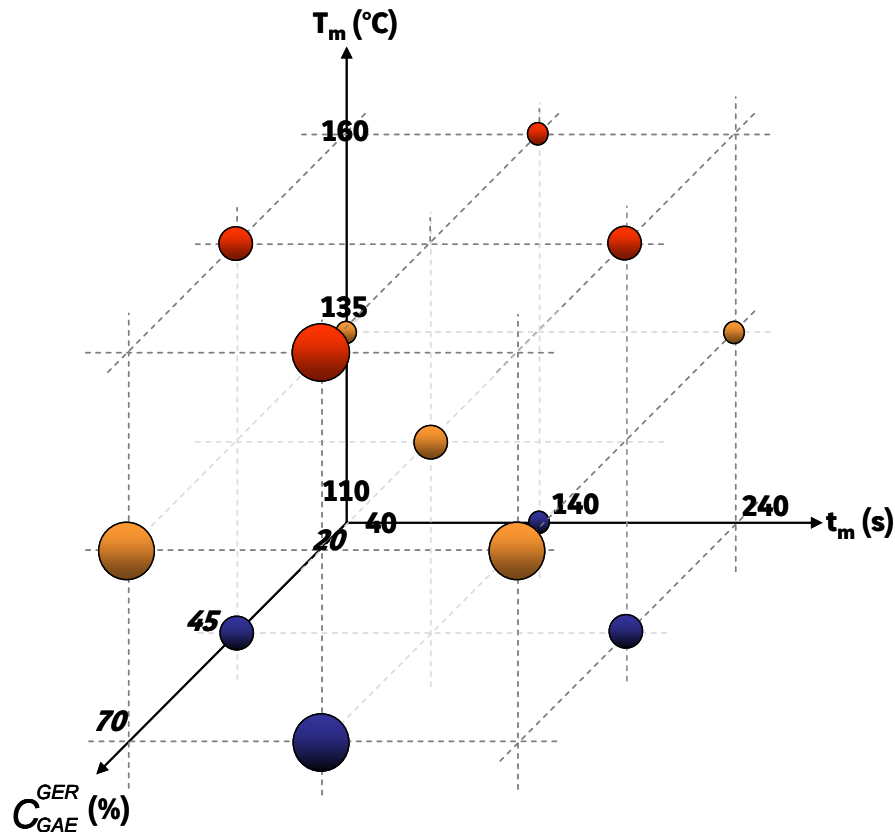


Fig. IV-2 : présentation des points expérimentaux du plan d'expériences BOX-BEHNKEN

### **III Composition de l'enrobé recyclé étudié**

La formule étudiée est de type BBME 0/10. Ce béton bitumineux à module élevé de granulométrie 0/10 mm peut être utilisé en couche de roulement et en couche de liaison. Il est choisi pour ses performances intermédiaires à celles d'un béton bitumineux semi-grenu (BBSG) et d'un enrobé à module élevé (EME).

Les caractéristiques de la formule sont fixées afin de respecter une formule « moyenne » en référence au « Manuel LCPC d'aide à la formulation des enrobés à chaud » (Delorme 2007). Un tableau récapitulatif comparant les compositions utilisées en fonctions du taux de recyclage est présenté en Annexe XXVI

#### **III.1 Teneur en liant de l'enrobé recyclé étudié**

La teneur en liant de l'enrobé a été fixée à 5,4 %. Cette teneur en liant est supérieure de 0,1% à la valeur conseillée par le guide de formulation des enrobés (5,3 %) dans le cas de l'utilisation de granulats dont la masse volumique est de  $2,75 \text{ g.cm}^{-3}$  (Delorme 2007).

#### **III.2 Courbe granulométrique de l'enrobé recyclé étudié**

La courbe granulométrique résulte de l'addition de trois fractions granulaires d'apport GA 0/2 mm, 2/6 mm et 6/10 mm, de trois fractions granulaires de granulats d'agrégats d'enrobé GAE 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm (dont la désignation est héritée de leur fraction d'agrégats d'enrobé d'origine) et d'un filler calcaire. Les résultats de ces mesures sont présentés en Annexe XXV. Afin d'obtenir des agrégats d'enrobé réguliers, ceux-ci ont été

homogénéisés durant la phase de division de l'agrégat d'enrobé 0/10 mm en trois fractions, selon la méthode présentée en Annexe XXVIII.

### **III.2.a Détermination des combinaisons des fractions granulaires satisfaisant une courbe granulométrique choisie**

Dans un premier temps, l'ensemble des courbes pouvant être obtenues en combinant les trois fractions d'apport, les trois fractions d'agrégats d'enrobé et le filler calcaire a été calculé au moyen d'un programme informatique. Durant l'exécution du calcul, des compositions granulaires ont été sélectionnées selon les critères suivants :

- les formules sélectionnées doivent être à un taux de recyclage en granulat  $C_{LAE}^{LER}$  de 20%, 45% ou 70% ( $\pm 2\%$ ). Ce critère permet de ne sélectionner que les formules utiles à l'étude,
- les formules doivent avoir un module de richesse égal à 3,5. Ce module de richesse est une valeur moyenne visée lors de la formulation des BBME,
- le passant à 63  $\mu\text{m}$  doit être compris entre 7,9 % et 8,1 %,
- le passant à 250  $\mu\text{m}$  doit être compris entre 12 % et 14 %,
- le passant à 2 mm doit être compris entre 34 % et 36 %,
- et le passant à 6,3 mm doit être compris entre 66 % et 68 %.

Il faut noter que le fait de fixer un pourcentage de passant au tamis à 2 mm compris entre 34 % et 36 % induit invariablement dans le cas du recyclage à 70 % un passant à 63  $\mu\text{m}$  d'environ 8%. Cette teneur en fines est causée par les fractions d'agrégats d'enrobé qui, comparativement aux fractions de granulat d'apport, comportent une forte proportion massique de fines (Annexe XXV).

### **III.2.b Sélection des combinaisons proposées**

Dans un second temps, les proportions massiques permettant de remplir les conditions précédentes sont sélectionnées afin que la transition entre la formule à 20 % de recyclage à celle à 70 % de recyclage soit progressive. Les compositions massiques choisies sont présentées en Annexe XXVI . Les courbes granulométriques résultantes sont indépendantes du taux de recyclage. Elles sont présentées sur la figure Fig. IV-3.

La transition progressive entre la formule à 20 % de recyclage et à 70 % de recyclage se traduit dans la part de granulat recyclés dont le squelette granulaire de l'enrobé recyclé est composé. La figure Fig. IV-4 présente l'évolution de la part de granulats d'agrégats d'enrobé au sein du squelette granulaire de l'enrobé recyclé pour les taux de recyclage considérés. Cette figure montre clairement que, pour un fort taux de recyclage, la totalité des particules dont la dimension est inférieure à 63  $\mu\text{m}$  est apportée par les agrégats d'enrobé.

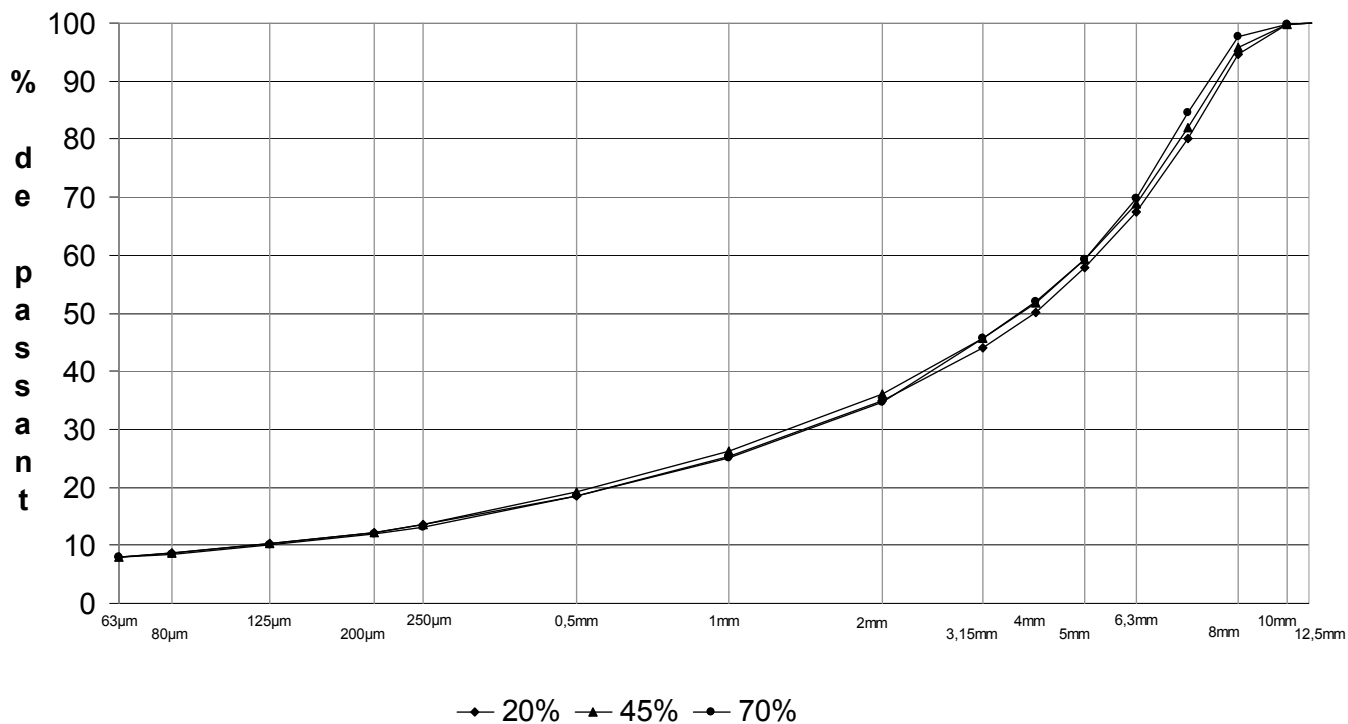


Fig. IV-3 : courbes granulométriques de l'enrobé recyclé pour les pourcentages de recyclage de 20%, 45% et 70%

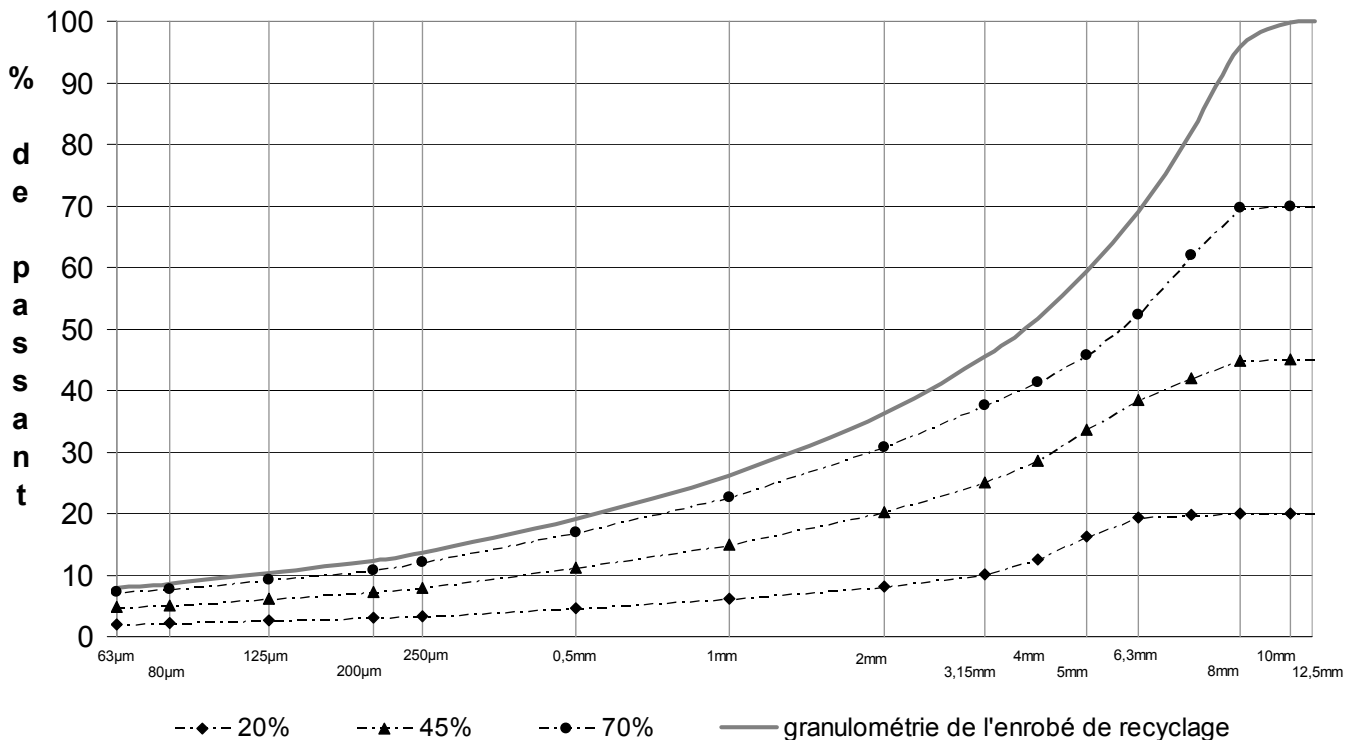


Fig. IV-4 : granulométries des granulates d'agrégats d'enrobé comparées à la granulométrie de l'enrobé recyclé en fonction de son taux de recyclage

Les contraintes imposées par la formulation ont conduit à sélectionner une formule à 47 % de recyclage au lieu d'une formule à 45 %. L'asymétrie résultante de cette erreur de 4% sur la gamme de variation du taux de recyclage (20% à 70%) n'engage aucunement la validité du plan d'expériences. Nous continuerons à la dénommer « formule à 45% ».

### **III.3 Préparation des liants d'apports correspondant à chaque taux de recyclage**

#### **III.3.a Composition du liant d'enrobé recyclé**

La formule a été choisie afin que  $C_{LAE}^{LER}$  soit aussi proche que possible du taux de recyclage en granulat  $C_{GAE}^{GER}$ . La transition entre 20 % et 70 % de recyclage s'opère donc progressivement en termes de part de liant d'agrégats d'enrobé dans le liant de l'enrobé recyclé  $C_{LAE}^{LER}$ . Aux taux de recyclage en granulats  $C_{GAE}^{GER}$  de 20%, 45% et 70%, sont respectivement associés des taux de recyclage en liant  $C_{LAE}^{LER}$  de 19,5%, 46,8% et 67%.

#### **III.3.b Détermination de la pénétrabilité des liants d'apport**

##### 1) Pénétrabilité résultante

Pour la formule à 20% de recyclage, la part de liant d'agrégats d'enrobé présent dans le liant de l'enrobé recyclé est de 19,5%. L'utilisation d'un bitume d'apport de type 35/50 et de pénétrabilité égale à  $38,9^{1/10}$  mm permet, dans le cadre d'un mélange de 19,5 % de LAE et de 80,5 % de bitume 35/50, d'obtenir un liant possédant une pénétrabilité de  $31,8^{1/10}$  mm. La pénétrabilité résultante du mélange est compatible avec l'usage recherché et les performances attendues d'un BBME 0/10 (Delorme 2007).

Afin de permettre la comparaison des caractéristiques mécaniques en fonction du pourcentage de recyclage, les liants des enrobés recyclés des formules à 45 % et 70 % de recyclage doivent avoir une pénétrabilité de  $31,8^{1/10}$  mm ; égale à la pénétrabilité du liant de l'enrobé recyclé pour la formule à 20 %.

##### 2) Pénétrabilité des liants d'apport des enrobés recyclés aux taux de 45 % et 70 %

Les formules à 45 % et 70 % de recyclage contenant respectivement 46,8 % et 67 % de liant d'agrégats d'enrobé, les liants d'apport correspondant doivent avoir une pénétrabilité de  $66,3^{1/10}$  mm et  $173,2^{1/10}$  mm (Éq. I-1). Ces pénétrabilités sont fortement supérieures aux pénétrabilités des liants traditionnellement utilisés en technique routière.

#### **III.3.c Simulation de l'évolution des caractéristiques des liants d'apport durant la fabrication de l'enrobé recyclé**

L'étude mécanique qui sera présentée par la suite est un engagement important de moyens techniques et humains. Si l'on veut mettre en évidence la remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé et étant donné que la gamme de température considérée est importante (de 110°C à 160°C), il est nécessaire de choisir un liant dont les caractéristiques sont peu influencées par la température de fabrication. Dans ce but, une étude de la susceptibilité des liants au durcissement durant la fabrication a été réalisée. Cette étude a été réalisée dans le cadre d'un questionnaire plus large sur l'aptitude au vieillissement des liants d'apport et des liants d'enrobé

recyclés en fonction de leur composition. Les résultats de cette étude ainsi que la méthode utilisée sont présentés en Annexe XXIV.

Dans le cadre de cette étude, trois liants d'apport identifiés LA A, LA B et LA C sont comparés. Les liants LA A et LA B sont constitués en partie d'un additif destiné à modifier la pénétrabilité du liant d'agrégats d'enrobé et le liant LA C est un bitume pur de grade 160/220. Les caractéristiques de ces liants sont mesurées avant et après l'essai RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) (EN 12607-1 1999). Les résultats de cette étude montrent qu'un liant d'apport comportant un additif subit une forte évolution de ses caractéristiques de pénétrabilité et de température bille-anneau.

L'évolution des caractéristiques des liants sont représentées sur la figure Fig. IV-5. Sur cette figure, la gamme d'évolution des caractéristiques de pénétrabilité et la gamme d'évolution des températures bille-anneau permettent de représenter un rectangle caractéristique de chaque liant testé. La surface de ce rectangle est proportionnelle à l'importance de l'évolution des caractéristiques durant le vieillissement simulé.

L'évolution des caractéristiques du liant LA C (160/220) durant la fabrication en laboratoire des enrobés est suffisamment faible et peu dépendante de la température. Elle n'interférera donc pas dans l'interprétation des résultats des essais mécaniques qui seront réalisés par la suite. Il est préférable dans le cadre des essais présentés dans ce chapitre d'utiliser des liants d'apport composés de bitumes purs.

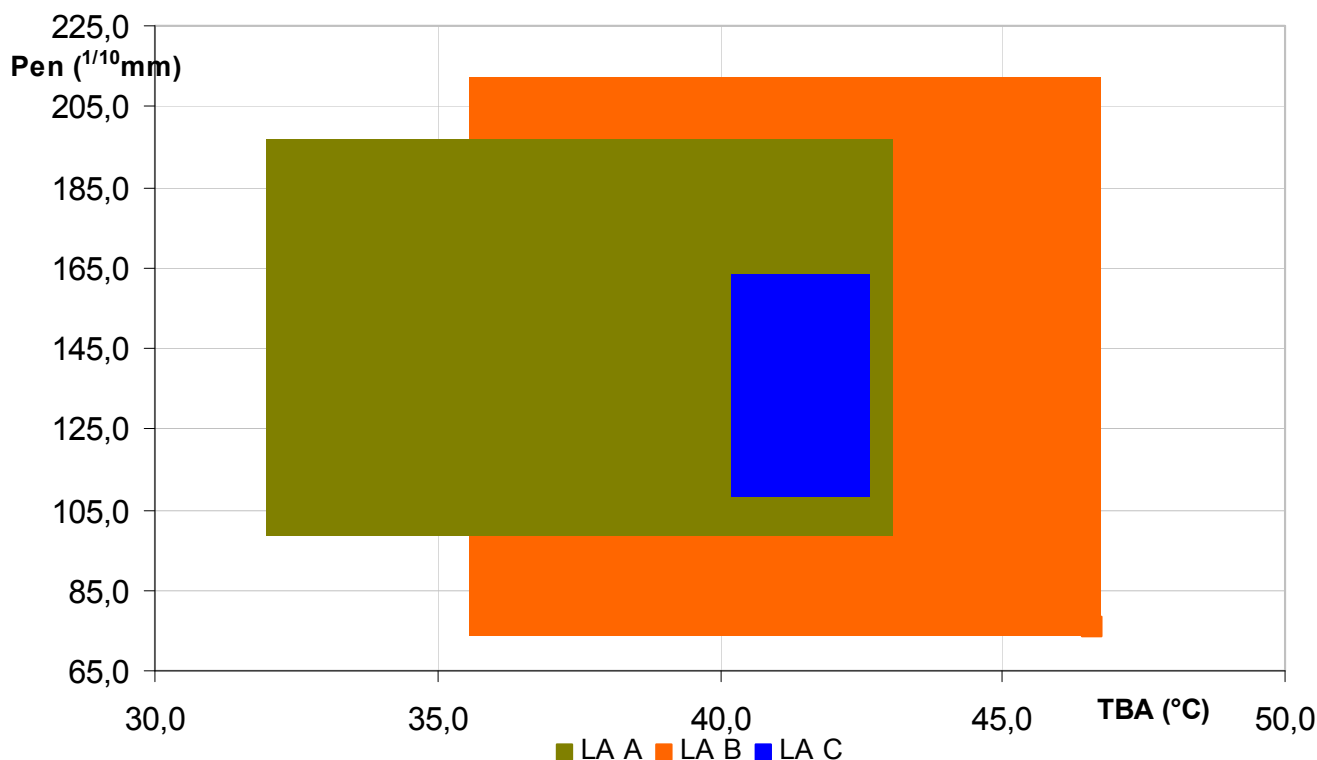


Fig. IV-5 : évolution des caractéristiques des liants d'apports durant l'essai RTFOT simulant le vieillissement en centrale d'enrobage

### **III.3.d Fabrication des liants d'apport**

Les liants d'apport devant être utilisés pour la réalisation des enrobés à 45 % et 70 % de recyclage doivent posséder des pénétrabilités de  $66,3^{1/10}$  mm et  $173,2^{1/10}$  mm. Ces liants ont été fabriqués par mélange d'un liant de grade 35/50 ( $38,9^{1/10}$  mm) avec un liant de grade 160/220 ( $178^{1/10}$  mm). Ces deux liants proviennent de la même raffinerie et du même pétrole brut. Le mélange de ces deux liants dans des proportions déterminées expérimentalement a permis d'obtenir trois lots de quinze kilogrammes de liant dont les pénétrabilités sont  $66,2^{1/10}$  mm,  $65,7^{1/10}$  mm et  $65,8^{1/10}$  mm, ainsi que deux lots de quinze kilogrammes de liant dont les pénétrabilités sont  $170,2^{1/10}$  mm et  $168,9^{1/10}$  mm. Les liants ainsi constitués ont été ensuite sous-échantillonnés en lots de deux kilogrammes dans l'attente de leur utilisation.

## **IV Caractérisation des propriétés mécaniques des enrobés recyclés**

Au terme de la phase de préparation précédente, les matériaux sont prêts à être utilisés et des fiches de pesée précisent pour chaque taux de recyclage, la masse des constituants nécessaires à la fabrication des enrobés recyclés. Ces fiches sont présentées en Annexe XXVI.

### **IV.1 Fabrication des enrobés recyclés**

#### **IV.1.a Protocole de fabrication**

Le protocole de fabrication des enrobés recyclés utilisés pour la fabrication des éprouvettes d'essai est celui présenté précédemment (page 75). Dans ce protocole, la température de chauffe des granulats d'apport  $T_{GA}$  est déterminée au moyen de l'équation Éq. I-4. Les températures de chauffe des liants d'apport utilisés pour la fabrication d'enrobé recyclé à 20%, 45% et 70% sont respectivement de 160°C, 150°C et 140°C. Ces valeurs dépendent du grade des liants d'apport.

#### **IV.1.b Malaxeurs utilisés**

Les enrobés recyclés utilisés pour la confection des échantillons destinés aux mesures de résistances à l'orniérage (EN 12697-22 2007) et aux mesures de module en traction directes à 15°C (NF EN 12697-26 2004) sont réalisés dans un malaxeur thermorégulé de marque *FREUNDL* et de modèle *GZM-12+*. Ce malaxeur thermorégulé a une capacité nominale de 30 kg.

Les enrobés recyclés utilisés pour la confection des échantillons destinés aux mesures de résistance à la fatigue (EN 12697-24 2004) sont réalisés dans un malaxeur thermorégulé de marque *FREUNDL* et de modèle *GZM-30+*. Ce malaxeur thermorégulé a une capacité nominale de 80 kg. Le système de malaxage est dans les deux cas de type « malaxeurs à palettes horizontales » et la vitesse de rotation des palettes est réglée à 60 tours par minute. Ces paramètres permettent de supposer que le mélange des constituants se déroule de manière similaire dans les deux types de malaxeurs. Après une durée de malaxage égale à  $t_m$ , le malaxage de l'enrobé recyclé est arrêté.

## **IV.2 Préparation des corps d'épreuve**

### ***IV.2.a Principe du moulage des éprouvettes***

Le moulage des éprouvettes consiste à disposer une masse déterminée d'enrobé recyclé dans un moule de volume fini, puis à compacter cette masse dans le moule afin d'obtenir une plaque de largeur  $l$ , de longueur  $L$  et d'épaisseur  $e$ . La connaissance de la masse volumique de l'enrobé recyclé non compacté (Annexe XXVI) et du pourcentage de vides désiré de l'éprouvette permettent, par un calcul volumique, de déterminer la masse d'enrobé nécessaire.

### ***IV.2.b Masse volumique de l'enrobé***

La masse volumique de l'enrobé recyclé a été calculée mathématiquement pour chaque taux de recyclage à partir de la composition massique des enrobés recyclés et des masses volumiques des composants. Cette estimation a été vérifiée pour chacun des trois taux de recyclage par une mesure au pycnomètre. Les densités théorique et mesurée présentées en Annexe XXVI sont identiques.

### ***IV.2.c Teneur en vide des éprouvettes***

Pour pouvoir comparer les résultats des essais mécaniques, il est nécessaire de réaliser des éprouvettes dont la teneur en vides est identique. Le pourcentage de vides ciblé a été déterminé par un essai à la Presse à Cisaillement Giratoire sur la formule à 20% de recyclage, pour une température de fabrication égale à 160°C et une durée de malaxage de 240 s. La teneur en vides obtenue à 60 girations est de 8,1 %. La teneur en vides étant de 5,1 % pour un taux de recyclage de 45 %, une teneur en vides intermédiaire et égale à 6,5 % a été retenue comme valeur cible pour l'ensemble des éprouvettes utilisées.

Le volume des échantillons utilisés pour la confection des éprouvettes servant à mesurer le module en traction directe à 15°C (NF EN 12697-26 2004) et la profondeur d'orniérage à 30000 cycles (EN 12697-22 2007) est de 9000 cm<sup>3</sup> (500 mm x 180 mm x 10 mm). Le volume des échantillons utilisés pour la confection des éprouvettes servant à mesurer la résistance à la fatigue (EN 12697-24 2004) est de 28800 cm<sup>3</sup> (600 mm x 400 mm x 12 mm). Ces données volumiques permettent de déterminer la masse d'enrobé recyclé devant être compactée en fonction de l'essai à réaliser et de la teneur en vide des éprouvettes.

### ***IV.2.d Moulage des éprouvettes***

Le moulage est réalisé au moyen d'un compacteur à pneu conformément à la norme (NF EN 12697-33 2004). Le compactage est réalisé au moyen de roues équipées de pneumatiques : roue unique pour le compactage des plaques dont la largeur est de 180 mm et roues doubles jumelées pour le compactage des plaques dont la largeur est de 400 mm.

Le moulage a été réalisé en réduisant progressivement la hauteur de l'échantillon compacté jusqu'à l'obtention de l'épaisseur voulue afin d'obtenir un pourcentage de vides de 6,5 %. Une méthode de compactage commune à toutes les fabrications ne permet pas d'obtenir des corps d'épreuve dont la teneur en vides est identique. La méthode de compactage classique a donc été adaptée. La norme NF EN 12697-33 propose pour cela d'augmenter le nombre de passes de compactage. Cependant, dans le cas des fabrications à 110°C, la

durée de compactage est fortement réduite. L'augmentation de la pression de compactage a expérimentalement été jugée préférable. La méthode de compactage utilisée consiste à suivre un plan de compactage faible en augmentant cependant la pression appliquée par les pneumatiques tout en restant inférieur à une pression de 0,5 MPa. L'ajustement de l'énergie de compactage permet d'obtenir des corps d'épreuve possédant une teneur en vide relativement proche.

#### ***IV.2.e Mise en forme des corps d'épreuves***

##### 1) Corps d'épreuve de la mesure de résistance à l'orniérage

Deux échantillons compactés dans deux moules de 180 mm x 500 mm x 100 mm (9000 cm<sup>3</sup>) constituent les corps d'épreuve de la mesure de résistance à l'orniérage. Leurs teneurs en vides respectives sont mesurées par gamma densimétrie avant la réalisation de l'essai.

##### 2) Corps d'épreuve de la mesure du module de rigidité

Un échantillon compacté dans un moule de 180 mm x 500 mm x 100 mm (9000cm<sup>3</sup>) permet de préparer deux cylindres de 78 mm de diamètre et d'une longueur de 100 mm. La teneur en vides de chaque cylindre est mesurée par gamma densimétrie avant la réalisation de l'essai.

##### 3) Corps d'épreuve de la mesure de la résistance à la fatigue

Un échantillon compacté dans un moule de 400 mm x 600 mm x 120 mm (28800 cm<sup>3</sup>) permet de découper 24 éprouvettes trapézoïdales. La teneur en vides est ensuite mesurée en déterminant la compacité par une mesure géométrique du volume et une pesée de chaque éprouvette.

### **IV.3 Mesure des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés**

#### ***IV.3.a Résistance à l'orniérage***

La mesure de résistance à l'orniérage a été réalisée conformément à la norme EN 12697-22 en respectant une durée de murissement de 48 h entre le moulage des corps d'épreuves et la réalisation de l'essai. Chaque point du plan d'expériences a été évalué en réalisant les essais sur deux corps d'épreuves. L'orniérage est mesuré après 30000 passages de roues à 60°C.

#### ***IV.3.b Module de rigidité***

La mesure du module de rigidité a été réalisée en traction directe conformément à la norme NF EN 12697-26. Les valeurs présentées correspondent au module à 15°C et à 10 Hz. Les valeurs des modules en compression axiale sinusoïdale et en traction directe à 10°C ont été mesurées, mais n'apportent pas d'informations supplémentaires justifiant leur présentation. La durée entre la réalisation du corps d'épreuve et la mesure du module de rigidité est de 7 jours. La teneur en vides des corps d'épreuve est mesurée par gamma densimétrie. Chaque point expérimental du plan d'expériences a été évalué au moyen de deux corps d'épreuves.



### IV.3.c Résistance à la fatigue

L'étude de la résistance à la fatigue mesurée en flexion deux points à 10°C a été réalisée en dérogeant à la norme EN 12697-24 qui demande l'étude de six éprouvettes à trois niveaux de déformation. Étant donné la durée importante d'une étude de fatigue, quatre éprouvettes au lieu de six ont été étudiées à trois niveaux de déformation. La réduction du nombre d'éprouvette induit une augmentation de l'incertitude de mesure de  $\pm 4 \varepsilon_6$  à  $\pm 7 \varepsilon_6$ . Nous verrons par la suite que l'incertitude de mesure résultant de ce choix n'engage pas l'analyse des résultats obtenus par l'exploitation du plan d'expériences.

Lors des mesures de la résistance en fatigue, la durée entre le compactage des plaques et la réalisation des essais de fatigue n'a pas pu être contrôlée aussi précisément que durant les essais de module en traction directe à 15°C 10Hz. Cette durée a été comprise entre un et quatre mois. Afin de déterminer si un mûrissement différentiel des corps d'épreuve engageait la validité des observations réalisées, les modules flexions deux points à 10°C 25 Hz ont été mesurés puis comparés aux modules en traction directe à 10°C 10 Hz. Les mesures sont présentées en Annexe XXXIII. Entre 20% et 70% de recyclage, lors d'un malaxage de 240 s et réalisé à 160°C, le module en traction directe à 10°C diminue de  $18120 \pm 1200$  MPa à  $14650 \pm 1250$  MPa et le module en flexion deux points diminue de  $19640 \pm 1040$  MPa à  $17120 \pm 1040$  MPa. L'augmentation du pourcentage de recyclage conduisant dans les deux cas (traction directe et flexion deux points) à une réduction comparable du module de rigidité, nous pouvons considérer qu'il n'existe pas de mûrissement du liant de l'enrobé recyclé sur la durée de réalisation des mesures de résistance en fatigue.

## V Présentation des résultats

Dans cette partie sont présentés d'une part, la méthode utilisée pour valider les résultats intermédiaires justifiant la mise en œuvre des moyens d'étude et d'autre part, les mesures de résistance à l'orniérage, de module en traction directe et de résistance à la fatigue résultants de l'exploitation du plan d'expériences.

### V.1 Plan d'expériences intermédiaire de degré 1

Il est possible lors de la réalisation d'un plan fractionnaire de type BOX-BEHNKEN de connaître l'influence des variables en réalisant 4 essais. Cette étape intermédiaire aux 13 essais du plan d'expériences permet de valider que les paramètres considérés influent sur les caractéristiques mesurées.

Parmi les 13 points expérimentaux présentés sur la figure Fig. IV-2, il existe 4 points expérimentaux dont la réalisation prioritaire permet de décider de la continuation ou de l'arrêt des essais. Ces 4 points permettent d'inscrire un plan d'expériences de premier degré au sein du plan fractionnaire BOX-BENHKEN du second degré. Les points utilisés sont présentés dans la figure Fig. IV-6.

L'inscription du plan fractionnaire de premier degré dans le plan BOX-BEHNKEN du second degré impose de résoudre le plan d'expériences dans le repère  $(\vec{X}_1; \vec{X}_2; \vec{X}_3)$  en bleu sur la figure Fig. IV-6 puis d'opérer un changement de repère pour exprimer le résultat du plan d'expériences dans le repère  $(\vec{x}_1; \vec{x}_2; \vec{x}_3)$  en vert sur la même figure. Le changement de variable à réaliser est le suivant :

$$\vec{X}_1 = \frac{\vec{x}_1 + \vec{x}_2}{4} ; \vec{X}_2 = \frac{-\vec{x}_1 + \vec{x}_2}{4} ; \vec{X}_3 = \frac{\vec{x}_3}{2}$$

Éq. IV-2

Le changement de repère permet d'exprimer les coordonnées réduites des points expérimentaux dans le repère  $(\vec{X}_1; \vec{X}_2; \vec{X}_3)$ . L'équation du plan de premier degré est présentée dans l'équation Éq. IV-3 présentant la forme de la réponse  $y$  en fonction des variables  $X_1, X_2$  et  $X_3$ .

$$y(X_1, X_2, X_3) = b_0 + b_1.X_1 + b_2.X_2 + b_3.X_3$$

Éq. IV-3

Ce plan est défini par quatre coefficients  $b_i$  qui sont déterminés par la résolution d'un système de 4 équations obtenues grâce à la réalisation des essais correspondants aux points expérimentaux présentés sur la figure Fig. IV-6.

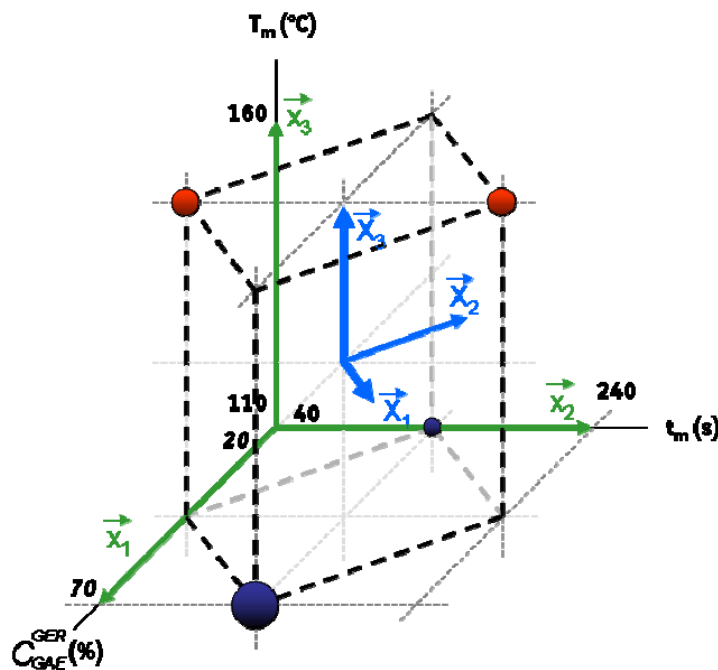


Fig. IV-6 : plan fractionnaire du premier degré inscrit dans les points expérimentaux du plan BOX-BEHNKEN

La réalisation de cette opération intermédiaire montre que les variables choisies ( $C_{GAE}^{GER}$ ,  $T_m$  et  $t_m$ ) ainsi que leurs gammes de variation respectives ont suffisamment d'influence sur les réponses pour permettre d'analyser les résultats qui seront obtenus par la réalisation du plan BOX-BEHNKEN.

Cette conclusion intermédiaire permet de valider la poursuite des essais. Par la suite, seuls les résultats des plans d'expériences comportant les 13 essais sont présentés.

## **V.2 Présentation générale des graphiques résultant de l'exploitation du plan d'expériences**

Les données résultantes de l'exploitation des plans d'expériences réalisés à partir des résultats des essais de résistance à l'orniérage (*Orn.* en %), de module de rigidité en traction directe à 15°C (*TD15* en MPa) et de résistance à la fatigue à 10°C (*Fat.* en microdéformation ( $\epsilon_6$ )) - sont présentés en Annexe XXXII. Dans cette annexe, les caractéristiques mécaniques sont présentées successivement. Pour chacune des trois durées de malaxage étudiées des courbes de niveau présentent l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la température de malaxage et du pourcentage de recyclage. Une représentation tridimensionnelle de la caractéristique mécanique considérée pour une durée de malaxage de 140 s complète l'information apportée par les courbes de niveau.

Dans la suite de ce paragraphe, la présentation des résultats sera faite en utilisant des graphiques en deux dimensions. Ces derniers présentent l'évolution des caractéristiques mécaniques considérées en fonction du pourcentage de recyclage. Sur ces graphiques les trois températures de malaxage sont représentées par la couleur bleu pour un malaxage à 110°C, verte pour un malaxage à 135°C et rouge pour un malaxage à 160°C. Seuls les graphiques présentant les durées de malaxage de 40 s et 240 s sont présentés car les graphiques correspondants à la durée de malaxage de 140 s sont intermédiaires à ceux présentés. Les incertitudes associées aux valeurs présentées sont déterminées par la résolution du plan d'expériences au moyen du logiciel *JMP* (société SAS).

## **V.3 Mesure de la résistance à l'orniérage à 60°C**

Les résultats des mesures de la résistance à l'orniérage et les teneurs en vide associées sont présentés en Annexe XXXI.

### ***V.3.a Correction des résultats des essais en fonction de la teneur en vide des éprouvettes***

Il n'a pas été identifié de méthode ou d'étude existante d'enrobé dont une composition proche de l'enrobé étudié permettrait de corriger, en fonction de la teneur en vide des corps d'épreuves, les valeurs mesurées de résistance à l'orniérage. La teneur en vide, mesurée par gamma densimétrie, moyenne des 13 corps d'épreuves est de  $7,6 \pm 0,6$  %.

### ***V.3.b Équation de la résistance à l'orniérage en fonction des paramètres du plan d'expériences***

L'équation obtenue par l'exploitation du plan d'expériences et exprimant la résistance à l'orniérage en fonction des paramètres du plan d'expériences est présentée dans l'équation Éq. IV-4. Les résultats de ce plan d'expériences sont obtenus avec un coefficient de corrélation égal à 0,68.

$$\begin{aligned}
Orn(\underline{C_{GAE}^{GER}}, \underline{T_m}, \underline{t_m}) = & 5,11 - 0,16 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}} + 0,33 \cdot \underline{T_m} + 0,26 \cdot \underline{t_m} \\
& + 0,07 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}} \cdot \underline{T_m} - 0,23 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}} \cdot \underline{t_m} - 0,02 \cdot \underline{T_m} \cdot \underline{t_m} \\
& + 0,19 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}}^2 - 0,43 \cdot \underline{T_m}^2 + 0,15 \cdot \underline{t_m}^2
\end{aligned}$$

Éq. IV-4

Dans cette équation, les variables  $\underline{C_{GAE}^{GER}}$ ,  $\underline{T_m}$  et  $\underline{t_m}$  sont des variables réduites dont la variation est par définition comprise entre -1 et +1. Afin de ne pas surcharger l'écriture, les changements de variables permettant d'exprimer l'orniérage en fonction des variables non réduites ne sont pas effectués. Ces changements de variables sont présentés dans les équations suivantes. Ils restent valides pour les caractéristiques mécaniques présentées par la suite.

$$\underline{C_{GAE}^{GER}} = \frac{C_{GAE}^{GER} - 45}{70 - 45}, \text{ avec } C_{GAE}^{GER} \in [20; 45]$$

Éq. IV-5

$$\underline{T_m} = \frac{T_m - 135}{160 - 135}, \text{ avec } T_m \in [110; 160]$$

Éq. IV-6

$$\underline{t_m} = \frac{t_m - 140}{240 - 140}, \text{ avec } t_m \in [40; 240]$$

Éq. IV-7

### V.3.c Résultats du plan d'expériences pour les mesures de résistance à l'orniérage

Pour une durée de malaxage de 40 s (Fig. IV-7), l'orniérage est indépendant du pourcentage de recyclage. Pour les températures de fabrication de 135°C et de 160°C, l'orniérage est égal à  $5,1 \pm 0,6$  %. Il est égal à  $4,3 \pm 0,6$  % pour la température de fabrication de 110°C.

Indépendamment de la température de fabrication, lorsque la durée de malaxage augmente de 40 s (Fig. IV-7) à 240 s (Fig. IV-8), l'orniérage augmente significativement de 1 % pour un enrobé à 20 % de recyclage. Pour un enrobé à 70% de recyclage, l'évolution est non significative et égale à 0,1 %.

Pour une durée de malaxage de 240 s (Fig. IV-8), l'orniérage semble réduit par une augmentation du pourcentage de recyclage. Pour les températures de fabrication de 135°C et de 160°C, l'orniérage évolue de  $5,4 \pm 0,5$  % à  $5,1 \pm 0,5$  % entre 20 % et 70 % de recyclage. Pour une température de fabrication de 110°C, l'orniérage évolue de  $4,8 \pm 0,5$  % à  $4,3 \pm 0,5$  % entre 20 % et 70 % de recyclage. Il faut noter que dans les deux cas l'évolution de la valeur d'orniérage est de l'ordre de l'incertitude de la mesure.

Indépendamment de la durée du malaxage et du pourcentage de recyclage de l'enrobé, l'orniérage est plus faible pour une température de fabrication égale à 110°C que pour les températures de fabrication égales à 135°C et 160°C. Cette différence peut être considérée comme significative.

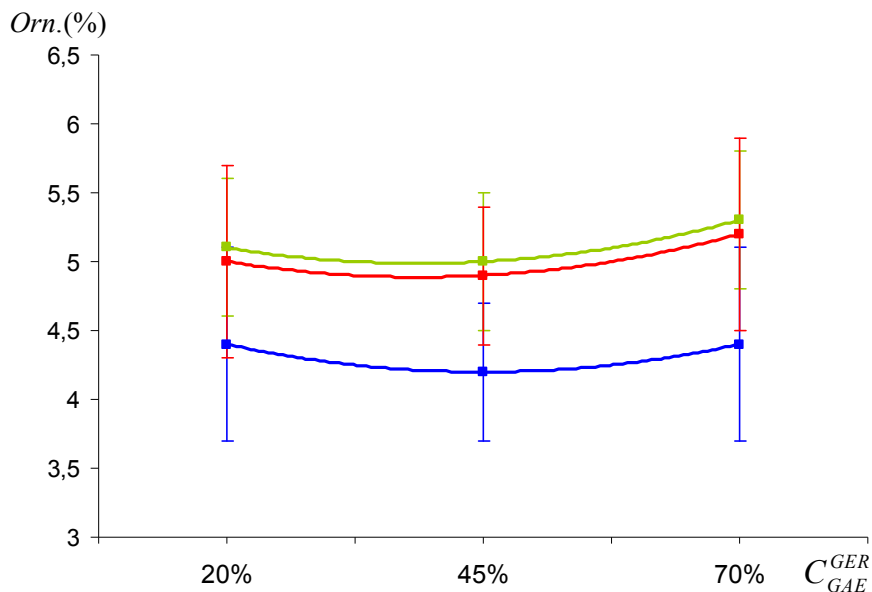


Fig. IV-7 : orniérage en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 40 s (110°C en bleu, 135°C en vert, 160°C en rouge)

Les paramètres  $C_{GAE}^{GER}$  et  $t_m$  ayant peut d'influence sur la valeur d'orniérage, deux valeurs d'orniérage sont proposées pour caractériser les enrobés fabriqués à 110°C et les enrobés fabriqués à 135°C ou 160°C. Ces valeurs d'orniérage et leurs incertitudes associées sont calculées avec un intervalle de confiance élargie à 95% en utilisant 8 mesures pour calculer la valeur d'orniérage à 110°C et 18 mesures pour calculer la valeur d'orniérage à 135°C ou 160°C.

Pour les enrobés fabriqués à 135°C ou 160°C, l'orniérage moyen calculé est de  $5,3 \pm 0,2$  % et correspond à une teneur en vide moyenne de  $7,1 \pm 0,6$  %. Pour les enrobés fabriqués à 110°C, l'orniérage moyen calculé est de  $4,5 \pm 0,4$  % et correspond à une teneur en vide moyenne de  $8,6 \pm 1,1$  %.

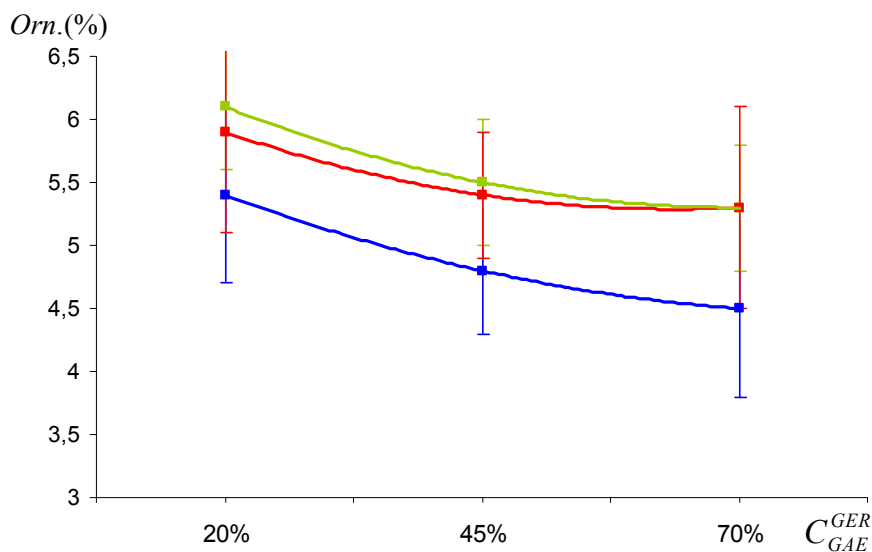


Fig. IV-8 : orniérage en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 240 s (110°C en bleu, 135°C en vert, 160°C en rouge)

### V.3.d Conclusion

Il n'y a pas en termes d'orniérage de différence entre un enrobé fabriqué à 135°C et 160°C. L'enrobé fabriqué à 110°C ornière significativement moins. Comparativement à l'enrobé à faible taux de recyclage, les enrobés à fort taux semble plus résistants à l'orniérage, cependant cette différence n'est pas significative au regard des incertitudes de la mesure. L'utilisation d'un liant d'apport de grade élevé n'entraîne pas d'orniérage des enrobés à fort taux de recyclage.

## V.4 Module de rigidité mesuré en traction directe à 15°C 10 Hz

Les résultats des mesures de module de rigidité et les teneurs en vide associées sont présentés en Annexe XXXI.

### V.4.a Correction des résultats des essais en fonction de la teneur en vide des éprouvettes

La teneur en vide moyenne  $\overline{V}^{TD15}$  des corps d'épreuves utilisés pour la mesure du module de rigidité est de  $4,9 \pm 0,4$  %. Cette teneur en vide permet de calculer la valeur du module de rigidité post traité  $TD15_m^{PT}$  correspondant à un corps d'épreuves  $m$ . Ce calcul est réalisé en utilisant la valeur de module  $TD15_m$  mesurée sur le corps d'épreuves  $m$  et dont la teneur en vide est  $V_m^{TD15}$ . Le coefficient utilisé pour corriger les résultats est de  $900 \text{ MPa} \cdot \%^{-1}$ . La correction est réalisée selon le calcul précisé dans l'équation Éq. IV-8.

$$TD15_m^{PT} = TD15_m + 900 \cdot (\overline{V}^{TD15} - V_m^{TD15})$$

Éq. IV-8

### V.4.b Équation du module de rigidité en fonction des paramètres du plan d'expériences

L'équation obtenue par l'exploitation du plan d'expériences et exprimant le module en traction directe à 15°C 10 Hz, pour une teneur en vides de  $4,9 \pm 0,4$  %, en fonctions des paramètres du plan d'expériences est présentée dans l'équation Éq. IV-9. Les résultats du plan d'expériences sont obtenus avec un coefficient de corrélation égal à 0,92.

$$\begin{aligned} TD15_m^{PT} (\underline{C_{GAE}^{GER}}, \underline{T_m}, \underline{t_m}) = & 12854 - 1765 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}} + 464 \cdot \underline{T_m} + 606 \cdot \underline{t_m} \\ & + 76 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}} \cdot \underline{T_m} + 194 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}} \cdot \underline{t_m} - 479 \cdot \underline{T_m} \cdot \underline{t_m} \\ & - 141 \cdot \underline{C_{GAE}^{GER}}^2 - 387 \cdot \underline{T_m}^2 - 182 \cdot \underline{t_m}^2 \end{aligned}$$

Éq. IV-9

### V.4.c Résultats du plan d'expériences pour les mesures du module de rigidité

Pour une durée de malaxage de 40 s (Fig. IV-9), le module de rigidité est significativement dépendant du taux de recyclage et de la température de fabrication. Pour les températures de fabrication de 135°C et de 160°C, le module de rigidité évolue de  $14170 \pm 940 \text{ MPa}$  à  $10322 \pm 920 \text{ MPa}$  entre 20 % et 70 % de recyclage.

Pour une température de fabrication de 110°C, le module de rigidité évolue de 12640 ± 1080 MPa à 8620 ± 1080 MPa entre 20 % et 70 % de recyclage. Dans les deux cas l'évolution du module de rigidité en fonction du pourcentage de recyclage est significative.

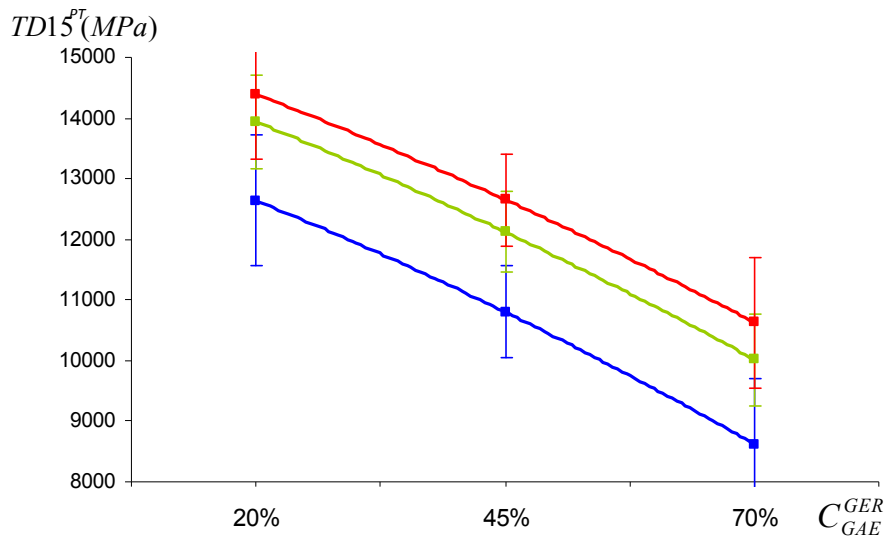


Fig. IV-9 : module en traction directe à 15°C post traité en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 40 s (110°C en bleu, 135°C en vert, 160°C en rouge)

Pour une durée de malaxage de 240 s (Fig. IV-10), le module de rigidité ne dépend significativement que du pourcentage de recyclage. Pour l'ensemble des températures de fabrication évaluées, le module de rigidité évolue de 14420 ± 980 MPa à 11320 ± 980 MPa entre 20 % et 70 % de recyclage.

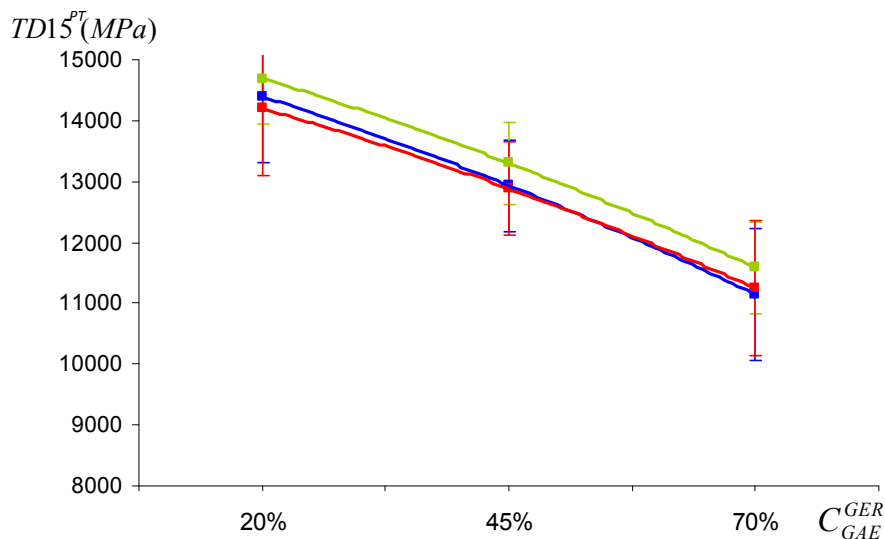


Fig. IV-10 : module en traction directe à 15°C post traité en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 240 s (110°C en bleu, 135°C en vert, 160°C en rouge)

Il faut noter que pour une température de fabrication de 160°C, le module de rigidité est indépendant de la durée de malaxage ; dès 40 s de malaxage, celui-ci est maximal. Afin d'obtenir à 110°C et 135°C un module

égal au module des fabrications réalisées à 160°C, la durée de malaxage doit être augmentée. Cette augmentation est de 100 s à 135°C et de 200 s à 110°C.

Lors de la fabrication à 110°C, l'augmentation de la durée de malaxage de 40 s à 240 s permet d'augmenter le module de rigidité de 1760 ± 1080 MPa pour un taux de recyclage de 20% et de 2520 ± 1080 MPa pour un taux de recyclage de 70%. La différence existante entre ces deux augmentations est de l'ordre de l'incertitude de mesure.

#### V.4.d Vérification des pénétrabilités

Afin de vérifier que les observations réalisées ne sont pas le résultat d'une erreur de composition des liants d'apport, les pénétrabilités des liants récupérés ont été mesurées pour des points expérimentaux choisis. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau Tab. IV-1 et comparés au module de rigidité mesurée, en fonction des paramètres du plan d'expériences.

Les enrobés dont le liant a été extrait correspondent à des points expérimentaux à 45 % et 70 % de recyclage. Les températures de fabrication varient de 110 °C à 160°C et les durées de malaxage de 40 s à 240 s. Les pénétrabilités obtenues varient de 23,7 <sup>1/10</sup>mm à 32,5<sup>1/10</sup>mm. La valeur de pénétrabilité de 32,5<sup>1/10</sup>mm correspond à des conditions de fabrication pour lesquelles le vieillissement du liant est minimal. Compte tenu de l'incertitude de la mesure de pénétrabilité (± 2<sup>1/10</sup>mm), cette valeur de 32,5<sup>1/10</sup>mm correspond à la valeur de 31,8 <sup>1/10</sup>mm ; valeur ciblée lors de l'étape de fabrication des liants d'apport (page 136).

Pourcentage de recyclage (%)	Température de fabrication (°C)	Durée du malaxage (s)	Module de rigidité (MPa)	Pénétrabilité du liant récupéré ( <sup>1/10</sup> mm)
45	160	240	13550	23,7
45	110	40	10110	32,5
70	110	140	10240	24,2
70	135	40	10760	29,2

Tab. IV-1 : mise en évidence de l'indépendance du module de rigidité vis-à-vis des caractéristiques des liants récupérés

Les conditions de fabrications des enrobés conduisent à un vieillissement variable du liant de l'enrobé recyclé qui se traduit par une diminution de la pénétrabilité. Dans le cas conduisant au vieillissement le plus important (160°C ; 240 s), la pénétrabilité est réduite à 23,7<sup>1/10</sup>mm. La comparaison des caractéristiques des liants extraits en fonction des conditions de fabrication montre, comparativement à la température de la fabrication, que la durée de malaxage agit de manière prépondérante sur le vieillissement du liant.

Pour un recyclage à 70 % et pour une faible durée de malaxage, la pénétrabilité mesurée est de 29,2 <sup>1/10</sup>mm. Cette valeur correspond à la valeur de 31,8 <sup>1/10</sup>mm, valeur ciblée lors de l'étape de fabrication des liants d'apport.

Pour des durées de malaxage de 140 s et 240 s, entraînant un vieillissement plus important, les pénétrabilités sont respectivement de 24,2 <sup>1/10</sup>mm et 23,7 <sup>1/10</sup>mm. Bien que ces pénétrabilités soient égales, les



modules de rigidité y étant associés sont significativement différents et respectivement égaux à 13550 MPa et 10240 MPa. Les différences de modules de rigidité n'ont pas pour origine la pénétrabilité des liants des enrobés étudiés.

**V.4.e Conclusion**

L'analyse des figures Fig. IV-9 et Fig. IV-10 indique que, sur la gamme des paramètres considérés, la valeur de module en traction directe à 15°C 10Hz varie principalement en fonction du pourcentage de recyclage et de manière plus restreinte en fonction des paramètres de température et de durée de malaxage. L'analyse de la pénétrabilité des liants récupérés indique que cette évolution ne résulte pas de caractéristiques différentes du liant des enrobés recyclés étudiés.

**V.5 Résistance à la fatigue mesurée en flexion deux points à 10°C et 25 Hz**

Les résultats des mesures de résistance à la fatigue et les teneurs en vide associées sont présentés en Annexe XXXI.

**V.5.a Correction des résultats des essais en fonction de la teneur en vide des éprouvettes**

La teneur en vide moyenne  $\bar{V}^{Fat.}$  des éprouvettes utilisées pour la mesure de résistance à la fatigue est de  $4,6 \pm 0,5 \%$ . Cette teneur en vide moyenne permet pour une mesure de résistance en fatigue  $m$  de calculer la valeur de résistance à la fatigue post traité correspondante  $Fat_{.m}^{PT}$ . Ce calcul est réalisé en utilisant la valeur  $Fat_{.m}$  mesurée pour un enrobé recyclé dont la teneur en vide moyenne des 12 éprouvettes utilisées est  $V_m^{Fat.}$ . Le coefficient utilisé pour corriger les résultats est de  $5,5 \epsilon_6 \cdot \%^{-1}$  (Moutier 1991). La correction est réalisée selon le calcul précisé dans l'équation Éq. IV-10.

$$Fat_{.m}^{PT} = Fat_{.m} + 5,5 \cdot (\bar{V}^{Fat.} - V_m^{Fat.})$$

Éq. IV-10

**V.5.b Équation de la résistance à la fatigue en fonction des paramètres du plan d'expériences**

L'équation obtenue par l'exploitation du plan d'expériences et exprimant la résistance à la fatigue en fonction des paramètres du plan d'expériences est présentée dans l'équation Éq. IV-11. Les résultats du plan d'expériences sont obtenus avec un coefficient de corrélation égal à 0,92.

$$Fat^{PT} (\underline{C_{GAE}^{GER}}, \underline{T_m}, \underline{t_m}) = 119,8 + 4,9 \cdot C_{GAE}^{GER} + 6,2 \cdot T_m + 10,3 \cdot t_m + 5,3 \cdot C_{GAE}^{GER} \cdot T_m + 2,9 \cdot C_{GAE}^{GER} \cdot t_m - 2,7 \cdot T_m \cdot t_m - 0,83 \cdot C_{GAE}^{GER^2} - 4,3 \cdot T_m^2 - 11,6 \cdot t_m^2$$

Éq. IV-11

### V.5.c Résultats du plan d'expériences pour les mesures de résistance à la fatigue

Pour une durée de malaxage de 40 s (Fig. IV-11), la résistance à la fatigue des enrobés recyclés est significativement dépendante de la température de malaxage. Lors de l'augmentation du pourcentage de recyclage de 20 % à 70%, la résistance en fatigue des enrobés fabriqués aux températures de 135°C et 160°C augmente de  $94 \pm 7 \varepsilon_6$  à  $104 \pm 7 \varepsilon_6$ . Cette évolution reste de l'ordre de l'incertitude de mesure. Pour une même variation du pourcentage de recyclage de 20 % à 70%, la résistance en fatigue des enrobés fabriqués à 110°C, évolue de  $88 \pm 8 \varepsilon_6$  à  $81 \pm 8 \varepsilon_6$ .

Pour un pourcentage de recyclage de 20 %, la résistance en fatigue mesurée est indépendante de la température de malaxage et est égale à  $92 \pm 8 \varepsilon_6$ .

L'augmentation de la durée de malaxage de 40 s à 240 s conduit à une augmentation significative de la valeur moyenne de la résistance à la fatigue pour l'ensemble des températures de fabrication et les tendances constatées à 40 s de malaxage se confirment : lors de l'augmentation du pourcentage de recyclage de 20 % à 70%, la résistance en fatigue des enrobés fabriqués aux températures de 135°C et 160°C augmente.

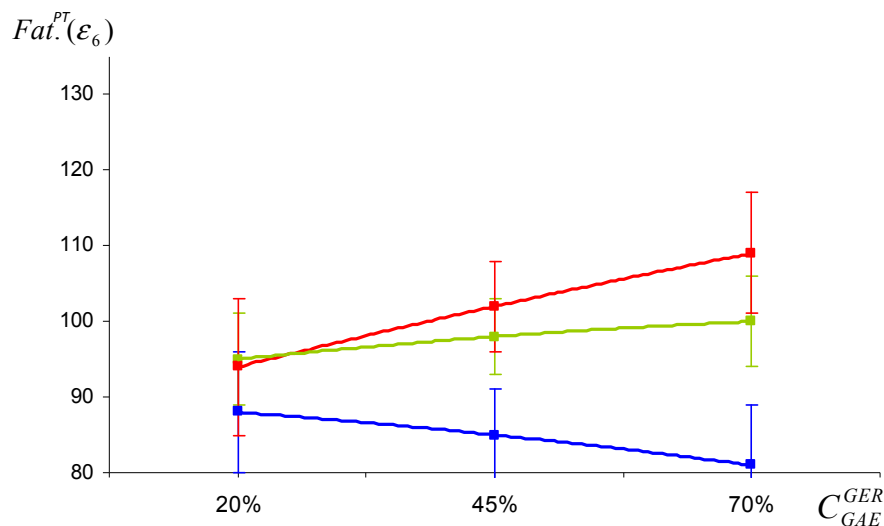


Fig. IV-11 : résistance à la fatigue à 10°C en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 40 s (110°C en bleu, 135°C en vert, 160°C en rouge)

Pour une durée de malaxage de 240 s, la résistance à la fatigue des enrobés à 20 % de recyclage reste indépendante de la température de fabrication. L'augmentation de la durée du malaxage de 40 s à 240 s permet d'obtenir une résistance à la fatigue de  $107 \pm 7 \varepsilon_6$ . Pour les enrobés fabriqués à 110°C, la résistance à la fatigue est indépendante du pourcentage de recyclage et est égale à  $110 \pm 7 \varepsilon_6$ . Pour les enrobés fabriqués à 160°C, la résistance à la fatigue augmente significativement avec le pourcentage de recyclage entre  $104 \pm 9 \varepsilon_6$  à 20 % de recyclage et  $130 \pm 9 \varepsilon_6$  à 70 % de recyclage.

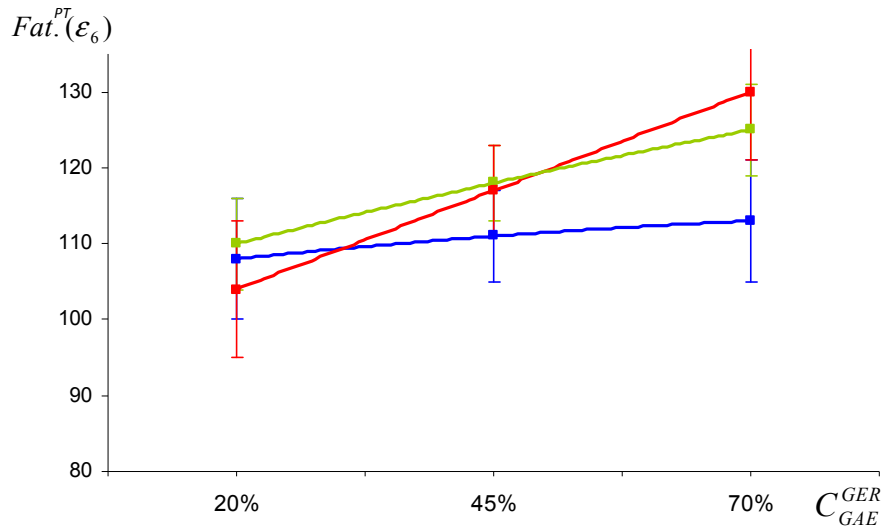


Fig. IV-12 : résistance à la fatigue à 10°C en fonction du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 240 s (110°C en bleu, 135°C en vert, 160°C en rouge)

#### V.5.d Conclusion

L'analyse des figures Fig. IV-11 et Fig. IV-12 montre que la valeur de résistance en fatigue des enrobés recyclés dépend significativement de l'ensemble des paramètres du plan d'expériences. La durée de malaxage augmente globalement la résistance à la fatigue des enrobés. La température de fabrication influe sensiblement sur la résistance en fatigue pour des taux de recyclage supérieurs à 20%. La température de fabrication et le pourcentage de recyclage conduisent, comparativement à l'enrobé fabriqué à faible taux de recyclage à une augmentation importante et significative ( $26 \pm 9 \epsilon_6$ ) de la résistance à la fatigue.

## VI Conclusion

La mesure des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés a été réalisée en supposant une remobilisation totale du liant des agrégats d'enrobé. Cette hypothèse a impliqué un effort important porté à la préparation des constituants et à la fabrication des éprouvettes dans le but d'étudier des enrobés de composition en granulats et en liant identique. Ceci a permis la comparaison de la résistance à l'orniérage, du module de rigidité et de la résistance en fatigue vis-à-vis du taux de recyclage ainsi que de la durée et de la température du malaxage.

Pour une durée de malaxage supérieure à 140 s et indépendamment de la température de fabrication et du pourcentage de recyclage, les caractéristiques mesurées permettent de classer l'enrobé bitumineux étudié dans la catégorie de BBME 0/10 de type 2. L'orniérage mesuré est inférieur à 7,5 %, le module en traction directe à 15°C est compris entre 10000 MPa et 14000 MPa et la résistance à la fatigue est supérieure à 100  $\epsilon_6$ .

Contrairement à ce qui aurait pu être supposé, l'orniérage n'est pas favorisé par l'utilisation d'un liant d'apport de grade 160/220 pour un taux de recyclage de 70 %.

Pour les enrobés à 70% de recyclage, les mesures de module en traction directe et les mesures de résistance à la fatigue montrent, qu'un malaxage à 110°C pendant 240 s permet d'obtenir des caractéristiques

identiques à celles obtenues après 40 s de malaxage à 160°C. Une réduction de 50°C de la température de fabrication est alors compensée en multipliant la durée de malaxage par 6.

Dans des conditions que l'on peut supposer conduisant à une bonne remobilisation (240 s de malaxage à 160°C), le module de rigidité et la résistance à la fatigue dépendent fortement du taux de recyclage de l'enrobé ; la valeur de module diminue avec le pourcentage de recyclage et est accompagné par une augmentation de la résistance à la fatigue. Pour une durée de malaxage de 240 s à une température de 110°C, la baisse du module est présente, mais ne s'accompagne pas d'une augmentation de la résistance à la fatigue.

Cette étude a permis d'identifier l'influence significative des conditions de fabrication, ainsi que l'influence de l'hypothèse d'une remobilisation totale du liant des agrégats d'enrobé sur les performances mécaniques des enrobés recyclés.



# CONCLUSION ET PERSPECTIVES

La prise en compte des critères de développement durable s'est concrétisée dans le domaine de la construction routière par un engagement volontaire entre les acteurs, constructeurs et gestionnaires, des infrastructures de transport et les représentants des institutions françaises. Parmi les axes de développement qu'il regroupe, cet engagement incite à la mise en œuvre d'actions visant à réduire l'utilisation de matières premières non renouvelables et promeut l'usage de pratiques économes en énergie dans le but de réduire l'empreinte environnementale du domaine industriel routier.

En réponse à cet engagement, des pratiques visant à augmenter le taux de recyclage des enrobés bitumineux tout en réduisant la température de fabrication émergent. Cependant, l'utilisation conjointe du recyclage et de techniques tièdes suscite des interrogations quant à la qualité des enrobés ainsi produits. La durabilité des infrastructures routières étant fondamentalement dépendantes de ces performances, le bénéfice environnemental obtenu par l'utilisation conjointe de ces pratiques serait annulé par une nécessité d'entretien précipité des infrastructures qui nécessiterait d'engager de nouveaux travaux.

Dans un souci de durabilité des infrastructures routières, un travail de recherche a été mené dans le cadre d'une thèse dirigée conjointement par le Centre de Recherche de la Société de construction routière EUROVIA, le laboratoire Matériau et Ouvrabilité de l'École Spéciale de Travaux Public et l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux. Cette thèse s'est attachée à comprendre les phénomènes régissant l'homogénéité des enrobés bitumineux recyclés afin d'en garantir les performances mécaniques et la pérennité. Dans ce but, celle-ci a été orientée selon trois axes complémentaires dont les conclusions sont les suivantes.

Dans le chapitre II, une technique d'observation microscopique est présentée. Dans le but de respecter le cahier des charges que l'analyse bibliographique préliminaire a permis de définir, un liant d'apport fluorescent sous un éclairage ultra violet a été utilisé. L'utilisation de ce liant a permis de différencier le liant d'apport du liant d'agrégats d'enrobé au sein d'un enrobé bitumineux compacté et préparé pour permettre l'observation. Cette technique d'observation a ensuite été automatisée pour être répétée un nombre de fois suffisant pour garantir une bonne représentativité. Cette automatisation a été rendue possible en définissant un protocole d'analyse d'images. Celui-ci consiste à réaliser une analyse comparée de deux photographies, l'une prise en lumière naturelle et l'autre prise en lumière UV. L'exploitation de la première photographie permet de quantifier la zone occupée par le liant résultant du mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé. La mesure du contraste généré par le liant d'apport fluorescent dans la seconde photographie permet de quantifier le liant noir des agrégats d'enrobé au sein de la zone de liant quantifiée précédemment. Les données présentées résultent de l'analyse d'échantillons prélevés durant l'étape de fabrication entre 20 s

et 10 min de malaxage et cela pour trois températures de fabrication 110°C, 130°C et 160°C. Chaque échantillon prélevé a été caractérisé par onze photographies. Le taux de recyclage de l'enrobé étudié est de 70 %.

Les résultats obtenus par l'observation microscopique montrent que lors du mélange des constituants de l'enrobé recyclé, des amas d'agrégats d'enrobé sont initialement présents à la surface des plus gros granulats de l'enrobé recyclé. La caractérisation visuelle de ces amas a permis de déterminer que ceux-ci sont constitués par l'agglutination des plus fines particules des agrégats d'enrobé. Ces amas sont donc composés de granulats d'agrégats d'enrobé et de liant d'agrégats d'enrobé. Les amas observés sont progressivement réduits sous l'effet de la température et du malaxage. Dans le but de quantifier la cinétique d'homogénéisation des enrobés recyclés, deux indicateurs sont définis : l'un mesure la présence des amas et l'autre mesure l'évolution de l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé. Dans le cadre des observations réalisées, la température de fabrication apparaît être le paramètre principal de la cinétique d'homogénéisation des enrobés recyclés. Ainsi, au regard des incertitudes de mesures, une baisse de 30°C de la température de fabrication nécessite un doublement de la durée de malaxage pour obtenir un degré identique de mélange des constituants.

Dans le chapitre III, un essai permettant de mesurer le degré d'homogénéité d'un enrobé fabriqué en laboratoire ou en centrale a été développé. Cet essai a pour principe de dissoudre progressivement le liant d'un enrobé recyclé. Le dispositif expérimental mis au point résulte de l'optimisation d'une méthode identifiée par la bibliographie. Cette optimisation réside dans l'aspersion de l'échantillon d'enrobé recyclé par un solvant. Comparativement aux essais identifiés dans la bibliographie, l'aspersion permet de ralentir la vitesse de dissolution du liant facilitant ainsi un échantillonnage fin tout en réduisant la quantité de solvant utilisée. Les produits résultant de la dissolution du liant de l'enrobé recyclé sont ensuite échantillonnés progressivement durant l'extraction. L'analyse de la composition chimique de ces échantillons composés de solvant, de liant d'agrégats d'enrobé et de liant d'apport est ensuite réalisée. Une première analyse permet de déterminer la concentration de liant bitumineux présent dans le solvant afin de connaître la masse de liant présente dans chaque solution. Une seconde analyse permet de déterminer la proportion entre le liant d'agrégats d'enrobé et le liant d'apport dans chaque solution. L'exploitation conjointe des données obtenues par ces deux techniques d'analyse chimique permettent de représenter, l'évolution de la part de liant d'agrégats d'enrobé en fonction de la quantité de liant extrait de l'enrobé. Le dispositif expérimental et la technique d'analyse chimique associée sont ensuite utilisés pour caractériser des enrobés recyclés fabriqués en laboratoire en faisant varier leur degré d'homogénéité. Ainsi, quatre échantillons d'enrobé bitumineux ont été étudiés par cette méthode : deux malaxés durant 40 s et 240 s à 160°C et deux malaxés durant 40 s et 240 s à 110°C. Le taux de recyclage de l'enrobé étudié est de 70 %.

Les résultats obtenus par cette technique d'extraction progressive montrent que le degré d'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé est fonction des conditions de fabrication. Dans le cas d'un mélange homogène du liant d'apport et du liant d'agrégats d'enrobé l'homogénéité se caractérise par une constance de la part de liant d'agrégats d'enrobé dans les solutions progressivement extraites de l'échantillon d'enrobé recyclé étudié. Dans le cas d'un mélange hétérogène, le faible degré d'homogénéité se traduit par une augmentation progressive de la quantité de liant d'agrégats d'enrobé dans les solutions extraites progressivement. La pente

représentant l'évolution de la part de liant d'agrégats d'enrobé durant l'extraction a été utilisée comme indicateur dans le but de quantifier l'influence des paramètres de fabrication sur le degré d'homogénéité du liant des enrobés recyclés. L'utilisation de cet indicateur a permis, par l'analyse d'échantillons d'enrobés recyclés fabriqués en laboratoire à 160°C, de mettre en évidence que la température de fabrication était le paramètre principal de la cinétique d'homogénéisation des enrobés recyclés. Cette observation a été confirmée par l'analyse d'échantillons à fort taux fabriqués en centrale à chaud. Ces analyses montrent que le liant de l'enrobé recyclé est totalement remobilisé. L'étude d'échantillons d'enrobés recyclés fabriqués en laboratoire a montré qu'à 110°C, un malaxage de 4 min était nécessaire pour obtenir un degré d'homogénéité comparable à celui d'un échantillon fabriqué à 160°C et malaxés 40 s. L'essai de d'extraction progressive indique que ces conditions de fabrication ne permettent pas d'obtenir un liant d'enrobé recyclé totalement homogène. La répétabilité de l'essai a été estimée au moyen d'un plan d'expériences. En tenant compte de la répétabilité de l'essai, trois degrés de mélange sont définis (homogène, intermédiaire et hétérogène). Pour une durée de malaxage de 40 s, les fabrications réalisées à une température inférieure à 130°C ou à des taux de recyclage supérieur à 40 % conduisent à un mélange hétérogène. Pour une durée de malaxage de 140 s, les fabrications inférieures à 130°C ou à des taux de recyclage supérieurs à 40 % conduisent à un mélange de type intermédiaire ou hétérogène. Pour une durée de malaxage de 240 s, les fabrications réalisées à une température inférieure à 130°C conduisent à un mélange de type intermédiaire.

Dans le chapitre IV, les caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés ont été mesurées afin de quantifier l'influence sur celles-ci du taux de recyclage de l'enrobé, de la température de fabrication et de la durée du malaxage. Les caractéristiques mesurées durant cette étude sont la résistance à l'orniérage (à 60°C et 30 000 cycles), le module de rigidité (en traction directe à 15°C 10Hz) et la résistance à la fatigue (en flexion deux points à 10°C 25Hz). Dans le cadre de cette étude, la méthode des plans d'expériences a été utilisée pour réduire le nombre des essais de 27 à 13. Les taux de recyclage étudiés (20 %, 45 % et 70 %) se situent dans une gamme allant des faibles aux forts taux de recyclage. La durée de malaxage évolue entre une durée minimale permettant l'enrobage des constituants et une durée maximale choisie en référence aux normes en vigueur (40 s, 140 s et 240 s). La gamme des températures étudiées débute à une température minimisant la remobilisation du liant des agrégats d'enrobé et se termine à la température traditionnelle de fabrication (110°C, 135°C et 160°C). Dans le cadre de cette étude, il a été supposé lors de la formulation que la totalité du liant des agrégats d'enrobé était remobilisée durant la fabrication. En conséquence, des liants d'apports ont été fabriqués pour chaque taux de recyclage étudié afin que la pénétrabilité du liant de l'enrobé recyclé soit indépendante du pourcentage de recyclage. Pour permettre l'exploitation des résultats de chaque essai mécanique par la méthode des plans d'expériences, la formulation de l'enrobé étudié a été réalisée afin que la granulométrie apparente de l'enrobé recyclé soit la même quelque soit le pourcentage de recyclage. Pour respecter ces contraintes, une attention particulière a été portée à la préparation et à la caractérisation des constituants neufs et recyclés utilisés lors des différentes fabrications. En complément, les agrégats d'enrobé ont été séparés en trois fractions pour garantir une variabilité minimale des matériaux recyclés. Ce fractionnement est essentiel pour garantir une granulométrie de l'enrobé et une pénétrabilité du liant de l'enrobé recyclé indépendante du taux de recyclage.



Les résultats obtenus par l'exploitation de la mesure des caractéristiques mécaniques, suivant la méthode des plans d'expériences, permettent de quantifier l'influence sur les caractéristiques mécaniques des paramètres de fabrication et du taux de recyclage. Concernant la résistance à l'orniérage, celle-ci est peu dépendante du taux de recyclage et se situe dans une plage de variation comprise entre 5 et 5,5% d'orniérage. L'utilisation d'un liant de grade élevé n'induit pas de réduction de la résistance à l'orniérage pour un taux de recyclage de 70 %. Une diminution de la température de fabrication semble légèrement favoriser la résistance à l'orniérage. Concernant le module de rigidité, une augmentation du taux de recyclage conduit à une diminution du module de rigidité. Pour les fabrications réalisées à 160°C, le module de rigidité est indépendant de la durée de malaxage. Pour les fabrications à 110°C, une durée de malaxage de 4 min est nécessaire pour obtenir un enrobé dont le module de rigidité est identique à celui obtenu à 160°C. Concernant la résistance à la fatigue, l'augmentation du pourcentage de recyclage et de la durée de malaxage conduisent à une augmentation de la résistance à la fatigue des enrobés fabriqués à 160°C. L'augmentation de la résistance à la fatigue avec le taux de recyclage n'est pas présente dans le cas des fabrications réalisées à 110°C.

Chaque axe de recherche développé apporte une information particulière sur le degré de mélange entre les matériaux recyclés et les matériaux d'apport. Il s'agit maintenant de comparer les axes étudiés afin de proposer une description des phénomènes survenant lors de la fabrication des enrobés recyclés.

À la vue des résultats présentés dans le chapitre IV, il est possible de distinguer l'influence des conditions de fabrication de l'enrobé de l'influence du taux de recyclage sur les caractéristiques mécaniques de l'enrobé.

Dans le cadre de l'étude de l'influence des conditions de fabrication des enrobés recyclés, il est important de noter que si l'on considère les caractéristiques mécaniques de module de rigidité et de résistance à la fatigue, les performances mécaniques maximales des enrobés recyclés sont obtenues pour une durée de malaxage de 240 s et une température de malaxage de 160°C. Les mesures de l'homogénéité présentées dans les chapitres II et III indiquent respectivement que pour ces conditions de fabrication, aucun amas d'agrégats d'enrobé n'est observé et que le degré de mélange, mesuré par l'essai d'extraction progressive, est qualifié d'homogène. L'intuition selon laquelle à un degré de mélange homogène correspondent des performances maximales est vérifiée.

Si l'on considère un degré de mélange dégradé par une réduction de la température et la durée du malaxage, le degré de mélange des enrobés recyclés évolue et les performances mécaniques mesurées se dégradent comparativement aux caractéristiques mécaniques maximales. Il est important de noter que la dégradation de performances mécaniques est faible pour le module de rigidité. Elle est en revanche nettement plus marquée en ce qui concerne résistance à la fatigue.

Pour une durée de malaxage de 40 s, les cinétiques de mélange présentées dans le chapitre II, montrent que des amas d'agrégats d'enrobé non intégrés au mélange sont présents au sein de l'enrobé recyclé pour des températures comprises entre 110°C et 135°C. L'essai d'extraction progressive présenté dans le chapitre III associe, à ces conditions de fabrication, un degré de mélange de type hétérogène. En considérant les caractéristiques mécaniques correspondantes à ces conditions de fabrication et donc à ce degré de mélange,

il apparaît que le module de rigidité est faiblement dégradé (~10%) alors que la résistance à la fatigue l'est plus fortement (~25%). Un degré de mélange hétérogène est alors caractéristique de la présence d'amas d'agrégats d'enrobé. Ces amas identifiés ont une faible influence sur le module de rigidité, mais dégrade fortement la résistance à la fatigue.

Pour une durée de malaxage de 240 s, le module de rigidité est indépendant de la température de fabrication alors que l'essai d'extraction progressive indique un degré de mélange de type intermédiaire en dessous de 135°C et un degré de mélange de type homogène au dessus de 135°C. Le module de rigidité est donc indépendant du degré d'homogénéité de l'enrobé étudié. Sur la même gamme de variation de la température de fabrication, l'évolution de la résistance en fatigue est fortement dépendante du degré de mélange. Pour un degré de mélange de type homogène, la résistance en fatigue sera proche de la valeur maximale alors que pour un degré de mélange de type intermédiaire, la résistance en fatigue sera dégradée (~15%).

Au regard des résultats présentés ci-dessus, l'essai d'extraction progressive permet de déterminer le degré de mélange pour lequel la résistance en fatigue sera dégradée. L'essai d'extraction progressive peut être appliqué pour caractériser le degré de mélange des enrobés fabriqués en centrale en vue de préconiser des ajustements des paramètres de fabrication visant à assurer la juste homogénéité des enrobés recyclés. Les essais réalisés sur des échantillons provenant de centrale de fabrication montrent que lors de la fabrication à chaud, les enrobés fabriqués présentent un degré de mélange homogène. Les échantillons étudiés proviennent de deux chantiers autoroutiers réalisés en 2010 par la société EUROVIA dans les régions d'Île de France et de Haute Normandie. Le degré d'homogénéité des enrobés recyclés à des températures inférieures aux températures traditionnelles peut être mesuré au moyen du dispositif expérimental présenté.

Si l'on considère l'influence du taux de recyclage sur les caractéristiques mécaniques, il est important de noter que pour un enrobé recyclé homogène (160°C, 240s), le module de rigidité baisse (~20%) alors que la résistance à la fatigue augmente (~20%) avec le taux de recyclage. Le degré de mélange correspondant à ces caractéristiques est qualifié d'homogène ce qui confirme les conclusions des essais présentés dans le chapitre II et qui montrent l'absence d'amas apparents pour le degré de mélange correspondant à ces conditions de fabrication. Le fait d'observer alors une diminution du module de rigidité et une augmentation de la résistance en fatigue signifie que les performances des enrobés recyclés ne peuvent se résumer aux seuls paramètres considérés.

Dans la continuité des études ici présentées caractérisant les performances mécaniques de enrobés recyclés, il s'agira de procéder en perspectives à l'identification du ou des paramètres supplémentaires qui sont la cause des évolutions constatées. Pour cela, il faudra procéder en deux actions distinctes : d'une part en considérant l'influence du taux de recyclage sur le module de rigidité et d'autre part en considérant l'influence des conditions de fabrication sur la résistance à la fatigue. Pour chacun de ces deux cas, l'objectif sera de déterminer, les modifications devant être apportées au liant d'apport pour annuler les effets de l'augmentation du taux de recyclage ou d'une baisse du degré de mélange.

Dans un premier temps, en considérant l'influence du taux de recyclage, il s'agit de réaliser une analyse comparative des modules de rigidité des enrobés recyclés à 20% et 70 %. Cette comparaison a pour objectif de déterminer la pénétrabilité du liant d'apport permettant au module de rigidité de la formule à 70 % de recyclage d'être égal au module de rigidité de la formule à 20%, soit 14 000 MPa. Cette action renseignera sur les justes modifications à apporter au liant d'apport pour annuler l'influence du taux de recyclage sur le module de rigidité. Les résultats obtenus permettront de proposer une adaptation de la règle de mélange des liants traditionnellement utilisée. En complément, une mesure de la résistance en fatigue de la formule obtenue permettra de préciser si la méthode de quantification du liant dans les enrobés est influencée par le taux de recyclage.

Dans un second temps, en considérant l'influence du degré de mélange sur la résistance en fatigue, il s'agit de réaliser une analyse comparative des résistances à la fatigue des enrobés recyclés à 70%. Cette comparaison a pour objectif de déterminer les caractéristiques du liant d'apport permettant à la résistance à la fatigue d'être indépendante du degré de mélange de l'enrobé recyclé. Cette action renseignera sur les possibilités d'adaptation du liant d'apport dans les cas de fabrication réalisées à paramètres constants.

Une fois que l'influence du liant d'apport aura été précisée et afin d'étendre les observations réalisées durant cette étude, il s'agira de préciser la manière dont d'autres types d'enrobés recyclés peuvent être influencés par le taux de recyclage et le degré de mélange. À titre d'exemple, les enrobés à module élevé sont classiquement fabriqués en utilisant un liant de grade 10/20 dont les caractéristiques sont proches de celles des liants d'agrégats d'enrobé.

Dans le but de poursuivre les investigations présentées, il est possible de considérer d'autres caractéristiques des enrobés bitumineux comme par exemple la tenue à l'eau, l'influence de l'utilisation d'additifs tièdes et de régénérants, ainsi que le retrait thermique empêché. Afin de permettre la comparaison des caractéristiques, ces mesures devront être réalisées sur des enrobés fabriqués de la manière décrite dans le présent document.

Au regard des résultats présentés dans ce travail de thèse, le recyclage des enrobés bitumineux peut être réalisé sans engager la durabilité mécanique des enrobés recyclés pour des taux inférieurs à 50 %, des températures supérieures à 130°C et des centrales de fabrication appropriées. Dans le cadre des fabrications industrielles réalisées à des taux de recyclage supérieurs à 50 %, des températures de fabrication inférieures à 130°C et/ou des outils non a priori dédiés au recyclage à fort taux, le degré d'homogénéité doit être pris en compte. Dans le but de garantir la durabilité mécanique des enrobés recyclés à fort taux ainsi produits, leur degré d'homogénéité peut être vérifié par la méthode d'extraction progressive proposée.



N° : ENAM 2011-0016

# RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AIPCR. (2003). "Recyclage des chaussées." (78.02.F), p.160.
- Arand, W. (2004). "Test methods to estimate the fatigue behaviour of asphalt - technical test specification resistance of asphalt to fatigue at medium and low temperature - swelling tensile test." *Eurasphalt & Eurobitume Congress*, Vienne.
- Arzan, M. (2007). "Fayat recycling book." p. 140.
- ASTM D 2042-09. (2009). "ASTM D 2042-01, Standard Test method for solubility of asphalt materials in trichloroethylene."
- BAAJ, H. (2002). "Comportement en fatigue des matériaux granulaires traités aux liants hydrocarbonés." INSA Lyon.
- Baroux, R., et Bonnot, J. (1982). "Le recyclage en centrale des enrobés bitumineux: une opération simple à première vue une technique qui pose des problèmes au laboratoires." *Revue générale des routes et des aérodromes*, 584, pp.89-92.
- Baroux, R., Champion, M., et Poirier, J. (1982). "Recyclage des enrobés en centrale. Aspects techniques." *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*, 119, pp.78-84.
- Berthiaux, H. (2002). "Mélange et homogénéisation des solides divisés." *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, (J3397), p.20.
- Berthier, J. (1982). "Le recyclage en centrale des enrobés bitumineux: Note technique provisoire." *Direction des routes*, p.28.
- Bicheron, G., Migliori, F., et Brûlé, B. (1992). "Bitume régénéré ou bitume + régénérant ?." *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*, 182, pp.83-88.
- Bloch, I., Gousseau, Y., Maître, H., Matignon, D., Pestquet-Popescu, B., Schmitt, F., Sigelle, M., et Tupin, F. (2005). *Le traitement des images - Tome 1 et Tome 2*. TSI - Télécom Paris. p.208.
- Bolk, et Zwan. (2000). "Thermal conversion of tar-containing asphalt integrated into the asphalt production process in combination with energy recovery and re-use of minerals." *2nd Euroasphalt & Eurobitume Congress*, Barcelona, p.10.
- Carpenter, S., et Wolosick, J. (1980). "Modifier influence in the characterization of hot-mix recycled materials." *Transportation Research Record*, 777, pp.15-22.
- Cazacliu, B., et Chevoir, F. (2009). "Modélisation de la fabrication des matériaux granulaires du génie civil - Cahier des charges-." (Opération fr recherche 11P102 "MOD-FAB" (2010-2014)), p.10.
- CFTR. (2005). "Aide au choix des granulats pour chaussées basée sur les normes européennes." (CFTR INFO N°10), p.12.
- Chappat, M., et Plaut, J. (1982). "Le recyclage des enrobés en centrale. Bilan un an après." *Revue générale des routes et des aérodromes*, 584, pp.5-15.

- Colwill, D. (2001). "Recyclage des chaussées souples existantes." *AIPCR*, (08.07.B - 2001), p.40.
- Corté, J. (1994). *Conception et dimensionnement des structures de chaussées - Guide technique*. L.C.P.C. , S.E.T.R.A. p.260.
- Dalibart, M., et Servant, L. (2000). "P2845 Spectroscopie dans l'infrarouge." *Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation*, (P2845), p.26.
- Daniel, J. S., et Lachance, A. (2005). "Mechanistic and volumetric properties of asphalt mixtures with recycled asphalt pavement." *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 1929(1), p.9.
- Delorme, J. L. (2007). "Manuel LPC d'aide à la formulation des enrobés à chaud: LPC mix design guide." *Etudes et recherches des Laboratoires des ponts et chaussées. Série Chaussées*, p.199.
- Desplanches, H., et Chevalier, J. (1999). "Mélange des milieux pâteux de rhéologie complexe: pratique." *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, (J3861), p.13.
- Deutscher Asphaltverband. (2009). "Wiederverwenden von asphalt." *Deutscher Asphaltverband*, p.60.
- Di Benedetto, D., et Breuil, P. (2007). "Spectrophotométrie d'absorption dans l'ultraviolet et le visible." *Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation*, (P2795v2), p.20.
- Direction des routes. (2003). *Les déchets et la route*. Direction des routes. p.20.
- Do, M. T., Tang, Z., Kane, M., et de Larrard, F. (2009). "Evolution of road-surface skid-resistance and texture due to polishing." *Wear*, 266,(5-6), pp.574–577.
- Druta, C., Wang, L., et Zhu, T. (2009). "Laboratory Investigation of Reclaimed Asphalt Pavement Mixed with Pure Binder Using X-Ray CT Scanner." *ICCTP 2009: Critical Issues In Transportation Systems Planning, Development, And Management*, Harbin, p.10.
- Ducasse, M. (2003). "Evolution du matériel." *Revue générale des routes et des aérodromes*, 823, pp.88-91.
- Dumont, A., et Junod, A. (2004). *Formulation et optimisation des formules d'enrobé*. EPFL-LAVOC. p.89.
- Duriez, M., et Arrambide, J. (1962a). *Nouveau traité de matériaux de construction - II*. Dunod. p.1491.
- Duriez, M., et Arrambide, J. (1962b). *Nouveau traité des matériaux de construction - III*. Dunod. p.1543.
- EAPA. (2006). *Asphalt in figure 2006*. European Asphalt Pavement Association. p.10.
- EAPA. (2010). *Asphalt in figures 2009*. European Asphalt Pavement Association. p.5.
- El Beze, L. (2008). "Recyclage à chaud des agrégats d'enrobés bitumineux: Identification de traceurs d'homogénéité du mélange entre bitume vieilli et bitume neuf d'apport." Aix-Marseille III. p.344.
- Elseifi, M., Al-Qadi, I., Yang, S., et Carpenter, S. (2008). "Validity of asphalt binder film thickness concept in hot mix asphalt." *TRB 2008 Annual meeting, 08-0603*, Washington D.C., p.16.
- EN 12607-1. (1999). "EN 12607-1: Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au

durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 1 : Méthode RTFOT.”

EN 12697-1. (2006). “NF EN 12697-1: Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Mélanges bitumineux - Partie 1 : teneur en liant soluble.”

EN 12697-22. (2007). “EN 12697-22 : Méthodes d'essai pour enrobés à chaud - Partie 22 : Essai d'orniérage..”

EN 12697-24. (2004). “EN 12697-24 : Méthodes d'essai pour enrobés à chaud - Partie 24 : Résistance à la fatigue.”

EN 12697-3. (2005). “EN 12697-3: Mélanges bitumineux- Partie 3 : Récupération des bitumes à l'évaporateur rotatif.”

EN 13108-8. (2006). “EN 13108-8: Mélanges bitumineux-Partie 8 : Agrégats d'enrobés.”

EN 1426. (2007). “EN 1426: Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille.”

Gandil, P., et Vesseron, P. (2001). “Circulaire n° 2001-39 du 18 juin 2001 relative à la gestion des déchets du réseau routier national.” *Circulaire conjointe du Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement et du Ministère de l'Équipement, des Transports et du Logement*, p.11.

Goupy, J. (2006). “Tutoriel: Les plans d'expériences.” *MODULAD*, (34), pp.74-116.

Government of Alberta. (2008). “Transportation laboratory test procedure TLT-300 (03) Mix Design Method for Asphalt Concrete Pavement, RACP aggregate and asphalt requirements and rheology design and pre-engineering materials evaluation.” p.11.

Harrigan, E. (2001). “Recommended use of reclaimed asphalt pavement in the superpave mix design method: Guidelines.” *National Cooperative Highway Research Program*, (253), p.17.

Huang, B., Li, G., Vukosavljevic, D., Shu, X., et Egan, B. K. (2005). “Laboratory Investigation of Mixing Hot-Mix Asphalt with Reclaimed Asphalt Pavement.” *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 1929(1), pp.37–45.

Huet, M., et Poirier, J. (1986). “Méthodologie d'étude en laboratoire des enrobés bitumineux de recyclage.” *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*, 144, pp. 89-94.

Imtiaz, A. (1991). *Use of waste materials in highway construction*. Joint transportation reseach program. p.111.

Kandhal, P., et Foo, K. (1997). *Designing recycled hot mix asphalt mixtures using Superpave technology*. NCAT 96-5. p.19.

Karlsson, R., et Isacsson, U. (2003a). “Application of FTIR to characterisation of bitumen rejuvenator diffusion.” *Journal of Materials in Civil Engineering*, 15(2), p.8.

Karlsson, R., et Isacsson, U. (2003b). “Laboratory studies of diffusion in bitumen using markers.” *Journal of Materials Science*, 38(13), pp.2835–2844.

Labrie, M. (1998). “Contrôle de la qualité du bitume PG H-L.” *Bulletin d'information technique*, 3(6), p.2.



- Lamontagne, J., Dumas, P., Mouillet, V., et Kister, J. (2001). "Comparison by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy of different ageing techniques: application to road bitumens." *Fuel*, 80(4), pp.483–488.
- Lamontagne, J., Mouillet, V., Kister, J., Durrieu, F., et Planche, J. (2002). "Application de la microscopie infrarouge à l'étude du vieillissement de bitume polymères." *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, (240), pp.15-26.
- Langumier, G. (1982). "Bilan de la campagne de recyclage en centrale de 1981: Point de vue de l'entreprise." *Revue générale des routes et des aérodromes*, (584), pp.17-25.
- LCPC. (1998). *Catalogue des dégradations de surface des chaussées, Méthode d'essai n°52, complément n°38-2*. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.
- Leroy, C., et Carre, D. (2011). "REACH, le bitume enregistré." *Revue générale des routes et des aérodromes*, (890), pp.43-43.
- Marquis, B. (2002). "Utilisation de scories d'acierie dans les chaussées." *Direction du laboratoire des chaussées*, 7(1), p.2.
- MEEDDAT. (2009). *Convention d'engagement volontaire des acteurs de conception, réalisation et maintenance des infrastructures routières, voirie et espace urbain*. MEEDDAT. p.13.
- Mokwa, R., et Peebles, C. (2005). "Evaluation of the engineering characteristics of RAP/AGGREGATE blends." *FHWA*, (FHWA/MT-05-008-8117-24), p.103.
- Moneron, P., Baudru, Y., Guiesse, B., et Quaranta, G. (1999). "La suppression des études préalables dans le cadre du recyclage des enrobés bitumineux à 10%." *Revue générale des routes et des aérodromes*, 785, pp.57-63.
- Moneron, P., et Measson, M. (2004). "Etude sur le recyclage à 15% à chaud en centrale des matériaux bitumineux dans les graves bitume." *Revue générale des routes et des aérodromes*, (831), pp. 10.
- Mouillet, V., Lamontagne, J., Durrieu, F., Planche, J. P., et Lapalu, L. (2008). "Infrared microscopy investigation of oxidation and phase evolution in bitumen modified with polymers." *Fuel*, 87(7), pp.1270–1280.
- Moutier, F. (1991). "Etude statistique de l'effet de la composition des enrobés bitumineux sur leur comportement en fatigue et leur module complexe." *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*, 172, pp.33-41.
- Mullins, O. C., Mitra-Kirtley, S., et Zhu, Y. (1992). "The electronic absorption edge of petroleum." *Appl. Spectrosc*, 46, pp.1405–1411.
- NF EN 1097-1. (1996). "NF EN 1097-1 : Essais pour la détermination des propriétés mécaniques et physiques des granualts - Partie 1: Détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval)."
- NF EN 1097-2. (1998). "NF EN 1097-2 : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 2 : Méthodes pour la détermination de la résistance à la fragmentation."

- NF EN 1097-8. (2000). "NF EN 1097-8: Essais sur les propriétés mécaniques et physiques des granulats - Partie 8: Détermination du coefficient de polissage accéléré."
- NF EN 12697-12. (2008). "NF EN 12697-12 : Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 12 : Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses."
- NF EN 12697-26. (2004). "NF EN 12697-26 : Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Mélanges bitumineux - Partie 26 : module de rigidité."
- NF EN 12697-3. (2005). "NF EN 12697-3: Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Mélanges bitumineux - Partie 3 : récupération des bitumes : évaporateur rotatif."
- NF EN 12697-31. (2007). "NF EN 12697-31: Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 31 : Confection d'éprouvette à la presse à compactage giratoire."
- NF EN 12697-33. (2004). "NF EN 12697-33 : Méthode d'essais pour mélange hydrocarbonnés à chaud - Partie 33 : Confection d'éprouvettes au compacteur de plaque."
- NF EN 12697-35. (2007). "NF EN 12697-35: Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud- Partie 35: Malaxage en laboratoire."
- NF EN 13108-1. (2007). "NF EN 13108-1: Spécification des matériaux : Les enrobés bitumineux."
- NF EN 14769. (2006). "NF EN 14769: Bitumes et liants bitumineux. Vieillessement long terme accéléré réalisé dans un récipient de vieillissement sous pression."
- NF EN 932-2. (1996). "NF EN 932-2: Propriétés générales des granulats - Partie 2: méthode de réductions d'un échantillon en laboratoire."
- NF P 98-251-1. (2002). "NF P 98-251-1: Essais statiques sur mélange hydrocarbonés -Partie 1: Essais DURIEZ sur mélanges hydrocarbonés à chaud."
- NF P98-149. (2000). "NF P98-149: Enrobés hydrocarbonés. Terminologie."
- Nguyen, V. H. (2009). "Effects of laboratory mixing methods and RAP materials on performance of hot recycled asphalt mixtures." Nottingham.
- Nielsen, C. (2007). "Modified bitumen in porous pavement - Assesment of test sections." Danish Road Institute - Technical note 53.
- Noureldin, A., et Wood, L. (1987). "Rejuvenator diffusion in binder film for hot-mix recycled asphalt pavement." *Transportation research record*, (1115), pp.51-61.
- Pepin, G., Brazillet, C., et Domas, J. (2001). "Caractérisation des déchets." *INERIS*, p.85.
- Pouteau, B. (2004). "Durabilité mécanique du collage blanc sur noir dans les chaussées." Ecole Centrale de Nantes. p.306.
- Prowell, B. D. (2007). *Warm mix asphalt: The internationnal scanning program - Summary report*. p.21.
- Redelius, P. G. (2000). "Solubility parameters and bitumen." *Fuel*, 79(1), pp.27-35.
- Renken, P. (2004). "Reuse of higher amouts of reclaimed asphalt in the surface cours - Basics to processing techniques and mechanical properties." *3rd Euroasphalt & Eurobitume Congress*,

Vienna, p.8.

Rohsenow, W., Harnett, J., et Ganic, E. (1985). *Handbook of heat transfert fundamentals*. Mac Graw-Hill Compagnies. p.1413.

Rossi, P., et Gavois, L. (2005). "C5360- Propriété des matériaux naturels." (C5360), p.14.

Samuels, J. (2001). "NCHRP Report 452 : Recommended use of reclaimed asphalt pavement in the superpave mix design method: Technician's manual." Transportation Research Board. p.58.

Scranton, G. (1999). "State of the Practice for Use of RAP in Hot-mix Asphalt." *Roads and Bridges*, (Janvier), p.3.

Serfass, J. (2008). *C5620-Recyclage en centrale des matériaux de chaussée*. Techniques de l'Ingénieur. p.13.

Serfass, J., Carbonneau, X., et Delfosse, F. (2011). "Enrobés à l'émulsion - Comportement et évaluation des BBE." *Revue générale des routes et des aérodromes*, (890), pp.36-43.

SETRA. (2006). *Fabrication des enrobés à chaud en continu*. SETRA. p.27.

SHELL. (2010). *FDS Mexphalt C 35/50*. SHELL. p.9.

Sherwood, J., Qi, X., et Romero, P. (1999). "GS3-1: Full-scale pavement fatigue testing fram FHWA Superpave validation study." *Internationnal conference on accelerated pavement testing*, Reno, p.27.

Silverstein, X. (1998). *Spectrométrie de composés organiques*. De Boeck Université, p.502.

Ulrich, R., Koppaiah, M., et Majmudar, V. (1991). "Application of the rotating disk method to the study of bitumen dissolution into organic solvents." *The canadian journal of chemical engineering*, (69), p.8.

USIRF. (2003). *Enquête USIRF 2003: Vers le zéro déchet*. p.2.

Vecoven, J., Ballié, M., Poirier, J., et Deleurence, J. (1992). "Bilan des chantiers de recyclage fort taux." *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 182, pp.61-69.

Warren, T., Gleason, S., Botswick, R., et Verbeek, E. (1999). *Ultraviolet Light and Fluorescent Minerals: Understanding, Collecting and Displaying Fluorescent Minerals (Rocks, Minerals and Gemstones)*. Gem Guides Book Company. p.209.

Wegan, V., et Brûlé, B. (1999). *The structure of polymer modified binders and corresponding asphalt mixtures*. Danish Road Institute - Report 92. p.30.

Wegan, V., et Eriksen, K. (1993). "Optical methods for the evaluation of asphalt concrete and polymer-modified bitumen." Danish Road Institue, Stockolm.

Wegan, V., et Nielsen, C. (2001). *Microsctrure of polymer modified binders in bituminous mixtures*. Danish Road Institute - Report 109. p.19.

Whiteoak, D., et Read, J. (2003). *Shell bitumen handbook 5th Edition*. Thomas Telford. p.464.

Wu, S., Qiu, J., Mo, L., Yu, J., Zhang, Y., et Li, B. (2007). "Investigation of temperature characteristics of

- recycled hot mix asphalt mixtures.” *Resources, Conservation and Recycling*, 51(3), pp.610–620.
- Xinjun, L., Marasteanu, M., Williams, R., et Clyne, T. (2008). “Effect of RAP (Proportion and Type) and Binder Grade on the Properties of Asphalt Mixtures.” *87th Annual Meeting of the Transportation Research Board*, Washington D.C., pp. 92-97.
- XP P98-142-1. (2003). “XP P98-142-1: Matériels de construction et d'entretien des routes.Fabrication des mélanges. Partie 1 : Contrôle de fabrication des enrobés hydrocarbonés à chaud avec utilisation d'un système d'acquisition des données..”
- Yoon, S., Bhatt, S. D., Lee, W., Lee, H. Y., Jeong, S. Y., Baeg, J. O., et Lee, C. W. (2009). “Separation and characterization of bitumen from Athabasca oil sand.” *Korean Journal of Chemical Engineering*, 26(1), pp.64–71.
- Zearley, L. (1979). “Pénétration characteristics of asphalt in a recycled mixture.” *Highway division - Office of materials - IOWA DOT*, (MLR79 3), p.17.
- Zhou, F., Das, G., et Sculliuon, T. (2010). *Rap stockpile management and processing in Texas: State of the practice and proposed guidelines*. FHWA/TX-10/0-6092-1. p.44.



# TABLES DES ANNEXES

Annexe I : complément d'information sur la formulation des enrobés .....	171
Annexe II : épreuve de formulation des enrobés bitumineux .....	177
Annexe III : critères de régularité d'une fabrication en centrale d'enrobé bitumineux.....	179
Annexe IV : exemples de caractéristiques de lots d'agrégats d'enrobé.....	180
Annexe V : études des agrégats d'enrobé français .....	181
Annexe VI : identification pétrographique simplifiée .....	186
Annexe VII : caractérisation de la cinétique de dissolution d'échantillons de bitume dans du tétrachloroéthylène.....	201
Annexe VIII : essai de lixiviation NF CEN/TS 14405.....	210
Annexe IX : Mexphalt C .....	211
Annexe X : exemple d'images traitées par le protocole d'analyse d'images et des zones d'agrégats d'enrobé détectées en conséquence .....	213
Annexe XI : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 6 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 160°C .....	216
Annexe XII : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 6 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 110°C .....	217
Annexe XIII : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 11 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 160°C .....	218
Annexe XIV : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 11 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 110°C .....	219
Annexe XV : exemples de photographies exploitées pour la réalisation des chromatogrammes.....	220
Annexe XVI : exemple de photographies LB/UV pour lequel le masque de lumière UV est nécessaire .....	229
Annexe XVII : fiche de donnée et de sécurité du Tétrachloroéthylène .....	231
Annexe XVIII : Calibration de la spectrophotométrie UV-VIS.....	235
Annexe XIX : présentation de la méthode d'analyse des spectres infrarouge permettant la détermination de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé des solutions <i>Sol<sub>i</sub></i> .....	237
Annexe XX : Tutoriel - LES PLANS D'EXPÉRIENCES par Jacques Goupy .....	241

Annexe XXI : évolution de $C_{LAE}^{LER}$ par l'exploitation des résultats de la lixiviation d'échantillons d'enrobé recyclé .....	254
Annexe XXII : évolution de la pente $a$ en fonction des conditions de fabrication selon la méthode des plans d'expériences .....	262
Annexe XXIII : présentation des résultats de la lixiviation d'enrobés recyclés fabriqués en centrale à 160°C et 180°C et à fort taux de recyclage .....	263
Annexe XXIV : vieillissement simulé de liants d'enrobé recyclé .....	267
Annexe XXV : caractérisation des matériaux utilisés pour la fabrication d'enrobé recyclé .....	272
Annexe XXVI : présentation des formules à 20%, 45% et 70% de recyclage .....	275
Annexe XXVII : préparation des liants d'apport .....	280
Annexe XXVIII : fractionnement et homogénéisation des agrégats d'enrobé .....	282
Annexe XXIX : caractéristiques intrinsèques des granulats des agrégats d'enrobé .....	288
Annexe XXX : mesure de l'évolution de l'adhérence en fonction du pourcentage de recyclage au moyen de la machine Wehner & Schulze .....	289
Annexe XXXI : résultats des mesures des caractéristiques mécaniques des 13 fabrications réalisées durant l'étude des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés .....	294
Annexe XXXII : résultats du plan d'expériences présentés au moyen de courbe de niveau .....	297
Annexe XXXIII : comparaison du module de rigidité à 10°C mesuré en traction directe et mesuré en flexion 2 points .....	301
Annexe XXXIV : sensibilité à la température par comparaison des modules en traction directe à 15°C et 10°C .....	303
Annexe XXXV : calcul de l'incertitude sur la composition d'un enrobé recyclé à fort taux (70% - cas le plus défavorable) .....	304

## Annexe I : complément d'information sur la formulation des enrobés

La composition d'un enrobé, aussi appelée formule, précise l'ensemble des données nécessaires à la fabrication d'un enrobé. La formule d'un enrobé précise les caractéristiques suivantes :

### I- Caractéristiques du liant bitumineux

Les caractéristiques du liant bitumineux traduisent principalement la consistance à température ambiante (EN 1426 - mesure de la pénétrabilité) et la susceptibilité de ce liant à la température (EN 1427 - Mesure de la température de la bille et de l'anneau). Ces données permettent de classer les liants bitumineux en grade (NF EN 12591 - Spécification des bitumes routiers). Les grades de bitumes sont désignés par une gamme de pénétrabilité dans laquelle se situe celle du liant considéré (Grade 35/50, ..., Grade 160/220). Le liant bitumineux confère aux enrobés ses propriétés viscoélastiques. Ainsi en fonction de la température, la rigidité de l'enrobé repose sur la consistance du liant bitumineux dont il est composé, ainsi que la proportion de celui-ci.

- **Mesure de la pénétrabilité à l'aiguille (EN 1426)**

La pénétrabilité à l'aiguille représente la profondeur d'enfoncement d'une aiguille normalisée dans le bitume. L'aiguille est soumise à une charge de 100 grammes pendant 5 secondes à température contrôlée. Cette mesure permet de déterminer le grade d'un bitume. Ainsi, un bitume 10/20 sera un bitume dans lequel l'aiguille s'enfonce entre 10 et 20 dixièmes de millimètre lors de l'essai. Les grades supérieurs 20/30, 35/50, 70/100 et 160/220 sont définis de la même manière (NF EN 12591 - Spécification des bitumes routiers).

- **Mesure de la température de la bille et de l'anneau (EN 1427)**

Cet essai mesure la température de ramollissement du bitume. Pour ce faire, un disque de bitume est mis en forme dans un anneau de taille normalisée et sur lequel une bille d'acier est posée. L'ensemble est positionné dans un bain d'eau à 5°C. Ce bain est soumis à une évolution de la température de 5°C/min. L'eau en chauffant provoque le ramollissement du disque de bitume qui est ensuite traversé par la bille. La température à laquelle la bille traverse le disque de bitume est appelée température de la bille et de l'anneau (TBA – Température Bille-Anneau). Cette mesure est exprimée en °C et complète la définition des bitumes en imposant une différence de 8°C entre chaque grade de bitume (NF EN 12591).

### II- Caractéristiques des granulats

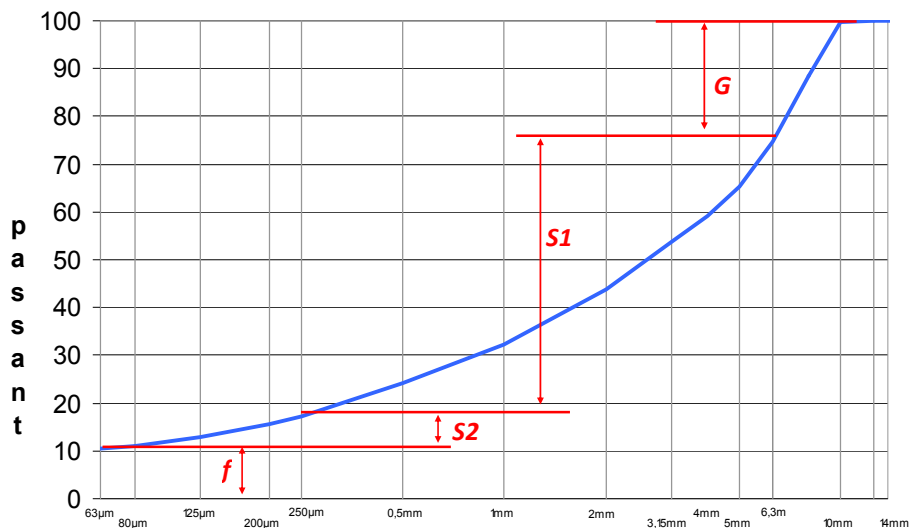
Un lot de granulat appelé fraction est désigné par les dimensions inférieure et supérieure des granulats qui le constituent (Ex. fraction 2/4, constituée de granulats entre 2mm et 4mm). Les granulats présents dans un enrobé résultent du mélange de différentes fractions de granulats. La répartition massique de la dimension des granulats d'un enrobé est appelée granulométrie (NF EN 933-1 - Détermination de la granularité). Elle caractérise le squelette granulaire de l'enrobé et distingue les éléments du mélange par leur dimension. Les gros éléments sont les *gravillons* (entre 2mm et 45mm) et les plus fins sont les  *fines*  (dimension inférieure à 63µm). La désignation *sable* caractérise les éléments de dimension intermédiaire (entre 63µm et 2mm). La granulométrie est classiquement complétée par la mesure de la masse volumique des granulats (NF EN 1097-6) (Duriez et Arrambide 1962a). En fonction des caractéristiques de l'enrobé, les caractéristiques mécaniques des granulats



(caractéristiques intrinsèques) sont évaluées par la mesure entre autres de leur résistance à l'usure, au polissage et à la fragmentation. Par exemple, la caractérisation de la résistance au polissage des granulats (Polished Stone Value - PSV NF EN 1097-8) valide normativement l'utilisation de ceux-ci en couche de roulement afin d'en prévenir une usure prématurée. Les caractéristiques intrinsèques des granulats dépendent de leur origine géologique (nature pétrographique).

- **Granulométrie (NF EN 933-1)**

Le squelette granulaire d'un enrobé bitumineux est le mélange de plusieurs fractions granulaires. La détermination de la granulométrie des granulats, appelée aussi granularité, est nécessaire à la caractérisation du squelette granulaire d'un enrobé. Cette mesure est réalisée par juxtaposition successive de tamis à mailles calibrées dans le but de déterminer la masse de granulats passant chaque tamis. Cet essai permet de construire la courbe granulométrique qui représente la répartition massique de la taille des granulats du squelette granulaire d'un enrobé.



- **Surface spécifique ( $\Sigma$ )**

La courbe granulométrique présentée ci-dessus permet de calculer la surface spécifique  $\Sigma$  ( $m^2 \cdot kg^{-1}$ ) des granulats selon l'équation suivante :

$$\Sigma = (0,25 \cdot G + 2,3 \cdot S1 + 12 \cdot S2 + 150 \cdot f) / 100$$

Dans cette équation,  $G$ ,  $S1$ ,  $S2$  et  $f$  sont les fractions massiques des granulats définies comme suit à partir de la courbe granulométrique.

- $G$  : Fraction massique des granulats supérieurs à 6,3 mm (%)
- $S1$  : Fraction massique des granulats compris entre 6,3mm et 250 µm (%)
- $S2$  : Fraction massique des granulats compris entre 250 µm et 63 µm (%)
- $f$  : Fraction massique des granulats inférieurs à 63 µm (%)

La surface spécifique ici définie est une estimation de la surface devant être recouverte de bitume. Cette surface permet par la suite de déterminer la quantité de bitume nécessaire à la composition de l'enrobé. La valeur du coefficient multiplicatif de la proportion massique des fines montre l'importance de leur contribution à la surface spécifique de l'enrobé. La masse de bitume nécessaire à la fabrication d'un enrobé est déterminée en faisant appel à la notion de module de richesse qui peut être assimilé à une épaisseur de liant bitumineux recouvrant les granulats.

- **Mesure de la masse volumique des granulats (NF EN 1097-6)**

La masse volumique des granulats est déterminée en utilisant une pièce de verrerie au volume parfaitement connu appelée pycnomètre. En remplissant ce volume de granulats et d'eau et en réalisant la pesée de l'ensemble, la masse des granulats ainsi que le volume qu'ils occupent sont déterminés. Ces données permettent de déterminer la masse volumique des granulats. La mesure de la masse volumique des granulats permet de tenir compte de la différence de masse volumique entre le type de granulat utilisé pour formuler l'enrobé et le type de granulat de masse volumique égale à 2,65 utilisé par Duriez dans ses travaux sur les enrobés bitumineux (Duriez et Arrambide 1962a). Le facteur de correction, ratio des deux masses volumiques précédentes, est un multiplicateur de l'équation qui permet par la suite de calculer la valeur de la teneur en liant de l'enrobé.

- **Caractéristiques mécaniques des granulats**

La caractérisation des performances mécaniques des granulats est réalisée au moyen d'essais qui évaluent la résistance à l'usure (Essai micro-Deval, *NF EN 1097-1*), la résistance à la fragmentation (Essai Los Angeles, *NF EN 1097-2*) et la résistance au polissage accéléré des gravillons utilisés en couche de roulement (Polished stone value, *NF EN 1097-8*). Ces essais sont nécessaires pour valider l'utilisation des granulats dans la fabrication des enrobés bitumineux. Des performances minimales déterminent les limites techniques d'utilisation des granulats caractérisées.

#### **Essai Los Angeles :**

L'essai Los Angeles est défini par la norme NF EN 1097-2 (NF EN 1097-2 1998). Cet essai permet de déterminer la résistance à la fragmentation des granulats. Il consiste à disposer dans un tambour rotatif un granulat soumis à l'essai et des boulets en acier d'un diamètre de 47 mm et d'une masse comprise entre 420 et 445 g. Le matériau soumis à l'essai peut avoir les granulométries suivantes : 4/6,3 mm, 6,3/10 mm, 10/14 mm et 25/50 mm. Le tambour effectue 500 rotations. Lorsque les rotations sont achevées, on calcule le coefficient Los Angeles à partir du pourcentage de granulats retenus sur un tamis de contrôle, généralement de 1,6 mm. Comparée à la masse introduite dans le tambour au début de l'essai, le ratio donne le coefficient LA. Si moins de 20% de la masse initiale de granulats soumis à l'essai est réduite à une dimension inférieure à 1,6 mm, les granulats soumis à l'essai sont de catégorie B ou A. Cette codification caractérise des granulats de qualité.

#### **Essai Micro Deval :**

L'essai micro-Deval, caractérise la résistance des granulats à l'usure par attrition. Suivant la définition de la norme NF EN 1097-1 (NF EN 1097-1 1996), l'essai micro-Deval détermine le coefficient micro-Deval qui est le pourcentage de l'échantillon d'origine réduit à une dimension inférieure à 1,6 mm par rotation dans un cylindre.

L'essai consiste à mesurer l'usure dans des conditions définies par frottements réciproques des granulats dans un cylindre en rotation avec une charge abrasive (bille acier de 1 cm de diamètre). Lorsque la rotation est achevée, on calcule le coefficient micro-Deval à partir du pourcentage de granulats retenus sur un tamis de 1,6 mm. La méthode décrite dans la norme est réalisée avec des granulats secs en présence d'eau. Le matériau soumis à l'essai peut avoir les granulométries suivantes : 4/6,3 mm, 6,3/10 mm, 10/14 mm et 25/50 mm. Si moins de 20% de la masse initiale de granulats soumis à l'essai est réduite à une dimension inférieure à 1,6 mm, les granulats soumis à l'essai sont de catégorie B ou A. Cette codification caractérise des granulats de qualité.

#### **Essai Polished Stone Value :**

L'essai Polished Stone Value (PSV) est défini par la norme NF EN 1097-8 (NF EN 1097-8 2000). L'essai PSV a pour objectif de quantifier la résistance au polissage des granulats. Dans ce but quatre éprouvettes sont réalisées dans des conditions normalisées à partir de granulats de la fraction 6/10 mm dont les granulats plats d'épaisseur inférieure à 7,2 mm ont été supprimés. Ces éprouvettes sont une mosaïque constituée d'un nombre de granulats compris entre 36 et 46 granulats. La mosaïque constituée est rigidifiée pour former des plaquettes par une colle bi-composant liant un sable fin. Les plaquettes réalisées sont usées mécaniquement. L'usure mécanique est réalisée par un dispositif dédié. Les plaquettes sont disposées à la périphérie d'une roue. L'usure est réalisée par l'action conjointe, sur la roue, d'émeri et d'un galet en caoutchouc sous écoulement d'eau. Le coefficient de frottement des plaquettes est mesuré par un pendule de frottement. Ce coefficient de frottement est la valeur PSV. Si la valeur PSV est supérieure à 56, les granulats soumis à l'essai sont de catégorie A. Si la valeur PSV est supérieure à 50, les granulats soumis à l'essai sont de catégorie B. Pour les deux codifications A ou B, les granulats sont de qualité et peuvent être utilisés en couche de roulement.

### **III- Quantification du besoin de l'enrobé en liant bitumineux**

- **teneur en liant : proportion entre le liant bitumineux et les granulats**

La proportion massique entre le liant bitumineux et les granulats est communément appelée teneur en liant. Elle est exprimée en partie pour cent ( $TL$  en ppc) ou en pourcent ( $tl$  en %) dépendamment du fait quelle est définie relativement à la masse de granulat ou à la masse d'enrobé bitumineux. La teneur en liant permet de connaître la quantité de bitume présent dans un enrobé bitumineux. Elle est définie en référence à la quantité de granulats présents dans le mélange selon l'équation suivante :

$$TL = \frac{m_L}{m_G}$$

Cette équation permet de calculer la teneur en liant  $TL$  en pour cent extérieurs (ppc). Ainsi, pour fabriquer un enrobé possédant une teneur en liant de 5,6 ppc, il sera nécessaire de mélanger 5,6 kg de bitume avec 100 kg de granulats.

La teneur en liant des enrobés est définie normativement d'une seconde manière, relativement à la masse d'enrobé :

$$tl = \frac{m_L}{m_G + m_L}$$

Dans l'équation précédente, la teneur en liant  $tl$  est exprimée en pourcentage intérieur (%). La masse de bitume nécessaire à la fabrication d'un enrobé est définie dans ce cas par rapport à la masse totale du mélange.

Une équation de correspondance permet de calculer la teneur en liant en pourcentage intérieur à partir de la teneur en liant en pourcentage extérieur.

$$tl = \frac{TL}{1 + TL}$$

- **Module de richesse**

L'épaisseur théorique de liant recouvrant les granulats se traduit dans la technique de formulation des enrobés bitumineux par la notion de module de richesse  $K$ . Le module de richesse est un paramètre de formulation qui représente idéalement l'épaisseur de film de liant qui entoure les granulats dans un enrobé bitumineux. Le fait de fixer le module de richesse permet de calculer la teneur en liant ( $TL$ ) de l'enrobé en utilisant l'équation suivante :

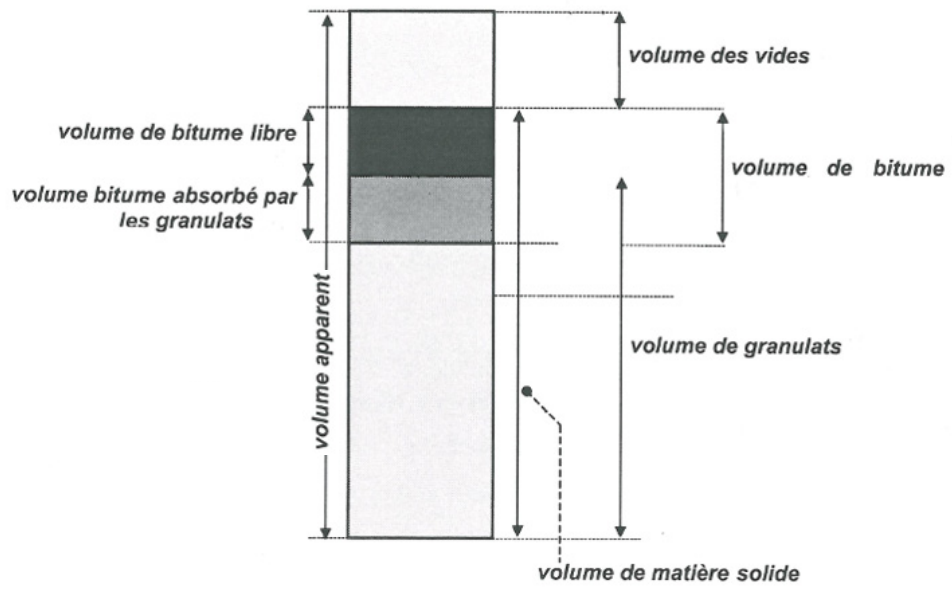
$$TL = K \cdot \frac{2,65}{\rho_G} \cdot \sqrt[3]{\Sigma}$$

On retrouve dans cette équation la surface spécifique  $\Sigma$  des granulats ainsi que  $\rho_G$ , la masse volumique des granulats en  $g.cm^{-3}$ . Les enrobés appelés bétons bitumineux ont généralement un module de richesse compris entre 3 et 3,8 en fonction des propriétés recherchées (Duriez et Arrambide 1962a) (Duriez et Arrambide 1962b). Par l'augmentation du module de richesse, la part de bitume dans l'enrobé augmente conférant ainsi les propriétés hydrophobes du liant bitumineux à l'enrobé pour l'utiliser en produit d'étanchéité.

#### IV- Mise en forme

- **Mesure de la teneur en vide**

Les caractéristiques des enrobés bitumineux étant fortement dépendantes de la teneur en vide, elle est un des points essentiels à vérifier. Cette donnée est obtenue en mesurant la masse volumique d'une éprouvette d'enrobé compactée et en la comparant à la masse volumique de l'enrobé non compacté (mesurée au pycnomètre ou calculée par composition des densités des produits). La différence existante entre la masse volumique compactée et non compactée permet de quantifier la présence de vides dans l'enrobé compacté. La masse volumique de l'éprouvette compactée est déterminée par pesée hydrostatique. La densité de l'enrobé non compacté est déterminée par la méthode du pycnomètre (comme pour les granulats). Une mesure de l'absorption des rayonnements gamma du matériau permet aussi d'obtenir la masse volumique de l'enrobé compacté. Cette dernière méthode est appelée masse volumique au banc gamma. Les données recueillies et les masses volumiques des constituants permettent d'identifier la composition volumique de l'enrobé bitumineux.



Représentation de la composition volumique d'un enrobé d'après (Delorme 2007)

## Annexe II : épreuve de formulation des enrobés bitumineux

Une épreuve de formulation est une série d'essais auxquels un enrobé est soumis. Chaque essai a pour principe de simuler un phénomène physique représentant un phénomène réel jugé comme facteur limitant l'utilisation d'un enrobé en technique routière. Les caractéristiques testées sont les suivantes. Elles sont classées selon 4 niveaux.

- **Niveau 1 :**

- 1) Presse à cisaillement giratoire (EN 12697-31)

L'*aptitude au compactage* indique la compatibilité de l'enrobé formulé avec les outils industriels de pose des enrobés. L'objectif de la presse à cisaillement giratoire est ainsi de mesurer l'évolution de la teneur en vides d'une masse normalisée d'enrobé positionnée dans un cylindre vertical. La teneur en vides de cette masse évolue sous l'effet de la force exercée à chaque rotation d'un disque simulant les efforts d'un compactage sur chantier. La réussite de cet essai est conditionnée par l'obtention d'une gamme de teneur en vides spécifique pour un nombre de rotations donné. Cet essai fixe le pourcentage volumique de vides des éprouvettes utilisées pour les essais suivants.

- 2) Tenue à l'eau (EN 12697-31)

La *tenue à l'eau* (essai Duriez) reflète la capacité de l'enrobé à conserver sa cohésion sous l'effet de l'eau. L'essai est réalisé par comparaison des résistances mécaniques d'une éprouvette immergée dans l'eau et d'une éprouvette non immergée.

- **Niveau 2 : Résistance à l'orniérage (EN 12697-22)**

La *résistance à l'orniérage* (Essai d'orniérage) traduit la résistance aux déformations permanentes de l'enrobé formulé provoquées par le passage répété des pneumatiques lorsque l'enrobé fait face à un trafic lourd. Cette résistance se traduira par une faible évolution de la hauteur moyenne de l'éprouvette sous l'effet du trafic simulé par l'orniéreur. L'objectif de l'essai d'orniérage est de caractériser la résistance à l'écrasement d'une éprouvette parallélépipédique d'enrobé sous l'action du passage répété d'un pneu appliqué avec une force de 5 kN. L'action de l'essieu se matérialise durant l'essai par la création d'une ornière dont la profondeur est mesurée plusieurs fois durant les 30 000 passages (cycles) de la charge. La profondeur de l'ornière rapportée à l'épaisseur initiale de l'éprouvette permet de calculer le pourcentage d'orniérage attribué à la formule de l'enrobé étudié. La réussite de cet essai est conditionnée par un pourcentage d'orniérage inférieur aux spécifications pour un nombre de cycles donné.

- **Niveau 3 : Module de rigidité (NF EN 12697-26)**

La *résistance mécanique aux forces de traction* (essai de module de rigidité) est déterminée en petites déformations en mesurant la déformation induite lors de l'application d'une contrainte uni-axiale sur une éprouvette. Le rapport de la contrainte exercée et de la déformation relative permet de caractériser le module de Young de l'enrobé (MPa), appelé aussi module de rigidité ou simplement module. De part la nature bitumineuse de l'enrobé qui confère aux enrobés des caractéristiques de déformations variables en fonction de la température

et de la vitesse d'application des contraintes, les conditions de températures et de vitesse de déformations sont normalisées. Les conditions normatives sont de 15°C et 10Hz dans le cas d'un chargement cyclique (Compression axiale sinusoïdale) et de 15°C et 0,02 secondes dans le cas d'un chargement monotone (Traction directe). Une valeur mesurée de module supérieure à la valeur normative permet d'utiliser l'enrobé dans les couches structurelles de la structure routière.

- **Niveau 4 : Résistance à la fatigue (NF EN 12697-24)**

La *résistance à la fatigue* (essai de fatigue) révèle l'aptitude de l'enrobé à résister sans se rompre lors de la répétition de sollicitations mécaniques. L'objectif de l'essai de fatigue est de déterminer le nombre de cycles nécessaires pour considérer une éprouvette trapézoïdale, fixe en partie basse, fissurée par l'effort induit par le déplacement imposé de son sommet. Une éprouvette est considérée fissurée si l'effort nécessaire pour imposer le déplacement au Nième cycle est réduit de moitié par rapport à l'effort exercé en début d'essai. De part la forte variabilité de cet essai et des matériaux bitumineux, 18 éprouvettes sélectionnées sont testées par lots uniformes de 6 éprouvettes à 3 niveaux de déformation différents. À partir de ces trois niveaux, une régression est calculée. Elle conduit à la détermination de la déformation maximale permettant de résister à 1 million de cycles de déformation. Cette déformation est appelée microdéformation ( $\varepsilon_6$ ) et caractérise la durabilité mécanique d'un enrobé. Par durabilité mécanique sont exclues les phénomènes de vieillissement physicochimique du liant et les possibles autoréparations des microfissures sous l'action de la température.

## Annexe III : critères de régularité d'une fabrication en centrale d'enrobé bitumineux

Les exigences définies dans le tableau ci-dessous précisent les écarts acceptables entre la formule de l'enrobé, définie lors de l'épreuve de formulation, et la composition de l'enrobé fabriqué. Ces écarts sont évalués en séparant le liant bitumineux des granulats en utilisant un solvant chloré puis en mesurant la granulométrie des granulats par l'utilisation de tamis calibrés. Ces mesures sont réalisées durant la production à une fréquence de 4 échantillons prélevés tous les 6000 tonnes d'enrobé fabriqué. Ce contrôle est essentiel pour garantir le respect de la formule et par conséquent les performances attendues sous trafic de l'enrobé bitumineux.

<b>Calibre des granulats</b>	<b>6,3 mm</b>	<b>2 mm</b>	<b>0,08 mm</b>	<b>Teneur en liant</b>	
<b>Tolérances</b>	<b>± 4%</b>	<b>± 3%</b>	<b>± 1%</b>	<b>Tolérance</b>	<b>± 0,3 %</b>

*Présentation des tolérances de fabrication considérées acceptables selon la norme XP P98-142-1*



## Annexe IV : exemples de caractéristiques de lots d'agrégats d'enrobé

<b>Exemples des caractéristiques des agrégats d'enrobé au sens de la norme XP P 98-135</b>						
<b>Analyse de la granulométrie des agrégats d'enrobé</b>	<b>Type 0/D</b>	0/14	0/14	0/14	0/10	0/10
	<b>Passant moyen à D (%)</b>	95	90	96	96	99
	<b>Etendue (%)</b>	7	15	5	5	1
	<b>Passant moyen à 2mm (%)</b>	43	40	44	45	50
	<b>Etendue (%)</b>	26	21	14	12	7
	<b>Passant moyen à 63 µm (%)</b>	8	9	12	12	12
	<b>Etendue (%)</b>	3	5	5	4	2
<b>Caractéristiques du liant</b>	<b>TL (ppc)</b>	4,53	4,46	4,79	4,25	5,3
	<b>Etendue (ppc ou %)</b>	2,03	1,6	0,99	0,64	0,8
	<b>Pénétrabilité (1/10 mm)</b>	-	-	16	13	12
	<b>Etendue</b>	-	-	7	8	-
	<b>TBA (°C)</b>	-	-	69	73	73
	<b>Etendue</b>	-	-	5	12	-
<b>Caractéristiques des granulats</b>	<b>LA sur fraction 6/10 (%)</b>	-	-	-	16	16
	<b>MDE sur fraction 6/10 (%)</b>	-	-	-	9	9
	<b>PSV sur fraction 6/10</b>	-	-	-	-	51

Présentation de caractéristiques provenant de fiches techniques d'agrégats d'enrobé français

## Annexe V : études des agrégats d'enrobé français

### I-) Méthodologie de l'étude

Les Délégations Techniques des régions administratives de la Société EUROVIA mettent à disposition des lots d'agrégats pour qu'ils soient caractérisés. Ces agrégats proviennent des stocks d'agrégats de plusieurs régions françaises. Ces stocks sont constitués par concassage des fraisats et plaques d'enrobés obtenues principalement par la déconstruction des chaussées lors des travaux de rénovation.

Une attention particulière sera portée aux matériaux afin de ne pas engendrer lors des manipulations en laboratoire de modification des propriétés du liant des AE. De même, les techniques de prélèvement seront appliquées pour préserver la représentativité des échantillons.

#### Travail préparatoire :

1) A réception, référencement, stockage et enregistrement des informations fournies par les expéditeurs.

2) Chaque lot est d'environ 16 kg. Par quartage de cette masse, deux lots sont extraits. Ces lots sont d'environ 4 kg en nommés Lot X Ech.1 et Lot X Ech.2 (X désignant l'identifiant du lot)

Ces deux lots seront mis à sécher (séchage 72H à 40°C). Cette étape permettra de calculer la teneur en eau des agrégats.

#### Analyse granulométrique :

1) Sur chaque échantillon sec de lot d'agrégats, nous réaliserons une analyse granulométrique. Ces granulométries seront identifiées GD1 et GD2 pour les échantillons Ech.1 et Ech.2. Les données seront reportées sur la feuille PIR 38/2 du lot.

2) La moyenne de ces granulométries donnera une courbe granulométrique représentative du lot étudié.

#### Reconstruction du passant pour l'extraction :

1) Afin de ne pas introduire d'erreur dans la teneur en liant du lot étudié, la courbe granulométrique destinée au désenrobage sera reconstruite à partir des informations de la première granulométrie et des moyennes des passants des deux granulométries. La première granulométrie donne une approximation du pourcentage de granulats perdus lors de tamisage. Cette information permet de prévoir la masse finale de la seconde granulométrie et de calculer à chaque passant, de la seconde granulométrie, la masse à prélever pour reconstruire les 1500g nécessaires à l'extraction et à la récupération du liant. Cette méthode permet de conserver la relation entre la gradation du squelette granulaire et la teneur en liant de l'échantillon étudié. Les masses mesurées seront reportées sur la feuille PIR38/2.

2) Afin de vérifier la perte effective lors de la seconde granulométrie, nous pèserons les rejets issus du prélèvement dans un contenant préalablement taré. Le report de ces données se fera sur la feuille PIR 38/2

Extraction :

- 1) La teneur en liant est calculée par pesée différentielle avant et après extraction et mesurée par pesée du bitume récupéré. Report des données sur la feuille PIR38/3.
- 2) Préparation du pot de pénétrabilité et des anneaux. Numérotation des échantillons.
- 3) Les mesures de pénétrabilité et TBA se feront le vendredi

Analyse post désenrobage :

- 1) Analyse granulométrique des granulats désenrobés. Report des données sur la feuille PIR38/3.
- 2) Analyse pétrographique simplifiée (teneur en matériaux calcaires) par fractions 6/10mm (en prévision de la réalisation d'essais de polissage accéléré (PSV).
- 3) Ensachage, numérotation des échantillons et conservation.

Analyses complémentaires :

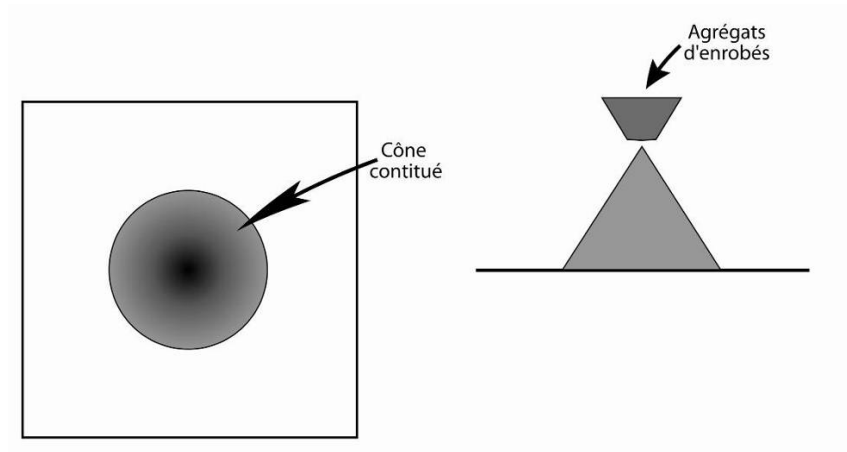
- 1) Analyse IR, Teneur en asphaltènes
- 2) Teneur en matériaux calcaires
- 3) Extraction des granulats nécessaires à la réalisation des plaquettes de PSV sur des échantillons sélectionnés en fonction de leur nature pétrographique simplifiée.

**II) Méthode de division des échantillons**

La méthode de division des lots d'agrégats d'enrobé permet d'être le plus représentatif possible de l'échantillon étudié. Pour cela, nous diviserons le lot étudié en quatre quarts. Dans le but de minimiser la perte des fractions les plus fines, cette division sera réalisée sur les agrégats humides afin de réduire le phénomène de ségrégation.

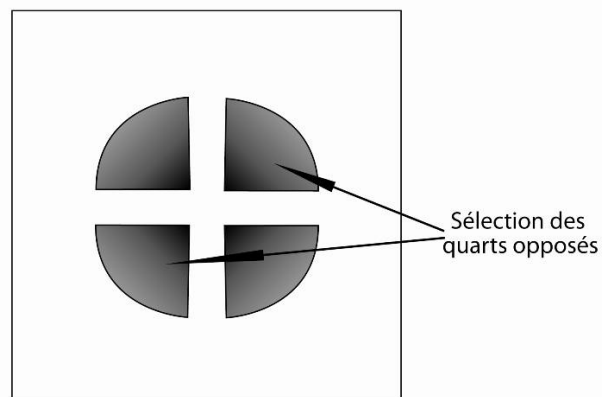
- 1) Élévation du cône à diviser

La constitution du cône à diviser et la division de celui-ci est réalisée sur une bâche plastifiée renouvelée à chaque opération. L'utilisation d'un entonnoir conique permet d'élever le cône. Celui-ci doit être régulier, c'est-à-dire ayant une base circulaire et des pentes régulières selon les figures suivantes.



## 2) Division du cône

La division du cône se fait par deux droites perpendiculaires passant par le sommet du cône. Les échantillons sélectionnés sont les quarts opposés selon la présentation sur la figure suivante.



## III) Conservation des échantillons

Afin de permettre un complément d'information si besoin, tous les éléments, à l'exception des solvants et de la TBA, sont conservés. Tous les contenants doivent être numérotés pour permettre l'identification ultérieure du contenu.

L'ensemble des échantillons sera identifié avec la dénomination suivante :

Pour le bitume :

PIR38 Bit Lot X (spécifier fraction si besoin)

Pour les granulats :

PIR38 Gr Lot X (spécifier fraction si besoin)

Pour les agrégats rejetés au quartage :

PIR38 Lot X

Pour les agrégats secs prélevés avant extraction

AE PIR38 Lot X (spécifier fraction si besoin)

Pour les agrégats secs avant extraction :

PIR38 Lot X Granulo Ech1 et PIR38 Lot X Granulo Ech2 (spécifier fraction si besoin)

**IV) Matériel à prévoir :**

-Poche de 10 litres pour conserver les agrégats secs issus de la granulométrie. (Ceux-ci ne doivent être utilisés que dans le but de récupérer du liant ou des granulats pour le PSV)

-Les agrégats rejetés au partage sont remis dans leur sac nommé PIR38 Lot X.

-Poche de congélation pour conservation des fractions 0/2 hors fines, 2/4, 4/D et fines issues de l'extraction. Les fractions sont conservées séparément, et regroupées dans un même sac.

-Le bitume récupéré sera conservé dans le même sac que les échantillons minéraux. Il sera emballé dans un film de papier aluminium et dans un sac de congélation pour le protéger de la lumière et de la poussière.

Tableau résumant les caractéristiques obtenues par l'analyse des lots d'agrégats d'enrobé

Lot étudiés	Lot A	Lot B	Lot C	Lot D	Lot E	Lot F	Lot G	Lot H	Lot I	Lot J	Lot K	Lot L	Lot M	Lot N	Moyenne	Incent. 95%
Origine	Région Nord	Région Nord	Région Nord	Région Nord	Ile-de-France	Ile-de-France	Ile-de-France	Ile-de-France	Région Sud Ouest Bordeaux	Région Sud Ouest Bordeaux	Région Sud Ouest Bordeaux	Région Est - Lyon	Région Est - Lyon	Région Est - Lyon		
	Atois	Atois	Atois	Atois	MPRO	SIME	GOULARD	SEEP	SBVM	SBVM	SBVM	MERVE	PEROUES	ELE		
<b>Analyse des agrégats</b>																
Teneur en eau (%)	-	3.5	4.3	0.2	3.8	0.1	1.5	3.4	0.2	0.60	0.1	0.0	3.6	2.1	2	1
Granulométrie enrobée																
Tamis (mm)																
14	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
12.5	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
10	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
8	95	94	93	94	94	95	99	99	91	88	88	94	88	98	95	3
6.3	84	82	80	82	86	72	89	85	77	69	72	81	71	85	71	7
4	67	64	59	63	47	48	67	61	41	31	40	53	40	49	31	6
2	48	46	40	43	26	25	38	27	19	14	21	34	24	23	16	3
1	30	28	21	22	12	11	19	12	7	5	9	18	12	16	8	4
0.5	14	12	8	6	5	4	8	4	2	2	4	8	4	8	4	3
0.25	4	3	2	2	1	1	2	1	1	1	1	3	1	3	1	1
0.125	1	1	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1	0	1	0	1
0.063	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.1
<b>Analyse des granulats d'agrégats</b>																
Granulométrie désenrobée																
Tamis (mm)																
14	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
12.5	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
10	100	100	100	100	100	96	96	98	95	95	98	96	94	99	97	1
8	97	96	95	95	89	90	99	91	84	82	81	89	79	89	80	5
6.3	88	87	86	87	79	82	93	81	72	67	69	82	66	76	60	5
4	74	72	71	72	65	62	80	66	56	49	53	71	53	60	44	5
2	61	59	58	59	51	43	58	46	39	34	39	56	42	44	32	5
1	46	46	44	46	41	31	43	34	28	25	28	49	32	25	25	5
0.5	34	35	33	34	34	21	31	26	21	20	21	40	25	25	25	5
0.25	22	22	22	22	29	16	22	19	15	15	17	34	19	19	19	5
0.125	14	14	14	14	24	12	17	13	12	13	13	16	14	14	14	5
0.063	11	11	11	12	22	9	14	11	10	11	11	29	13	12	13	3
Caractéristique minérale																
PSV	34%	31%	36%	36%	43%	7%	55	52	53	53	53	53	53	53	53	1
Par éléments carbonatés (7.2-10mm)							7%	30%	3%	2%	2%	1%	1%	0%	0.18	0.1
<b>Analyse du liant d'agrégats</b>																
Teneur en liant l (%)	4.5	4.5	4.7	4.2	5.4	4.0	5.4	4.9	4.9	4.6	4.9	3.6	5.3	5.3	4.7	0.3
-par passe au liant																
-par différence de masse																
Pénétrabilité (1/10mm)	17	15	12	14	15	15	14	16	14	16	16	8	17	23	15	2
TBA (°C)	65	65	66	66	66	76	66	70	74.5	74	73	109	71	64	72	7
<b>Analyse chimique du liant</b>																
% Asphalène au n-hexane	17	18	18	17	22	18	15	15	21	15	21	32	20	20	19	2
SARA à l'hexane (%)																
Aromatique			4		4	4		5	5							
Résines			25		20	20		23	23							
Asphalènes			49		56	56		46	46							
Asphalènes			21		21	21		25	25							
Indice de spectrométrie IR																
Indice carboxyle	0.006	0.003	0.003	0.003	0.003	0.019	0.002	0.004	0.006	0.005	0.003	0.054	0.007	0.012	0.009	0.008
Indice sulfoxyde	0.021	0.020	0.030	0.022	0.021	0.021	0.017	0.022	0.017	0.015	0.016	0.023	0.017	0.018	0.020	0.002
Indice carbone chloré	0.000	0.001	0.002	0.002	0.002	0.003	0.001	0.001	0.001	0.001	0.000	0.004	0.001	0.010	0.002	0.001

## Annexe VI : identification pétrographique simplifiée

### 1) Principe de l'étude

Les granulats étudiés sont issus des analyses de granulométrie réalisées précédemment sur les agrégats d'enrobé désenrobés. Les analyses portent sur la fraction 6/D mm de chaque lot. L'analyse consiste en une préparation des échantillons, un classement des granulats présents en fonction de leur nature pétrographique, une identification des granulats carbonatés, un test de dureté et une analyse des natures pétrographiques des granulats présents dans chaque échantillon. L'étude se base sur la norme NF EN 932-3 : Analyse pétrographique simplifiée. Les groupes pétrographiques identifiés sont présentés dans une fiche de synthèse et des photos des granulats sont réalisées.

### 2) Liste du matériel utilisé

Tamis à mailles carrées de 6mm pour la sélection de la fraction 6/D mm

Tamis à mailles tressées de 2mm pour le lavage des granulats

Une feuille A4 quadrillée de carreau de 1 cm<sup>2</sup> pour la présentation des granulats triés. Cette feuille doit être collée sur une plaque de carton de format A4 pour faciliter la manipulation.

Une feuille d'essai « PIR 38 – Identification des composants minéraux des agrégats d'enrobé »

Une balance à 10<sup>-1</sup> gramme pour la pesée de chaque groupe identifié

Une pipette d'acide chlorhydrique dilué 10<sup>-1</sup>.Mol<sup>-1</sup> pour identifier les composés carbonatés

Des lames de verres pour estimer la dureté des composés minéraux.

Un compte fil

Une loupe binoculaire

Un appareil photo pour enregistrer le classement.

Une lumière blanche pour restituer au mieux la couleur des granulats.

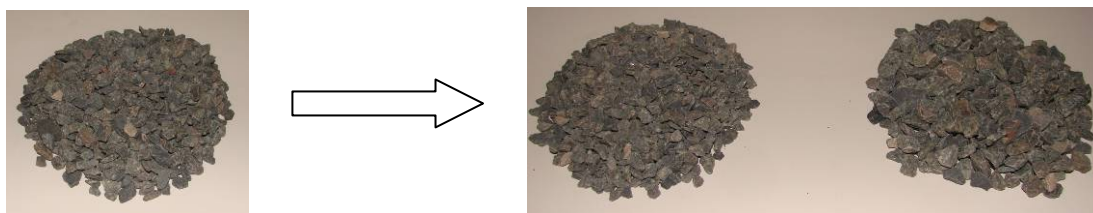
EPI : Lunette, blouse, gants, chaussures de sécurité, gants chimiques pour la manipulation de l'acide.

### 3) Préparation des échantillons

#### **Sélection de la fraction 6/D**

La première étape de préparation des échantillons consiste à sélectionner la fraction 6/D mm de l'échantillon. Pour cela, on utilise un tamis de 6 mm dans lequel on verse la fraction 4/D mm issue de la granulométrie. On obtient une fraction 4/6 mm et une fraction 6/D mm. On vérifie visuellement qu'il n'y a pas de différence notable entre les granulats de la fraction 4/6 mm et la fraction 6/D mm. Seule la fraction 6/D mm doit

être utilisée pour la suite de la préparation. La fraction 4/6 mm est remplacée dans son contenant d'origine pour conservation.



*Division de la fraction 4/D mm en une fraction 4/6 mm et une fraction 6/D mm*

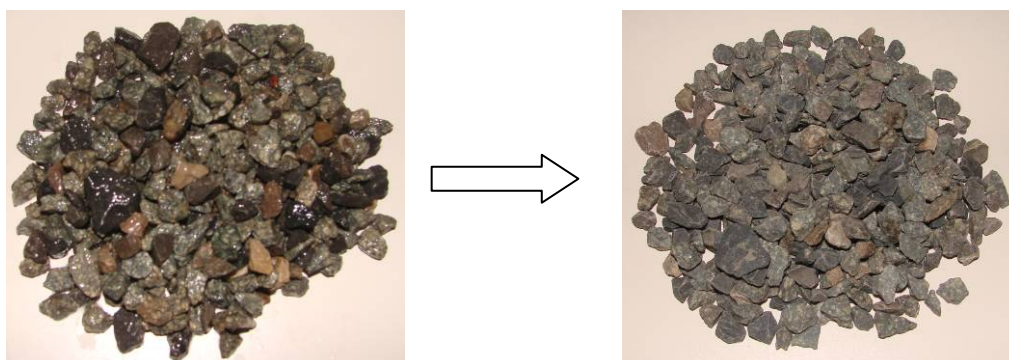
**Nettoyage des granulats :**

Le nettoyage de l'échantillon est réalisé au jet d'eau, dans un tamis de 2 mm. Cette étape permet l'élimination des fines résiduelles qui pourraient fausser les tests ultérieurs et facilite la reconnaissance de la pétrographie dans les cas de granulats sales ou poussiéreux.



*Lavage des granulats*

Les granulats humides doivent être ensuite séchés dans une étuve à 130°C. A partir de cette étape, les échantillons doivent être identifiés dans leur bac de séchage pour éviter toute confusion. Après s'être assuré que l'eau présente au fond des contenants soit évaporée et que les granulats sont superficiellement secs, les granulats doivent être mis à température ambiante pour permettre leur refroidissement avant la poursuite de l'analyse.



*Séchage à l'étuve des granulats nettoyés*



#### 4) Etape d'identification

##### *Identification et classement des granulats*

L'identification pétrographique des roches est complexe car certains granulats peuvent être de nature très proche. Des connaissances géologiques sur la genèse des roches sont nécessaires pour rapprocher des granulats de même nature. Il est nécessaire comme le précise la norme NF EN 932-3 de solliciter l'aide d'un géologue.

L'étape de classement des granulats de l'échantillon débute par le renseignement des parties générales de la fiche *Identification de la composition minérale des agrégats d'enrobé*. Cette étape nécessite une attention particulière afin de reconnaître et regrouper les minéraux de nature identique. Le tri s'effectue en deux étapes. La première étape prend la couleur comme élément principal de distinction. Par la suite, dans chaque groupe précédemment constitué, un second tri est réalisé en tenant compte de plusieurs paramètres : la structure massive ou en feuillet du granulat et la présence d'inclusions ainsi que leur couleur, leur brillance, leur taille millimétrique ou micrométrique. En cas de doute sur la nature d'un granulat, une observation de la structure minérale sous la loupe binoculaire s'impose.

Dans le cas des roches magmatiques et métamorphiques, on peut identifier les quartzs d'aspect blanc laiteux, les feldspaths dont la couleur peut varier du rose au vert pâle, les cristaux de micas en feuillets blanc brillants, et les cristaux ferromagnésiens en feuillets noirs brillants. Leurs structures sont généralement des inclusions millimétriques ou micrométriques liées par un ciment. Leur prise en compte permet de distinguer deux granulats de nature proche. Dans le cas de roches sédimentaires, la finesse du grain et la dureté de la roche ainsi qu'une réaction positive à l'acide chlorhydrique sont des éléments qui doivent être pris en compte.



*Inclusions de quarts et de ferromagnésiens dans un ciment de feldspath*



*Différence de grain entre un grès (gauche) et un silex (droite)*

La classification des roches amène parfois à prendre en compte la structure cristalline des granulats, ainsi que la structure microscopique de l'échantillon observable sous lumière polarisée après une préparation en lame mince. Nous nous limitons ici à une description simplifiée selon la norme NF EN 923-3 : « Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats, Procédure et terminologie pour la description pétrographique simplifiée ». Celle-ci doit être mise en relation avec des clés de détermination traditionnellement utilisées pour l'identification des natures pétrographiques.

### **Essais complémentaires**

Les essais complémentaires à réaliser sur chaque groupe minéral sont le test à l'acide chlorhydrique et le test de l'aptitude du granulat à rayer le verre. Ces tests doivent être réalisés sur plusieurs granulats dont les natures semblent éloignées à l'intérieur d'un même groupe.

#### ▪ **Test à l'acide : évaluation de la présence de carbonates**

Le test à l'acide consiste à déposer une goutte d'acide dilué sur le granulat. L'observation d'une effervescence indique un test positif montrant la présence de carbonates dans la composition chimique du granulat.



*Présence (gauche) et absence (droite) d'effervescence lors d'un test à l'acide chlorhydrique sur un granulat.*

#### ▪ **Test de l'aptitude à rayer le verre : évaluation de la dureté**

Ce test permet d'obtenir une indication de la dureté. Il consiste en l'observation de la capacité d'un élément minéral à rayer le verre. Au sens de l'échelle de Mohs qui classe la dureté des minéraux de 1 à 10, une

rayure de verre indique la présence de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) et évalue une dureté de 6. Le test de dureté est réalisé sur des lames de microscope.

### **5) Fiche d'identification minérale**

Après avoir effectué le classement, il faut renseigner les informations de chaque composant minéral identifié. Chaque groupe de granulat est pesé, sa couleur est notée ainsi que la présence, la couleur et la nature des inclusions cristallines. Les résultats au test à l'acide et l'aptitude à rayer le verre sont reportés. Les observations éventuelles sont notées. Toutes ces informations sont reportées dans la fiche « *fiche d'identification de la composition minérale des agrégats d'enrobé* ». Les groupes sont ensuite positionnés sur la feuille quadrillée selon le modèle suivant et photographiés dans une résolution permettant l'exploitation d'une vision rapprochée. A partir de cette photo, une fiche d'identification de lot est créée. Sur cette fiche les numéros présents dans la première colonne de la fiche d'identification minérale sont indiqués afin de reconnaître facilement chaque groupe identifié. Cette étape conclue le classement des granulats de nature différente.

# Lot A : Région Nord



**PIR38 - Identification des composants minéraux des agrégats d'enrobés**

Lot n°	<b>A</b>	Date	<b>16/02/2009</b>
Origine	<b>Région Nord</b>	Opérateur	<b>JN</b>

Identification générale			
Couleur générale	1- <b>gris</b>	2- <b>bleu/vert</b>	Inép-variée
Angularité moyenne	1	2	3
Plat moyen	1	2	3
Présence d'éléments roulés	oui	non	

% masse d'éléments siliceux	<b>65,6%</b>
% masse d'éléments carbonatés	<b>34,4%</b>

Identification des composants minéraux après tri	
Surface totale (cm²)	<b>204,5</b>
Masse totale (g)	<b>197,5</b>

Numéro du composé minéral	Quantification		Nature de la roche			Couleur		Essais		Autres	
	Surface (cm²)	Masse (g)	Magmatique	Sédimentaire	Métamorphique	Couleur	Couleur des inclusions	Réagit à HCl	Raye le verre	Nomenclature	Notes
CM1	<b>130,5</b>	<b>128,6</b>	<b>X</b>			<b>gris-vert</b>	<b>blanches</b>		<b>X</b>	<b>Microiorite</b>	
CM2	<b>66</b>	<b>61,4</b>		<b>X</b>		<b>gris-noir</b>		<b>X</b>		<b>Calcaire gris-bleu</b>	
CM3	<b>8</b>	<b>6,5</b>		<b>X</b>		<b>gris-beige</b>		<b>X</b>		<b>Calcaire beige</b>	
CM4	<b>&lt;1</b>	<b>0,5</b>		<b>X</b>				<b>X</b>	<b>X</b>	<b>Grès à ciment calcaire</b>	
CM5	<b>&lt;1</b>	<b>0,5</b>		<b>X</b>		<b>jaune-orangé</b>			<b>X</b>	<b>Grès</b>	
CM6											
CM7											
CM8											
CM9											
CM10											
CM11											
CM12											
CM13											
CM14											
CM15											



# Lot E: Région IDF



**PIR38 - Identification des composants minéraux des agrégats d'enrobés**

Lot n°	<b>E</b>	Date	<b>16/02/2009</b>
Origine	<b>Ile-de-France</b>	Opérateur	<b>JN</b>

Identification générale		
Couleur générale	1- <b>gris</b>	2- <b>bleu/rose</b>
Angularité moyenne	1	2
Plat moyen	1	2
Présence d'éléments roulés	oui	non

% masse d'éléments siliceux	<b>56,6%</b>
% masse d'éléments carbonatés	<b>43,4%</b>

Identification des composants minéraux après tri	
Surface totale (cm²)	<b>343</b>
Masse totale (g)	<b>357,1</b>

Numéro du composé minéral	Quantification		Nature de la roche			Couleur		Essais		Autres	
	Surface (cm²)	Masse (g)	Magmatique	Sédimentaire	Métamorphique	Couleur	Couleur des inclusions	Réagit à HCl	Raye le verre	Nomenclature	Notes
CM1	153	154,9		X		gris		X		Calcaire gris-bleu	
CM2	54	65,7	X			gris			X	Microdorite	
CM3	80	83,9	X			gris	blanches		X	Microdorite	
CM4	40	36,5	X			rose	blanches		X	Microgranite à feldspath rose	
CM5	8	9,5			X	gris-bleu			X	Amphiboïte	
CM6	6	5		X		blanc			X	Grès	
CM7											CM1
CM8	2	1,6		X		marron			X	Silex	
CM9											
CM10											
CM11											
CM12											
CM13											
CM14											
CM15											

# Lot I : Bordeaux

Fiche 1





# Lot I : Bordeaux

Fiche 2



**PIR38 - Identification des composants minéraux des agrégats d'enrobés**

Lot n°	1	Date	16/02/2009
Origine	Région Sud Ouest Bordeaux	Opérateur	JN
Identification générale			
Couleur générale	1- Gris	2- Vert	Trop-variées
Angularité moyenne	1	2	3
Plat moyen	1	2	3
Présence d'éléments roulés	oui	non	

% masse d'éléments siliceux	97,1%
% masse d'éléments carbonatés	2,9%

Identification des composants minéraux après tri	
Surface totale (cm²)	344
Masse totale (g)	402,2

Numéro du composé minéral	Quantification		Nature de la roche			Couleur		Essais		Autres	
	Surface (cm²)	Masse (g)	Magnétique	Sédimentaire	Métamorphique	Couleur	Couleur des Inclusions	Réagit à HCl	Raye le verre	Nomenclature	Notes
CM1	48	51,1				gris	blanches		X	Granite sombre	
CM2	25	28				rose	verte		X	Microgranite à feldspaths roses	
CM3	1	0,7				gris			X	Grès	
CM4	1	0,6				saumon			X	Quartz rose	
CM5	3	2,5				vert	blanc		X	Quartz	
CM6	12	14,8				gris-vert		X	X	Grès	
CM7	12	14,2				blanc			X	Quartz	
CM8	20	25,3				gris-vert			X	Grès	CM3
CM9	20	27				blanc			X	Quartz	
CM10	5	4,7				beige				Grès ferrugineux	
CM11	1	1,9				beige			X	Grès	CM3
CM12	4	4,3				gris-vert			X	Microchlorite	
CM13	6	9				gris-vert			X	Grès	CM1
CM14	6	7,1				gris clair		X		Tuf calcaire	
CM15	180	211				gris-vert			X	Grès	

# Lot M : Lyon

Fiche 1





# Lot M : Lyon

Fiche 2



**PIR38 - Identification des composants minéraux des agrégats d'enrobés**

Lot n°	<b>M</b>	Date	<b>16/02/2009</b>
Origine	<b>Région Est - Lyon</b>	Opérateur	<b>JN</b>

Identification générale	
Couleur générale	1- <b>Gris</b> 2- <b>Beige</b> 3- <b>Trop-vertes</b>
Angularité moyenne	1 2 3
Plat moyen	1 2 3
Présence d'éléments roulés	oui non

% masse d'éléments siliceux	<b>99,0%</b>
% masse d'éléments carbonatés	<b>1,0%</b>

Identification des composants minéraux après tri	
Surface totale (cm²)	<b>389,5</b>
Masse totale (g)	<b>494</b>

Numéro du composé minéral	Quantification		Nature de la roche			Couleur		Essais		Autres	
	Surface (cm²)	Masse (g)	Magmatique	Sédimentaire	Métamorphique	Couleur	Couleur des inclusions	Réagit à HCl	Raye le verre	Nomenclature	Notes
CM1	<b>228</b>	<b>299</b>				<b>gris bleu</b>			<b>X</b>	<b>Grès</b>	
CM2	<b>22</b>	<b>32</b>				<b>gris bleu</b>			<b>X</b>	<b>Amphibolite</b>	
CM3	<b>7</b>	<b>8</b>				<b>gris</b>	<b>blanche</b>		<b>X</b>	<b>Grès</b>	<b>CM1</b>
CM4	<b>8</b>	<b>8</b>				<b>gris</b>		<b>X</b>	<b>X</b>	<b>Calcaire gris</b>	
CM5	<b>3</b>	<b>3</b>				<b>beige</b>			<b>X</b>	<b>Grès blanc</b>	
CM6	<b>4</b>	<b>5</b>				<b>gris vert</b>	<b>blanche</b>			<b>Microdiorite</b>	
CM7	<b>1</b>	<b>1</b>				<b>marron</b>			<b>X</b>	<b>Grès ferrugineux</b>	<b>CM8</b>
CM8	<b>3</b>	<b>2</b>				<b>beige</b>			<b>X</b>	<b>Grès ferrugineux</b>	
CM9	<b>2</b>	<b>2</b>				<b>gris beige</b>			<b>X</b>	<b>Grès</b>	<b>CM1</b>
CM10	<b>22</b>	<b>25</b>				<b>beige</b>		<b>X</b>	<b>X</b>	<b>Calcaire blanc</b>	
CM11	<b>45</b>	<b>60</b>				<b>gris rose</b>	<b>noir</b>		<b>X</b>	<b>Granite</b>	
CM12	<b>35</b>	<b>38</b>				<b>gris beige</b>		<b>X</b>	<b>X</b>	<b>Calcaire blanc</b>	<b>CM10</b>
CM13	<b>9,5</b>	<b>11</b>				<b>gris bleu</b>	<b>blanc / noir</b>		<b>X</b>	<b>Quartz</b>	
CM14											
CM15											

## Annexe VII : caractérisation de la cinétique de dissolution d'échantillons de bitume dans du tétrachloroéthylène

Afin d'apporter un éclairage sur l'origine de la dissolution préférentielle du bitume d'apport lors de la caractérisation d'enrobé recyclé par trempage, une mesure expérimentale a permis d'évaluer le coefficient qui caractérise la vitesse de dissolution d'un bitume dans du solvant. Nous avons ainsi déterminé qu'il n'y a pas de différence significative entre les coefficients de dissolutions des liants utilisés dans cette étude.

Il existe peu de bibliographie sur la dissolution des bitumes, et aucune comparant la cinétique de dissolution d'un bitume et d'un liant d'agrégats d'enrobé dans du tétrachloroéthylène. La seule méthode identifiée est la méthode dite du disque tournant (Ulrich et al. 1991). Cette méthode consiste à répartir une masse de bitume sur un disque qui est ensuite immergé en rotation dans un solvant. Le disque est régulièrement enlevé de son support, le bitume à sa surface est figé dans l'azote liquide. Un suivi de la perte de masse est réalisé durant l'essai. Le coefficient de dissolution est ensuite calculé en tenant compte du type de solvant utilisé, de la vitesse de rotation du disque et des surfaces exposées au solvant. Cependant, les résultats obtenus par la méthode du disque tournant ne présentent pas de coefficient de perte de masse dans le solvant que nous allons utiliser.

Dans un but comparatif, nous avons réalisé un essai dont l'objectif est identique, mais dont le principe diffère. La configuration de l'essai est présentée sur la figure 1. La masse de bitume mise en solution est ici suivie par pesée hydrostatique à  $10^{-2}$ g. L'utilisation de la pesée hydrostatique impose un volume de l'échantillon testé suffisant et égal pour tous les échantillons, ainsi que des conditions d'immersion précises et reproductibles. Les échantillons, réalisés par coulage à chaud du bitume, ont la forme de cylindres de bitumes maintenus par à une tige rigide permettant le transfert de la réaction hydrostatique. Cet essai étant influencé par les densités des bitumes et du solvant, la constance de la température du solvant est vérifiée durant l'essai. De plus, la connaissance de la masse de liant durant la dissolution permet de connaître l'évolution de la densité du solvant durant la dissolution du bitume (densité du tétrachloroéthylène = 1,68 et densité du bitume = 1,03).

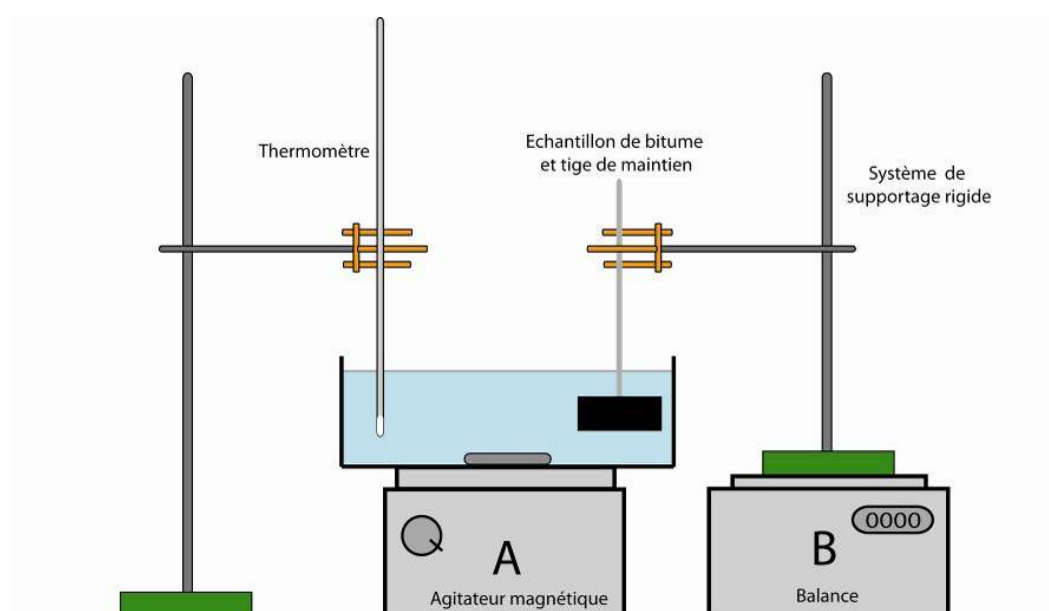


Figure 1 - Dispositif expérimental permettant la mesure du coefficient de solvation d'un échantillon de bitume dans du tétrachloroéthylène par l'exploitation de la poussée d'Archimède

En relevant les masses à chaque minute et en tenant compte de l'évolution homothétique de la surface en fonction de la perte de masse de l'échantillon, les coefficients précisant la cinétique de solvataion dans la configuration d'essai utilisée sont obtenus et présentés sur la figure 2. Ces valeurs correspondent à la gamme de valeur obtenues par la méthode du disque tournant et montrent qu'il n'y a pas de différence significative entre les coefficients de dissolution des liants bitumineux étudiés.

La forme de l'échantillon initial de liant bitumineux (figure 3) évolue durant la dissolution. Afin qu'aucune modification de la géométrie des éprouvettes n'influence la mesure, l'essai est arrêté dès que l'échantillon perd 30% de sa masse (cf. cas extrême à environ 80% de perte de masse en figure 3)

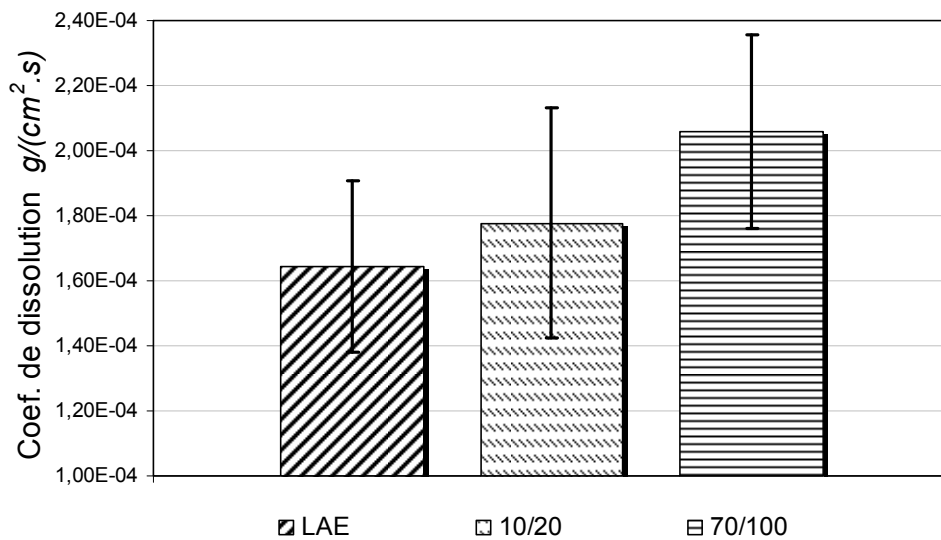


Figure 2- Comparaison des coefficients de dissolution de différents liants bitumineux dans du tétrachloroéthylène

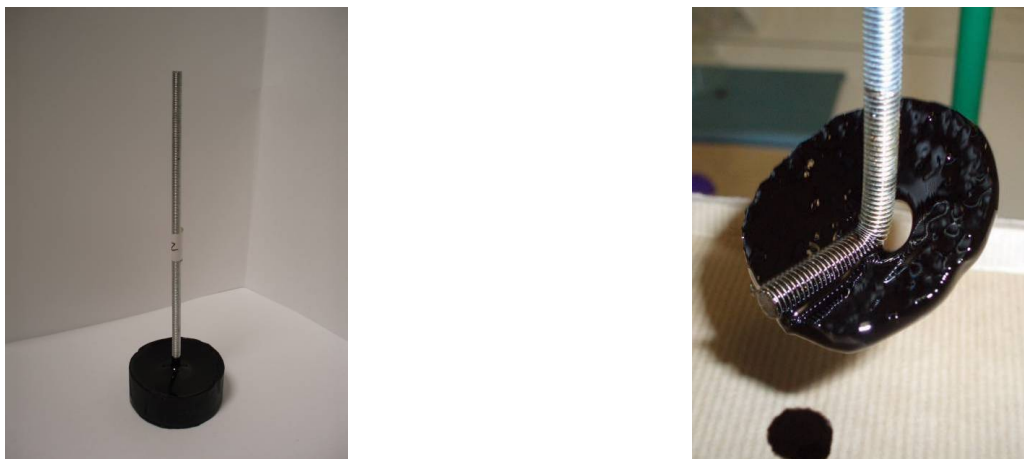
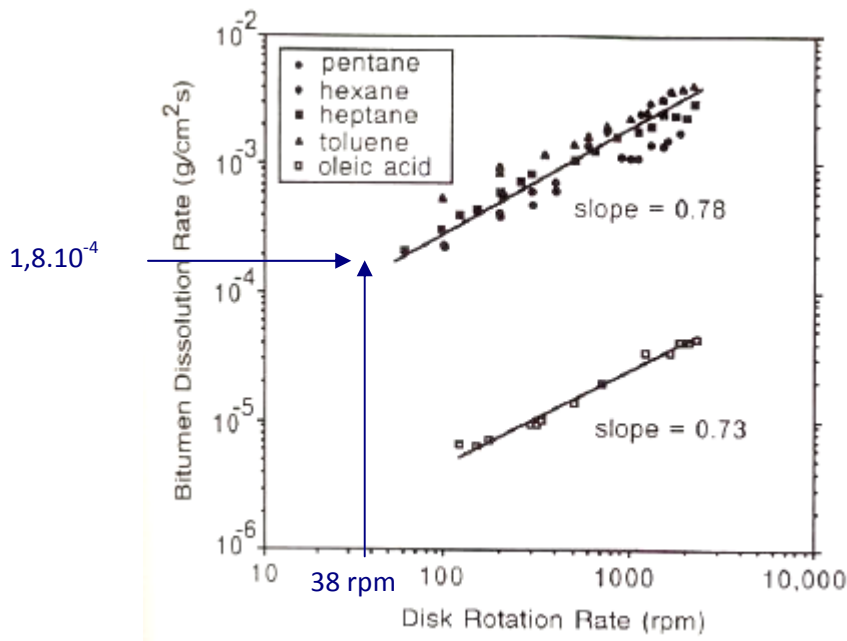


Figure 3 - Présentation des échantillons de bitumes avant l'essai (gauche) et dans le cas d'un échantillon ayant perdu environ 80% de sa masse (droite)

## Comparaison des données avec la bibliographie

La configuration de l'essai du disque tournant -disque de 2,5 cm de rayon tournant à différentes vitesses- (Ulrich et al. 1991) permet de déterminer que la vitesse ici choisie égale à 5 cm.s<sup>-1</sup> correspond à une vitesse de rotation du disque égale à 38 tours par minute (la vitesse linéaire du disque est calculée au milieu de son rayon). Le graphique ci-dessous tiré de la bibliographie, permet de conclure que les coefficients déterminés sont du même ordre que ceux présentés par Ulrich et al. (Ulrich et al. 1991).



## Relations permettant le calcul du coefficient de dissolution :

### Bilan de forces exercées sur l'échantillon de bitume

Si la balance est tarée avec le système de supportage rigide avant de plonger l'échantillon de bitume dans le solvant, la masse  $m_B$  indiquée par la balance après immersion de l'échantillon représente l'action de la poussée d'Archimède exercée par le solvant sur le volume de l'échantillon immergé  $V_{lm}$ . Lors de la dissolution de l'échantillon de bitume, la masse de l'échantillon diminue par la solvation du volume  $\Delta V_{Ech}$  de bitume et la poussée d'Archimède est réduite progressivement.

$$\vec{P}_B = -m_B \cdot \vec{g}$$

$$\sum \vec{F} = -\left\{ \rho_S^t \cdot (V_{lm}) + \rho_{Bit} \cdot (\Delta V_{Ech}) \right\}$$

En admettant que le volume immergé  $V_{lm}$  est la somme des volumes  $V_{S1}$  volume de la tige dans le solvant,  $V_{S2}$  volume de la tige dans le bitume et  $V_{Bit}^t$  volume de bitume présent dans l'échantillon au moment de la mesure de la masse  $m_{Bit}^t$ , on obtient :



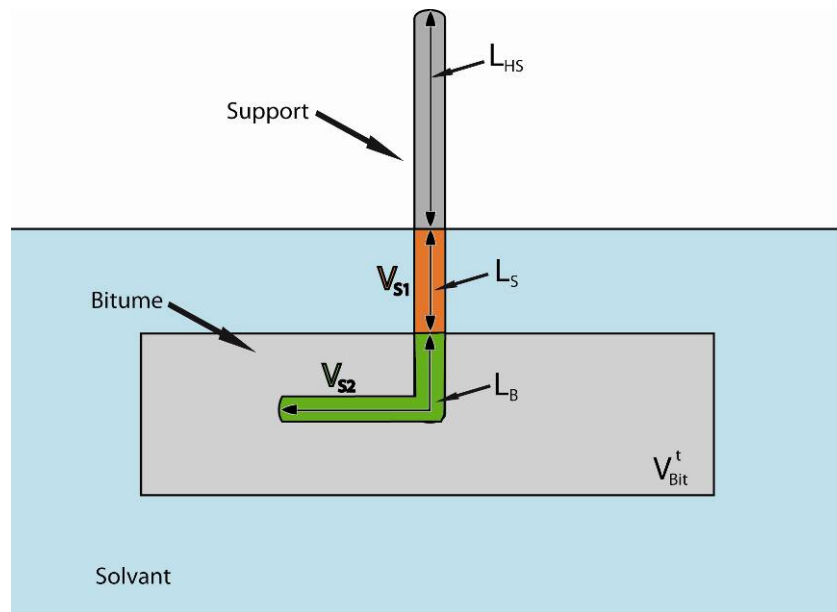
$$V_{im} = V_{S1} + V_{S2} + V_{Bit}^t$$

Le calcul des volumes  $V_{S1}$  et  $V_{S2}$  est possible par différentes mesures de longueur lors de la préparation de l'échantillon pour la longueur totale de la tige  $L_T$  et la longueur de la tige hors du bitume  $L_{HB}$  et pendant l'essai pour la longueur de tige hors du solvant  $L_{HS}$ . Ces volumes sont respectivement calculés à partir des longueurs  $L_B$  et  $L_S$  calculées par soustraction à la longueur totale de la tige des longueurs précédemment mesurée.

$$L_B = L_T - L_{HB} \text{ et } L_S = L_T - L_{HS} - L_B$$

On peut ainsi calculer les volumes  $V_{S1}$  et  $V_{S2}$  à partir du diamètre  $D$  de la tige utilisée.

$$V_{S1} = L_S \cdot \pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2 \text{ et } V_{S2} = L_B \cdot \pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2$$



Volumes et longueurs caractérisant le volume immergé de l'échantillon de liant bitumineux

Le volume de bitume mis en solution est égal à la différence des volumes entre le moment initial et le moment  $t$ , instant du relevé de la masse indiquée par la balance.

$$\Delta V_{Ech} = V_{Bit}^o - V_{Bit}^t$$

On obtient donc :

$$\sum \vec{F} = -m_B \cdot \vec{g} = -\left\{ \rho_S^t \cdot (V_{S1} + V_{S2} + V_{Bit}^t) + \rho_{Bit} \cdot (V_{Bit}^o - V_{Bit}^t) \right\} \cdot \vec{g}$$

Calcul de la masse de l'échantillon de bitume durant l'essai

Par identification de l'équation précédente, on obtient une relation entre la masse relevée sur la balance à l'instant  $t$  et le volume de bitume de l'échantillon au même moment.

$$m_B^t = \rho_S^t \cdot (V_{S1} + V_{S2} + V_{Bit}^t) + \rho_{Bit} \cdot (V_{Bit}^{\circ} - V_{Bit}^t)$$

$$V_{Bit}^t = \frac{m_B^t - \rho_S^t \cdot (V_{S1} + V_{S2}) - \rho_{Bit} \cdot V_{Bit}^{\circ}}{(\rho_S^t - \rho_{Bit})}$$

En introduisant la densité du bitume, on obtient la masse  $m_{Bit}^t$  correspondant au volume  $V_{Bit}^t$  à l'instant  $t$  de l'essai.

$$m_{Bit}^t = \rho_{Bit} \cdot \frac{m_B^t - \rho_S^t \cdot (V_{S1} + V_{S2}) - m_{Bit}^{\circ}}{(\rho_S^t - \rho_{Bit})}$$

#### Expression des densités en fonction de la température

L'expression précédente dépend des densités du bitume et du solvant. Ces densités sont fonction de la température ainsi que de l'évolution du système avec le temps. La température du solvant  $T_S$  et la température de l'échantillon  $T_{Amb}$  étant différentes, la température de l'expérience  $T_{Exp}$  est définie comme étant la moyenne des deux températures précédentes. N'étant pas possible de connaître la température de l'échantillon, les deux systèmes, échantillon et solvant, séjournent en un même lieu pendant une durée suffisamment longue pour permettre cette approximation. L'évaporation du solvant conduisant possiblement à une baisse de sa température, celui-ci est couvert durant ce séjour. C'est à cette température que sont définies les densités. Cependant, les densités initiales du solvant  $\rho_S^{t^0, 20^{\circ}C}$  et du bitume  $\rho_{Bit}^{t^0, 25^{\circ}C}$  sont définies respectivement à deux températures différentes : respectivement  $20^{\circ}C$  et  $25^{\circ}C$ . Afin de les calculer à la température  $T_{Exp}$ , nous devons prendre en compte les coefficients de dilatation volumique de ces produits. Ces coefficients sont de  $6,1 \cdot 10^{-4} / ^{\circ}C$  pour le tétrachloroéthylène et  $10,8 \cdot 10^{-4} / ^{\circ}C$  pour le bitume. Ils nous permettent d'écrire l'évolution des densités en fonction de la température.

$$\rho_{Bit}^{t^0, T_{Exp}} = \rho_{Bit}^{t^0, 25^{\circ}C} \cdot \frac{1}{(1 + (T_{Exp} - 25^{\circ}C) \cdot 6,1 \cdot 10^{-4})}$$

$$\rho_S^{t^0, T_{Exp}} = \rho_S^{t^0, 20^{\circ}C} \cdot \frac{1}{(1 + (T_{Exp} - 20^{\circ}C) \cdot 10,8 \cdot 10^{-4})}$$

On peut considérer que la densité du bitume présent dans l'échantillon n'évolue pas pendant l'essai. On la notera généralement  $\rho_{Bit}$  (i.e. exprimé à la température  $T_{Exp}$ ). Nous ferons de même avec la densité du solvant. Cependant, la densité du solvant évolue avec la part de bitume qui se dissout. Il est donc nécessaire de la calculer pour chaque moment en fonction de la quantité de bitume dissout. Sa valeur au début de l'essai sera notée  $\rho_S^{t^0}$  et sa valeur au moment  $t$  sera notée  $\rho_S^t$ .

Evolution de la densité du solvant au gré de la dissolution du bitume

Pour calculer l'évolution de la densité du solvant, il faut écrire la définition de la densité  $\rho_S^t$ , rapport de la masse et du volume occupé au moment  $t$  du relevé de la masse qu'indique la balance. Les masses étant celles du solvant présent et du bitume dissous, le calcul de  $\rho_S^t$  impliquerait de connaître la masse de bitume dissoute à cet instant, or cette valeur est inconnue. Nous ferons donc, pour le calcul de la densité du solvant (i.e. mélange de solvant et de bitume), l'approximation que la masse de bitume dissoute au moment  $m_{Bit}^t$  est la même que celle dissoute au moment de la mesure précédente  $m_{Bit}^{t-1}$ . Rappelons que les masses sont relevées toutes les minutes

On peut donc écrire l'évolution de la densité du solvant durant l'essai:

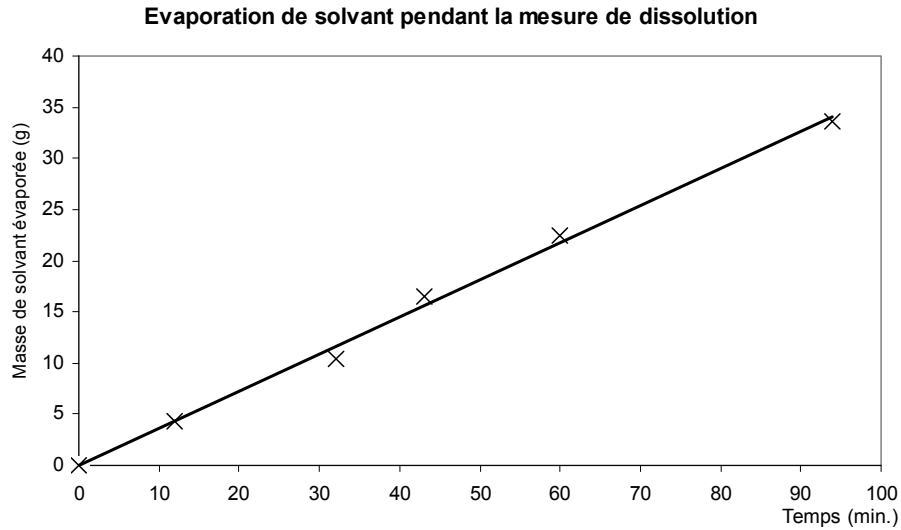
$$\rho_S^t = \frac{(m_S^o - m_S^{t,Evap}) + (m_{Bit}^o - m_{Bit}^{t-1})}{\frac{(m_S^o - m_S^{t,Evap})}{\rho_S^o} + \frac{(m_{Bit}^o - m_{Bit}^{t-1})}{\rho_{Bit}}}$$

Cette densité est fonction de la masse initiale de solvant de laquelle est soustraite la masse évaporée pendant l'essai, ainsi que de la masse initiale de bitume diminuée de la masse de bitume dissous au moment de la mesure précédente. La prise en compte de l'évolution de la densité en fonction de la masse de bitume dissous légitime une faible durée entre chaque relevé de masse.

Evaporation du solvant durant l'essai

Le tétrachloroéthylène s'évapore pendant l'essai. Pour connaître la cinétique d'évaporation du solvant, un suivi dans le temps de la masse de solvant dans des conditions identiques à celles de l'essai nous a permis de connaître la vitesse d'évaporation ( $g \cdot \text{min}^{-1}$ ). L'évaporation étant fonction de la surface exposée à la convection de l'air, l'évaporation n'est pas reliée à la masse initiale de solvant. On considère donc que l'évaporation est strictement fonction du temps. L'évaporation dans les conditions expérimentales conduit à une perte de solvant de  $0,36 g \cdot \text{min}^{-1}$ . On obtient donc la masse de solvant évaporée en fonction du temps exprimée en minutes :

$$m_S^{t,Evap} = 0,3634 \cdot t - 0,0681$$



### *Evaporation du solvant durant un essai*

#### Evolution des surfaces d'échantillon

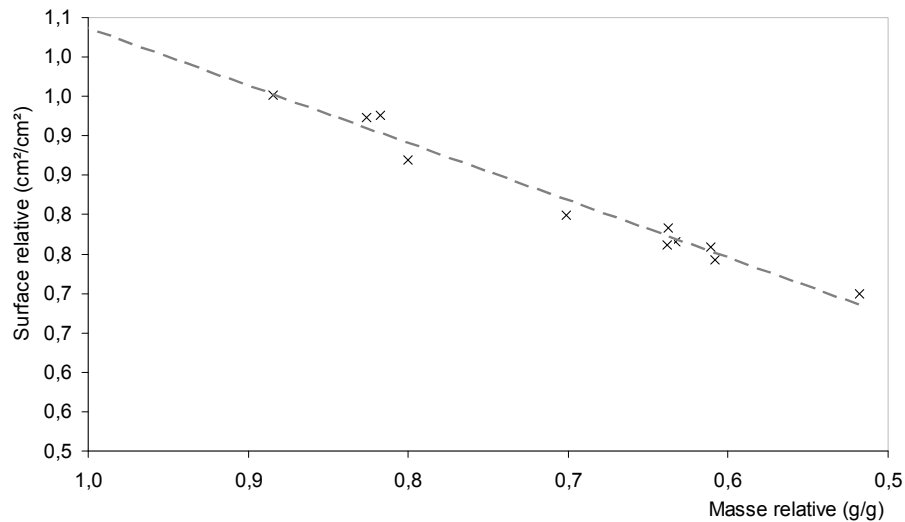
Les échantillons ayant la même forme initiale et étant exposé aux mêmes conditions de dissolution, on peut considérer que l'évolution de leur surface pendant l'essai est identique pour chaque échantillon testé. Leur évolution est homothétique. La surface relative de l'échantillon dépend donc du pourcentage massique de bitume dissout durant l'essai.

Pour déterminer la surface initiale de l'échantillon, les dimensions du cylindre de bitume sont mesurées. La hauteur de l'échantillon  $h_{Ech}$  est la moyenne de quatre mesures effectuées sur la périphérie de l'échantillon. Le diamètre  $D_{Ech}$  est donné par la moyenne de deux diamètres orthogonaux. La mesure des dimensions de l'échantillon pendant l'essai de dissolution nous a permis de suivre l'évolution de la surface pendant la dissolution. La masse initiale de bitume est obtenue par pesée de l'échantillon et soustraction de la masse de la tige de maintien.

L'exploitation des essais permet de décrire l'évolution de la surface relative des échantillons en fonction de la masse relative des échantillons et ainsi de calculer la surface de l'échantillon en fonction de la masse de bitume dissout pendant le déroulement de l'expérience sans avoir besoin de retirer l'échantillon immergé dans le solvant.

$$\frac{S^t}{S^{t^0}} = 0,7296 \cdot \frac{m_{Bit}^t}{m_{Bit}^{t^0}} + 0,3073$$

**Surface relative de l'échantillon en fonction de la masse relative de l'échantillon**



*Evolution de la surface relative de l'échantillon pendant la dissolution*

Une forte perte de masse entraîne une évolution de l'échantillon qui influence la régularité de l'écoulement du solvant, les coefficients de solvation sont donc exploités dans la limite de masse relative de 0,7, c'est-à-dire jusqu'à la dissolution de 30% de l'échantillon.

Expression du coefficient de solvation

La caractérisation de la cinétique de dissolution des bitumes passe par le calcul du coefficient de solvation  $K_S$  ( $g \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$ ). Celui-ci peut être exprimé à partir des équations précédentes pour tous les moments de la mesure par la relation :

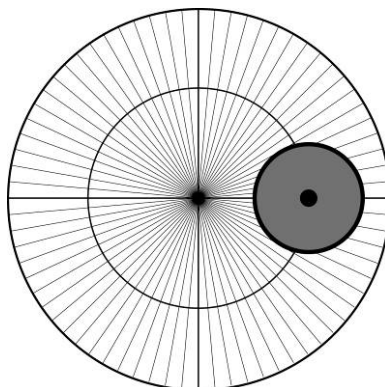
$$K_S = \frac{m_{Bit}^t - m_{Bit}^{t-1}}{\Delta t \cdot S^t}$$

*Équation 1*

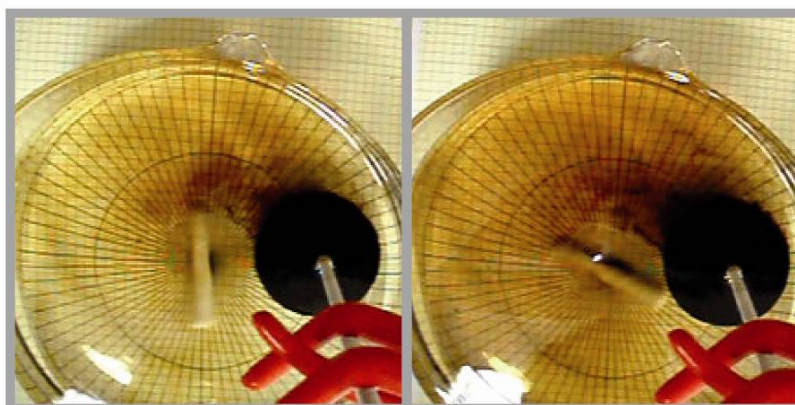
Dans cette expression, on identifie  $m_{Bit}^t - m_{Bit}^{t-1}$  la quantité de bitume dissous pendant la durée  $\Delta t$ .

Mesure de la vitesse du solvant

Lors des mesures effectuées, le solvant est mis en rotation par un agitateur. Il est important de connaître l'ordre de grandeur de la vitesse d'écoulement du solvant. Le coefficient mesuré ne sera valable que pour cette vitesse d'écoulement. La mesure précise de la vitesse de solvation dans notre configuration géométrique est difficile car l'utilisation d'un agitateur magnétique peut entraîner une irrégularité du profil des vitesses dans l'épaisseur de solvant et suivant le rayon du cristalliseur. Afin de connaître l'ordre de grandeur de la vitesse de l'écoulement, une mire radiale graduée par pas de  $5^\circ$  a été utilisée pour suivre le trajet d'une particule le long d'une trajectoire passant par l'axe de l'échantillon. Cette particule réalise un tour de 11 cm de diamètre en 7,5 secondes, ce qui correspond à une vitesse de  $5 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ .



*Mire radiale utilisée pour la mesure de la vitesse de l'écoulement, position de l'échantillon de bitume et trajet de la particule*



*Dissolution du bitume aux premiers instants de l'essai*

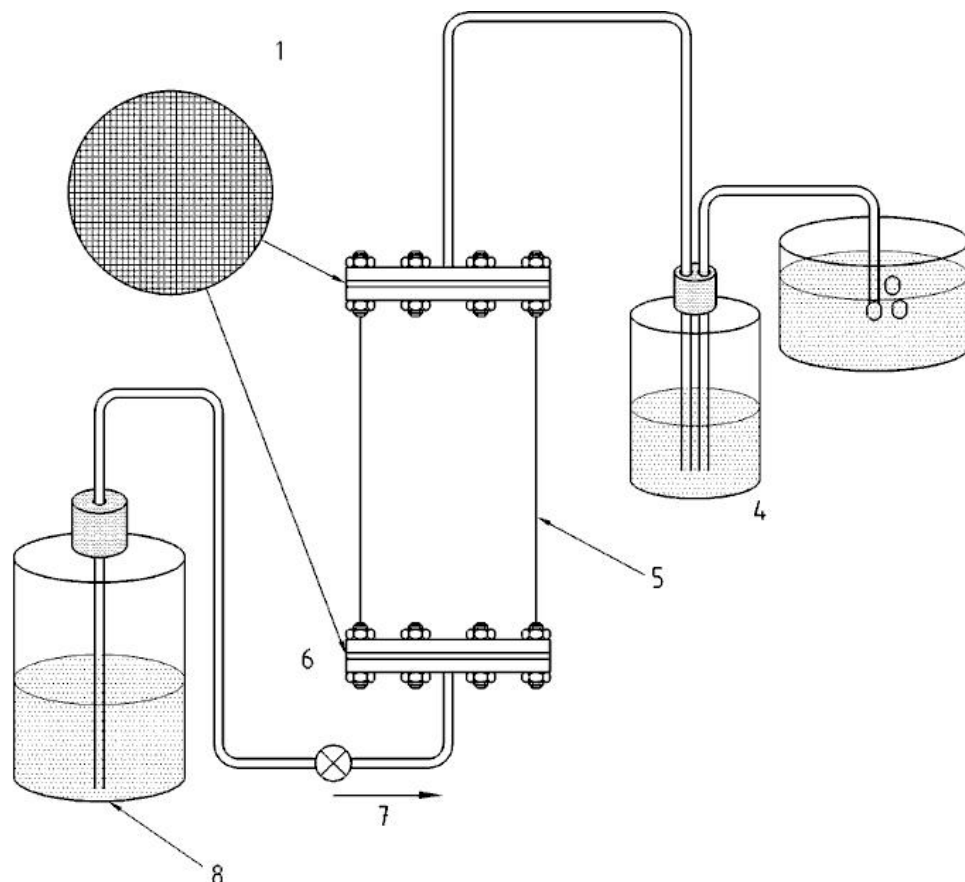
Sur les deux photos précédentes, on peut observer que l'écoulement semble régulier et relativement symétrique et que la rotation est suffisamment lente pour ne pas créer un tourbillon qui entraînerait une irrégularité du profil des vitesses dans l'épaisseur de solvant et suivant le rayon du cristalliseur.

## Annexe VIII : essai de lixiviation NF CEN/TS 14405

Comme expliqué lors de la définition du cahier des charges de l'essai devant être développé, la capacité de l'essai à réaliser un échantillonnage maîtrisé est déterminante pour l'étude du liant des enrobés recyclés. Pour cela, il est nécessaire de maîtriser les paramètres qui influencent la dissolution du liant de l'enrobé recyclé afin de pouvoir les reproduire. Dans ce but, l'essai développé s'inspire de la configuration d'un essai normalisé de lixiviation (NF CEN/TS 14405) Cet essai de lixiviation consiste à disposer un échantillon dans une cellule de lixiviation (5) comprenant un filtre (1) et de soumettre l'échantillon à un flux de solvant (8) (classiquement de l'eau) mis en mouvement au moyen d'une pompe (7).

L'échantillon est donc dans ce cas immergé dans de l'eau, à l'instar des échantillons d'enrobé recyclé immergés dans du solvant halogéné durant leur trempage lors des essais présentés précédemment.

La reproduction des essais par trempage d'un échantillon d'enrobé recyclé dans du tétrachloroéthylène a permis de constater qu'un trempage de très courte durée conduisait à une mise en solution d'environ 30% du liant présent dans l'échantillon d'enrobé recyclé et que la dissolution limitait de fait l'échantillonnage de ces « premiers » 30% de liant. Une extraction plus progressive a été rendue possible par la pulvérisation de solvant du bitume sur l'échantillon. Il aurait été possible d'utiliser un solvant moins « puissant » cependant l'utilisation d'un tel solvant pourrait conduire à une solubilisation différentielle des constituants du bitume (Redelius 2000).



Présentation de l'essai de lixiviation normalisé (NF CEN/TS 14405)

## Annexe IX : Mexphalt C

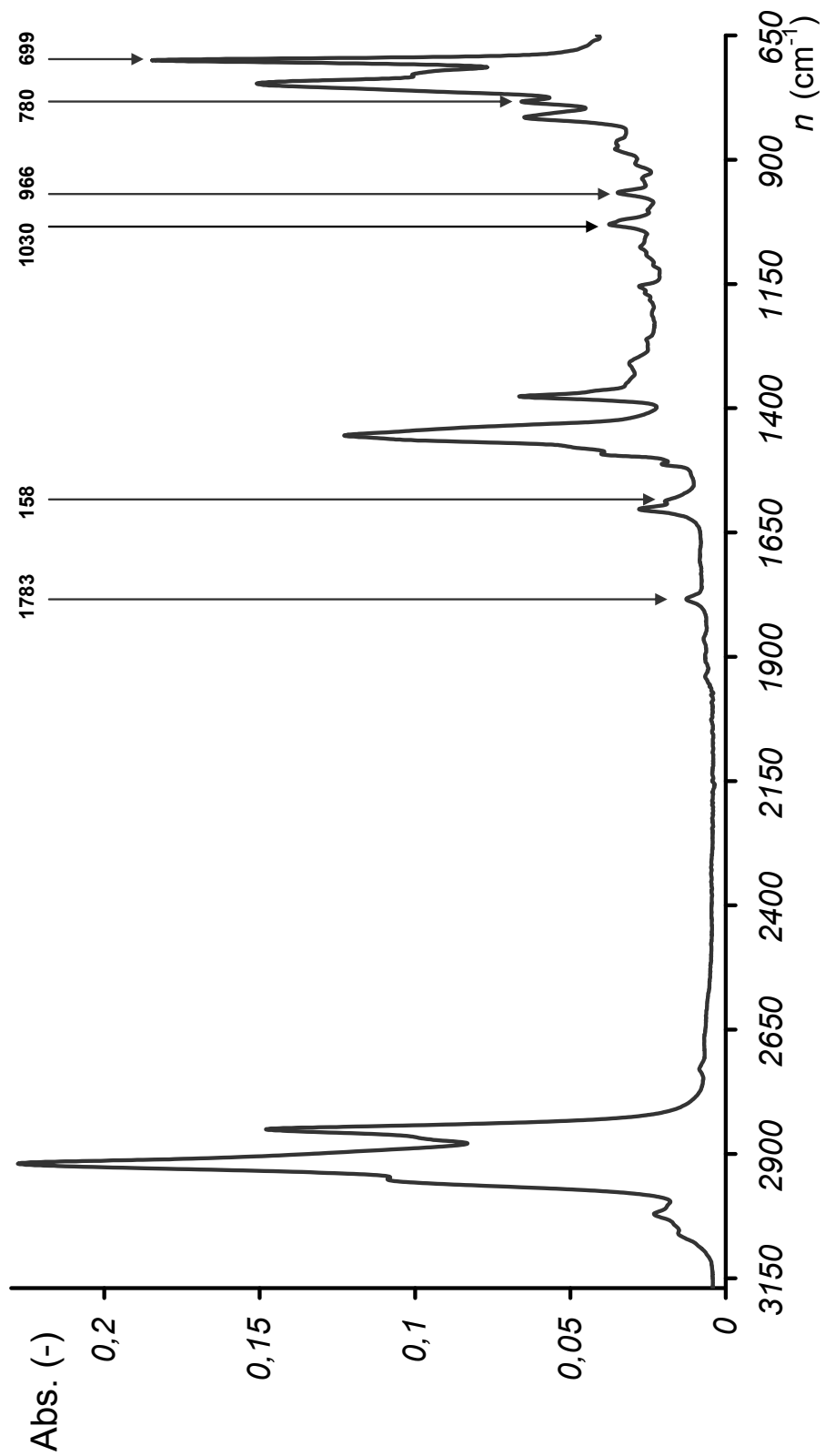
Le liant utilisé a été réalisé par mélange de deux liant Mexphalt C l'un 35/50 et l'autre 70/100. Leurs caractéristiques sont présentées sur le site Shell aux adresses suivantes :

[http://www-static.shell.com/static/fra/downloads/bitumen/products\\_mexphalte\\_c70\\_100\\_technical.pdf](http://www-static.shell.com/static/fra/downloads/bitumen/products_mexphalte_c70_100_technical.pdf)

[http://www-static.shell.com/static/fra/downloads/bitumen/products\\_mexphalte\\_c\\_3550\\_asphalte\\_technical.pdf](http://www-static.shell.com/static/fra/downloads/bitumen/products_mexphalte_c_3550_asphalte_technical.pdf)

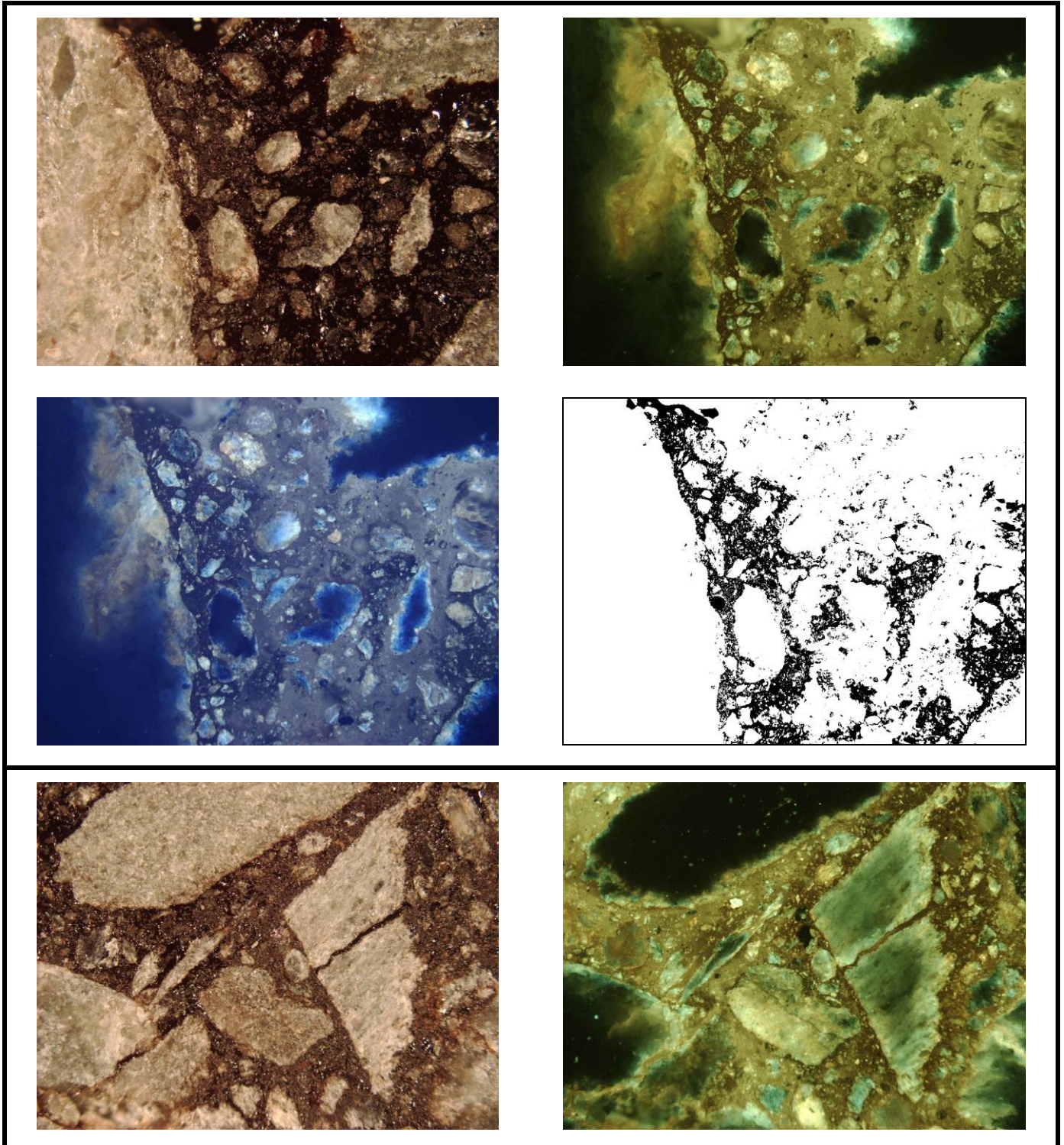
Dans le but de valider la présence de polymère et de déterminer leur type, un spectre infrarouge du mélange des deux liants a été réalisé. On identifie la présence de polymère de type SBS (styrène-butadiène-styrène) à  $699\text{ cm}^{-1}$  et  $966\text{ cm}^{-1}$



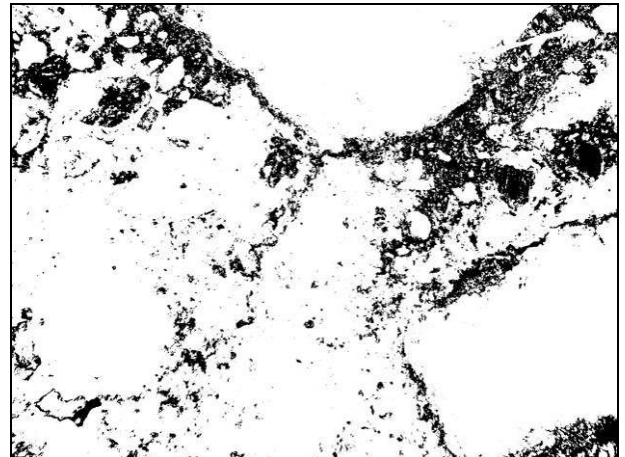
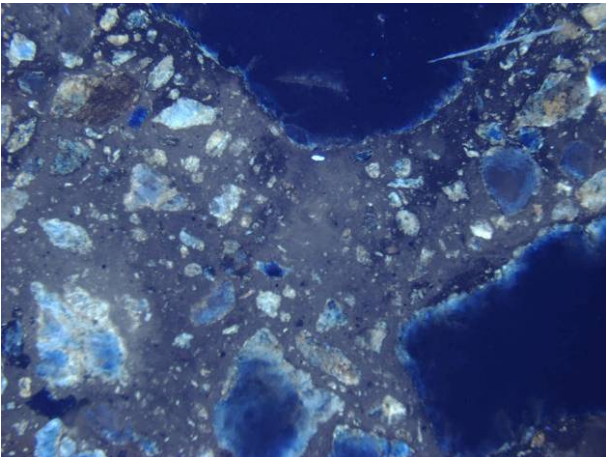
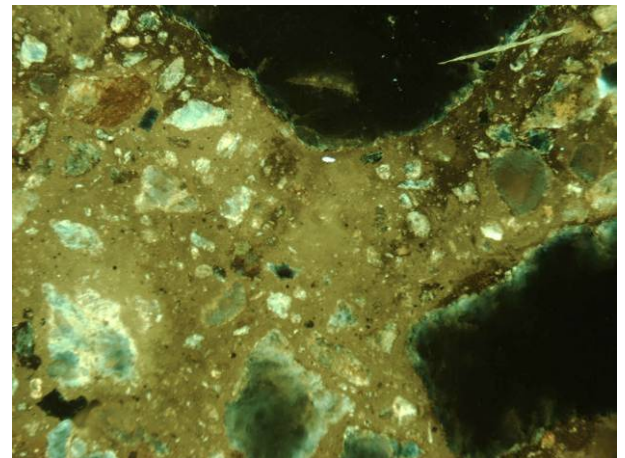
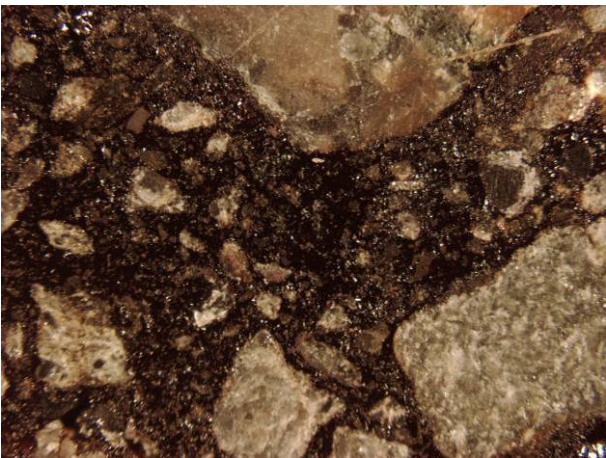
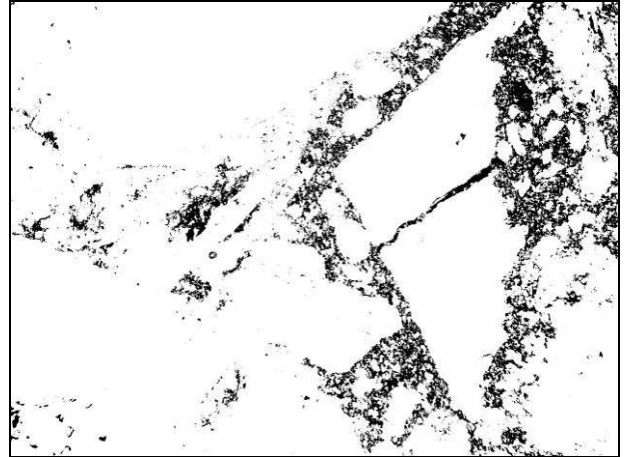
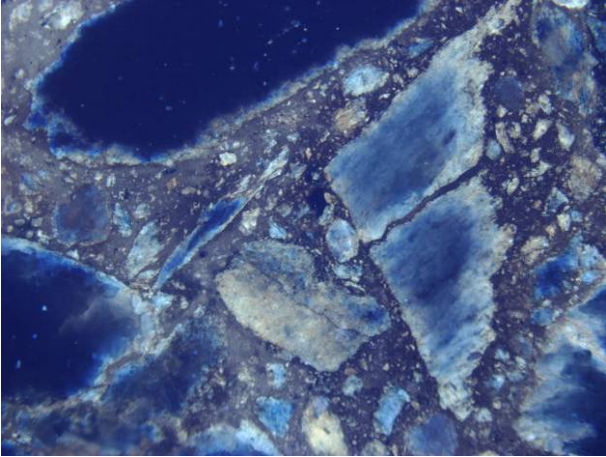


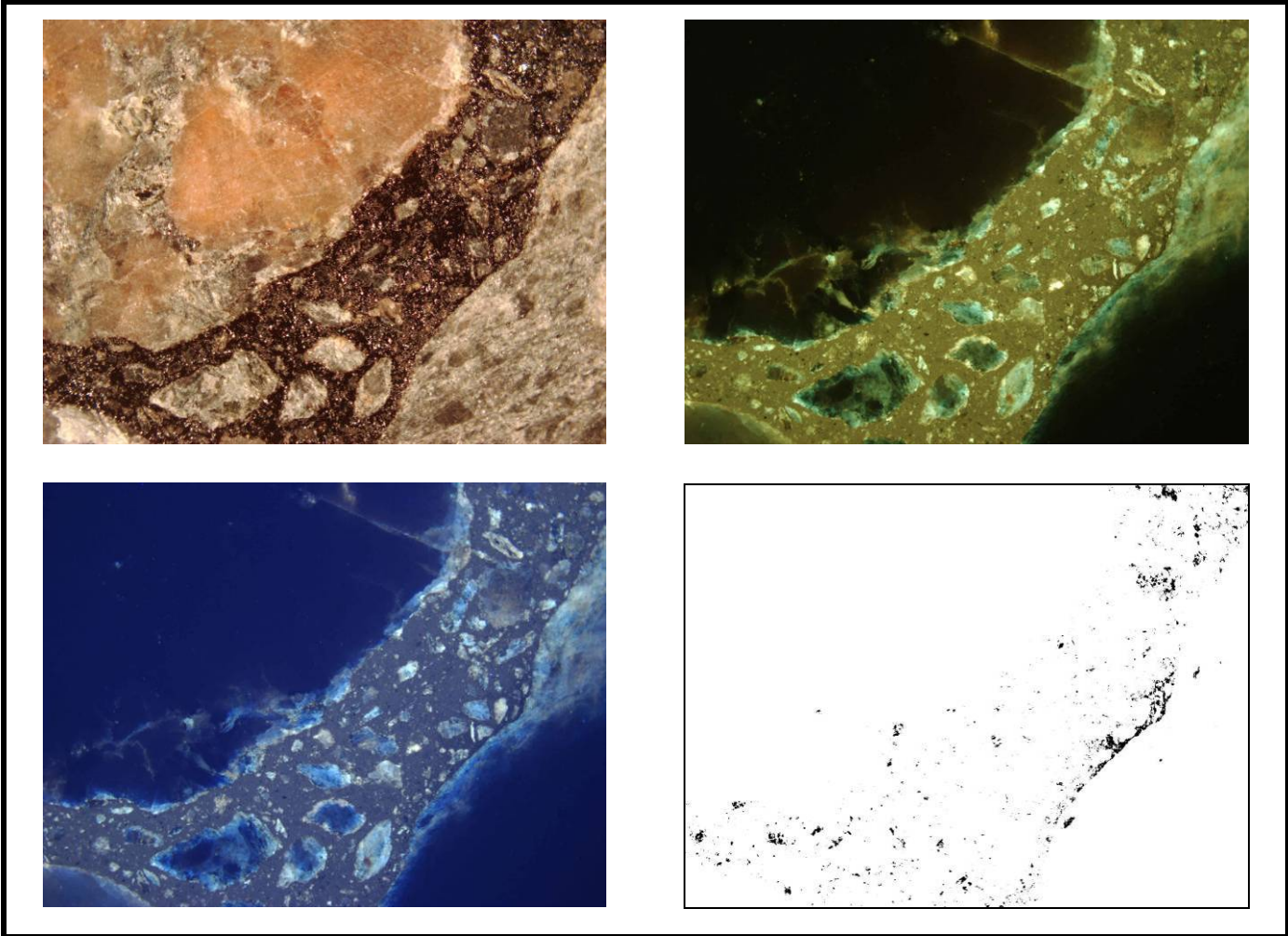
## Annexe X : exemple d'images traitées par le protocole d'analyse d'images et des zones d'agrégats d'enrobé détectées en conséquence

Sont ici présentés les images en lumière naturelle, en lumière UV court (dominance jaune) et UV large (dominance bleu), ainsi que les amas d'agrégats d'enrobé détectés (en noir).

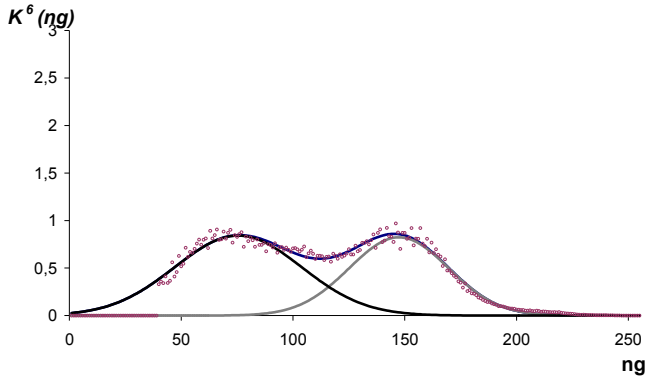




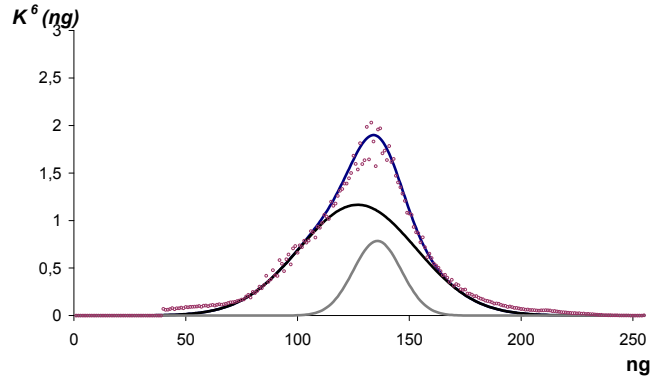




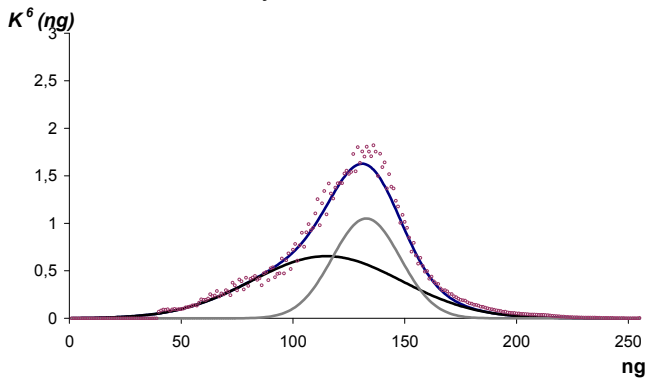
Annexe XI : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 6 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 160°C



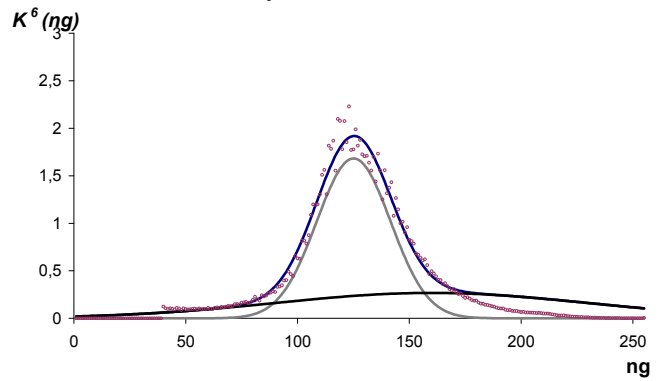
A- Enrobé recyclé malaxé durant 20 s



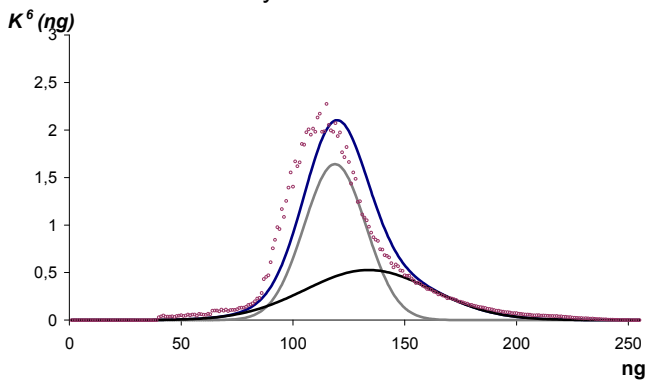
B- Enrobé recyclé malaxé durant 33 s



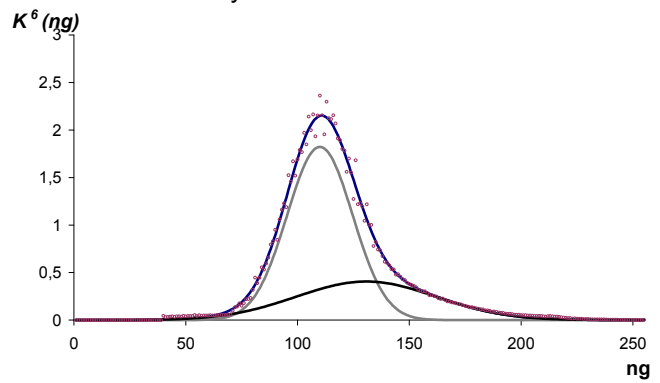
C- Enrobé recyclé malaxé durant 54 s



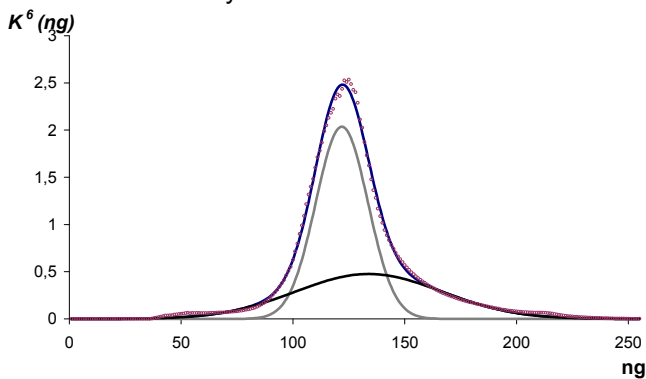
D- Enrobé recyclé malaxé durant 1 min 29 s



E- Enrobé recyclé malaxé durant 2 min 26 s



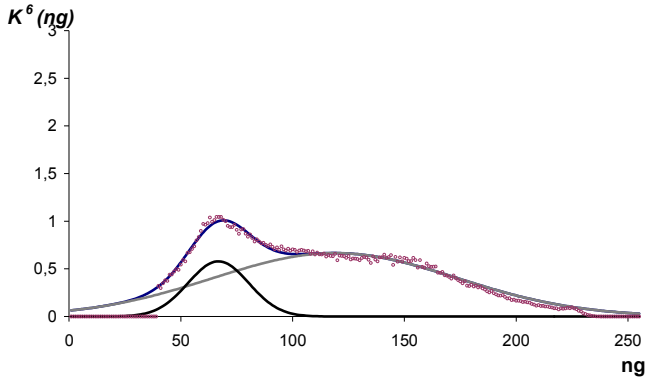
F- Enrobé recyclé malaxé durant 4 min



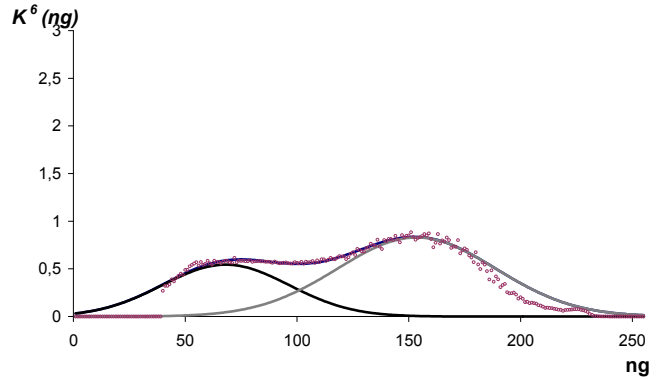
G- Enrobé recyclé malaxé durant 10 min



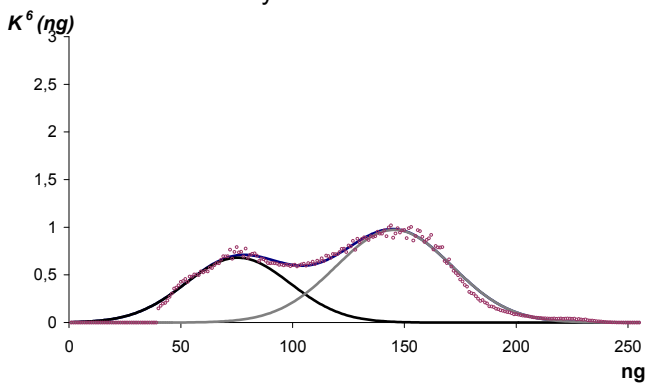
# Annexe XII : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 6 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 110°C



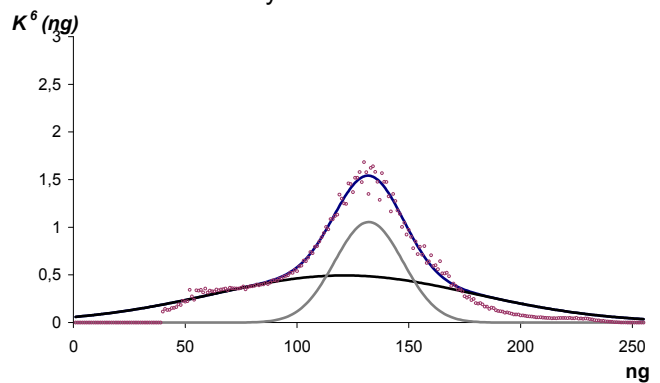
A- Enrobé recyclé malaxé durant 20 s



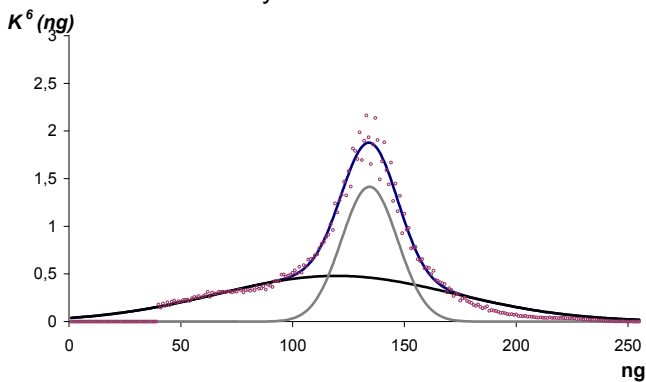
B- Enrobé recyclé malaxé durant 33 s



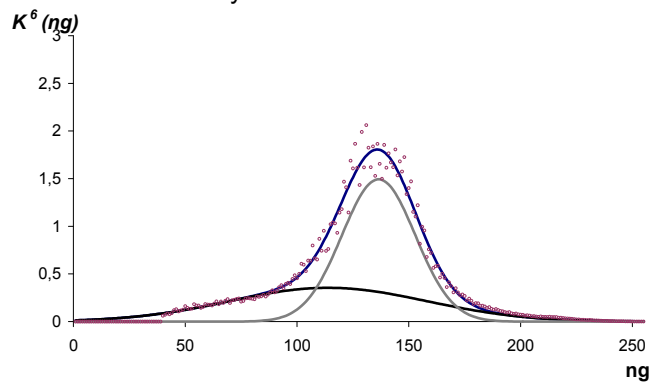
C- Enrobé recyclé malaxé durant 54 s



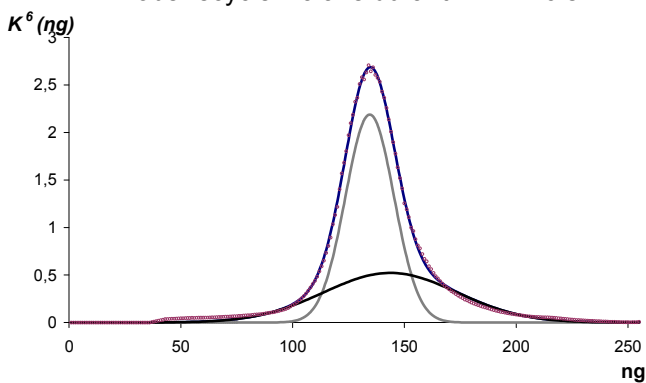
D- Enrobé recyclé malaxé durant 1 min 29 s



E- Enrobé recyclé malaxé durant 2 min 26 s

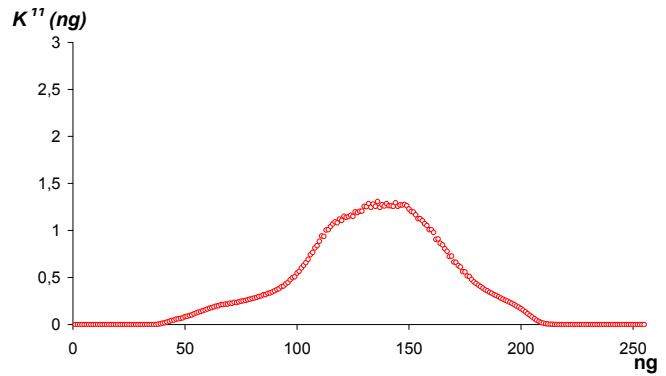
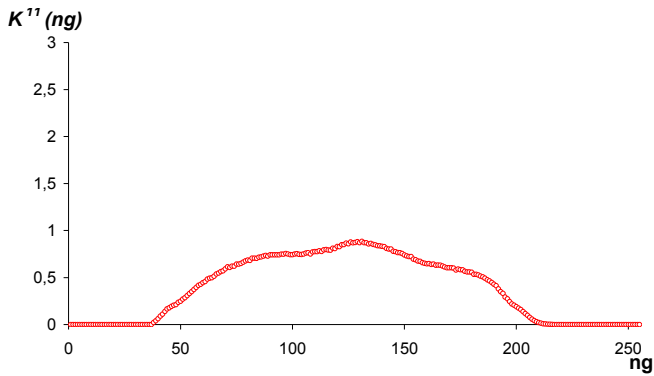


F- Enrobé recyclé malaxé durant 4 min



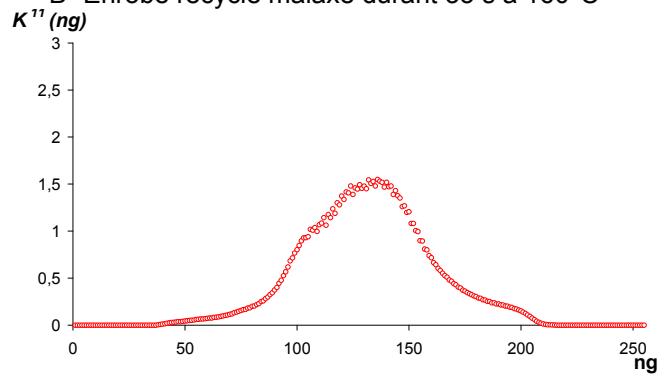
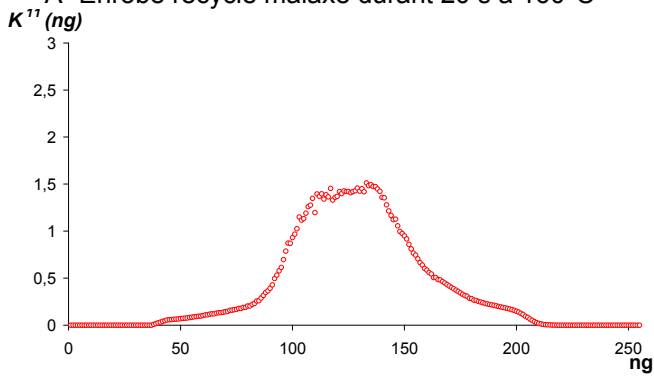
G- Enrobé recyclé malaxé durant 10 min

Annexe XIII : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 11 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 160°C



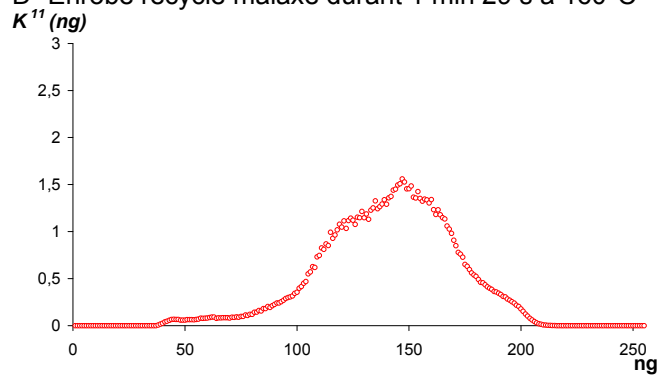
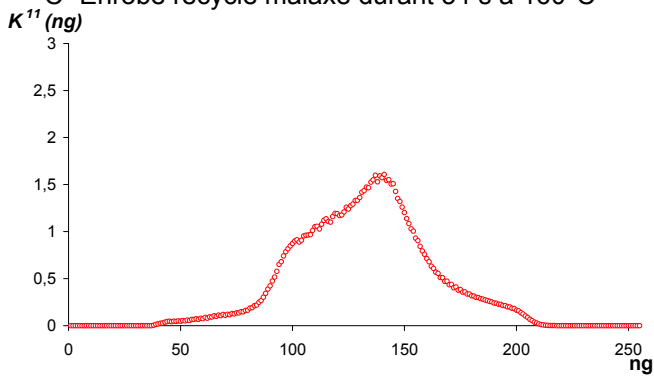
A- Enrobé recyclé malaxé durant 20 s à 160°C

B- Enrobé recyclé malaxé durant 33 s à 160°C



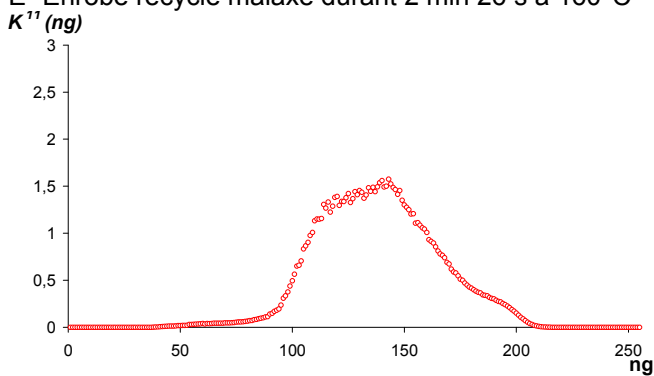
C- Enrobé recyclé malaxé durant 54 s à 160°C

D- Enrobé recyclé malaxé durant 1 min 29 s à 160°C



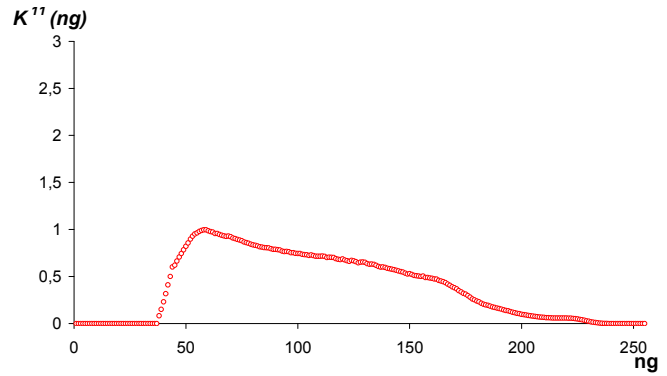
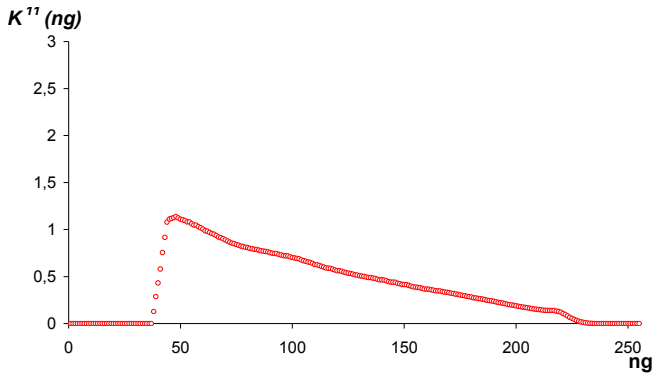
E- Enrobé recyclé malaxé durant 2 min 26 s à 160°C

F- Enrobé recyclé malaxé durant 4 min à 160°C



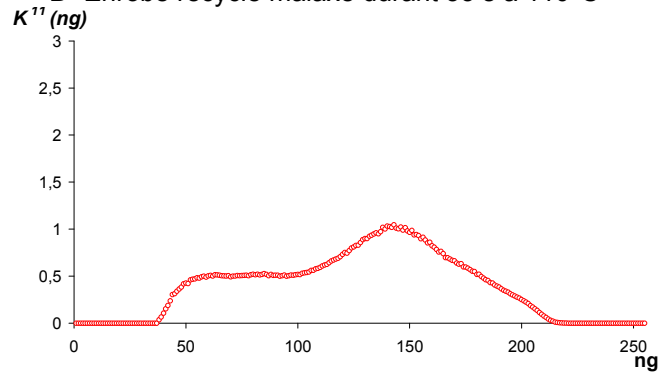
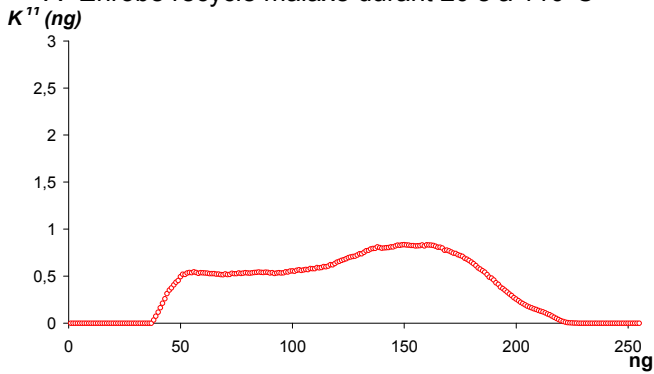
G- Enrobé recyclé malaxé durant 10 min à 160°C

# Annexe XIV : chromatogrammes moyens obtenus par analyse d'images de 11 couples de photographie LB/UV d'un enrobé recyclé fabriqué à 110°C



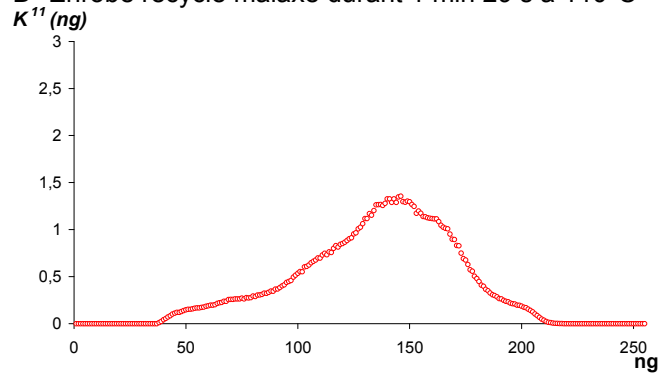
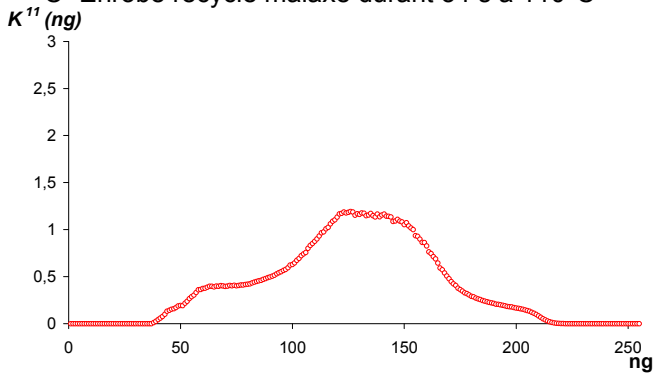
A- Enrobé recyclé malaxé durant 20 s à 110°C

B- Enrobé recyclé malaxé durant 33 s à 110°C



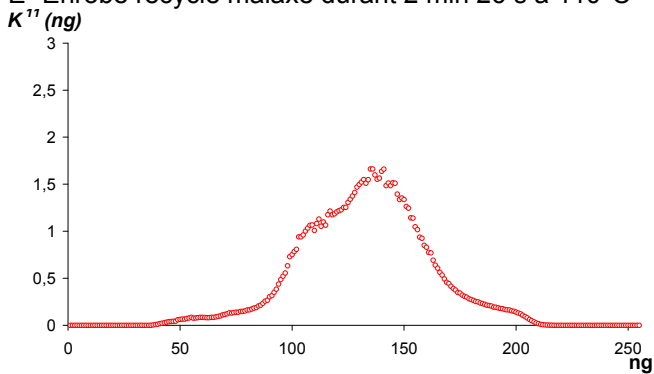
C- Enrobé recyclé malaxé durant 54 s à 110°C

D- Enrobé recyclé malaxé durant 1 min 29 s à 110°C



E- Enrobé recyclé malaxé durant 2 min 26 s à 110°C

F- Enrobé recyclé malaxé durant 4 min à 110°C

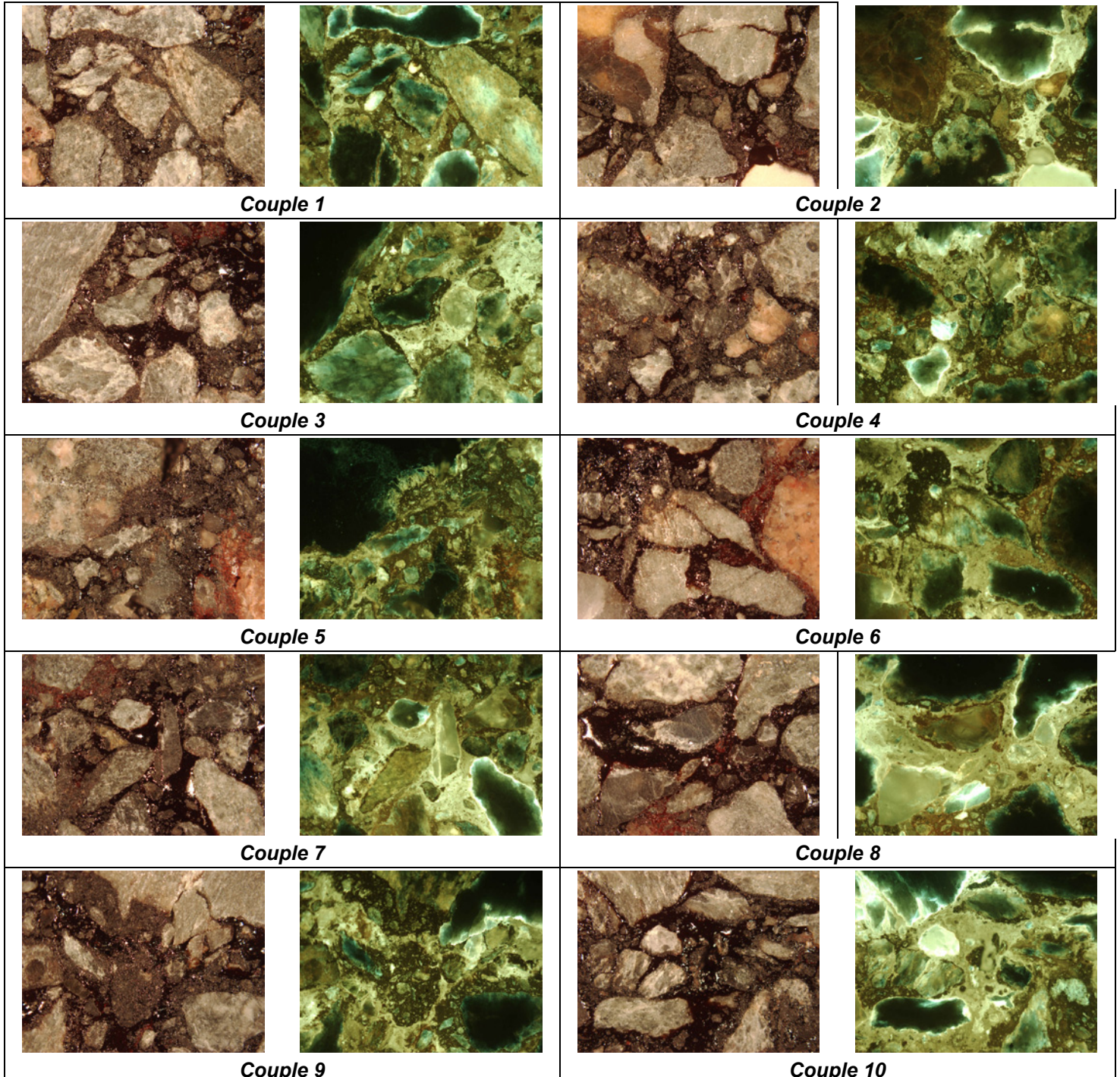


G- Enrobé recyclé malaxé durant 10 min à 110°C



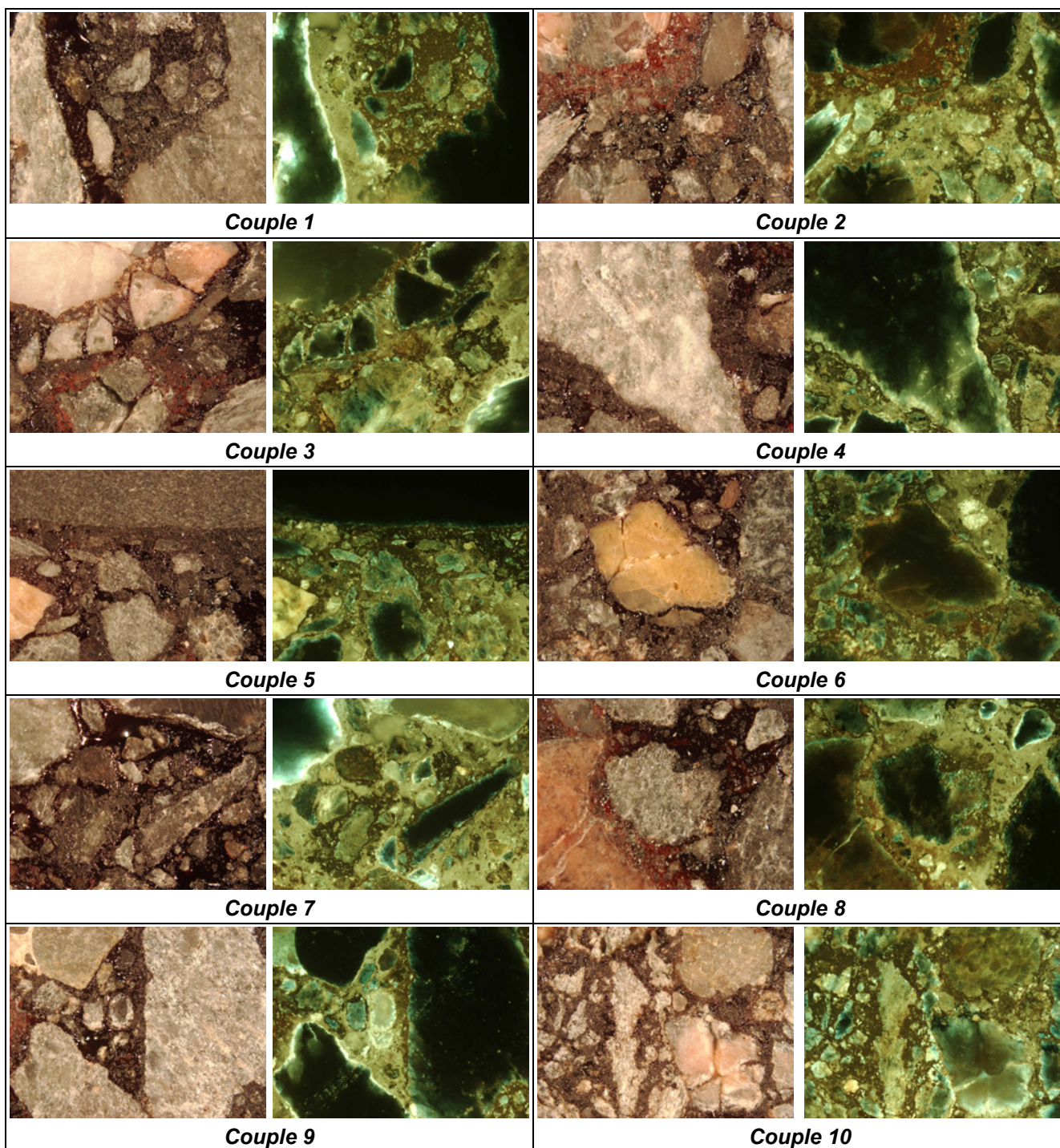
## Annexe XV : exemples de photographies exploitées pour la réalisation des chromatogrammes

Enrobé recyclé fabriqué à 110°C



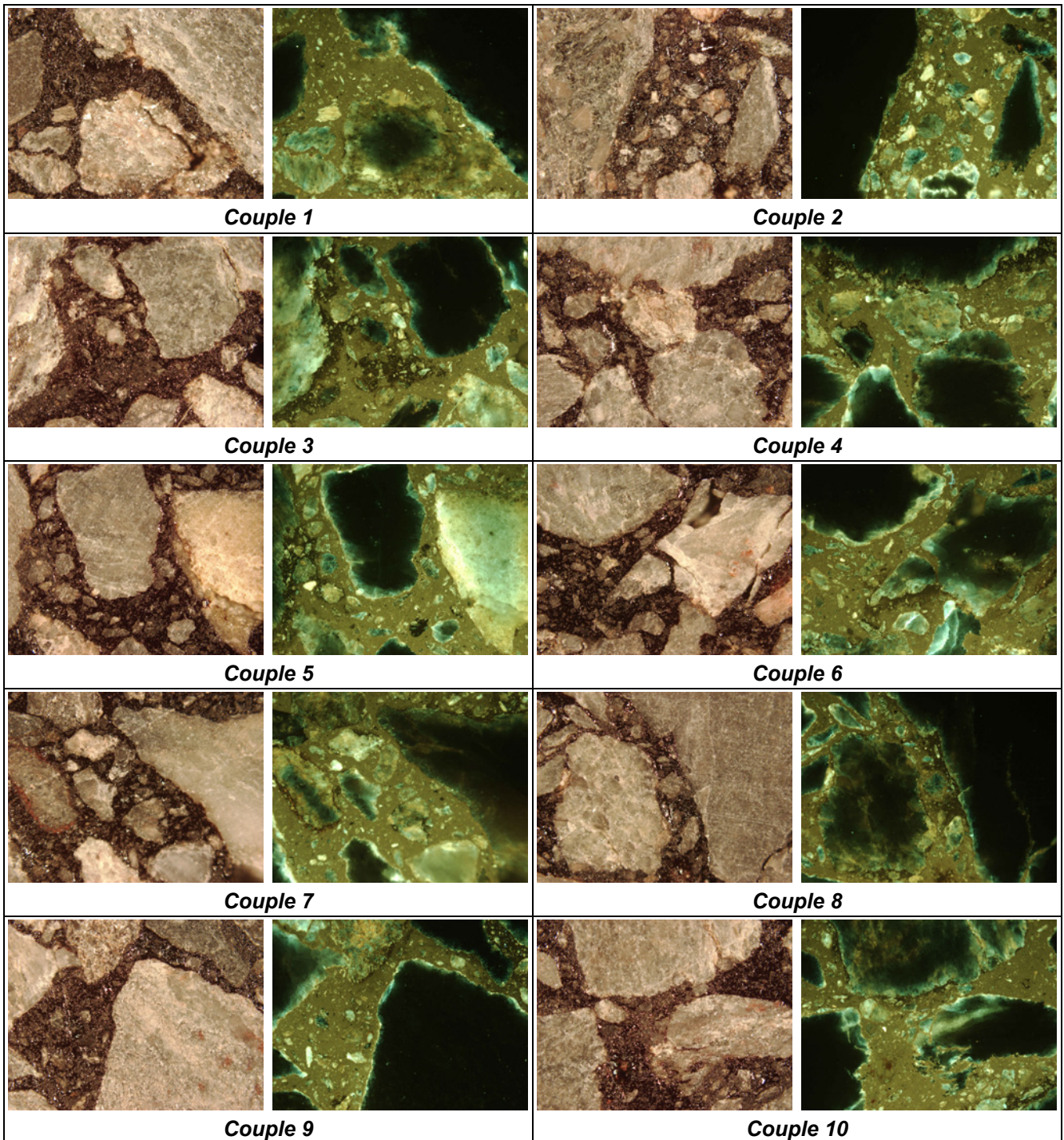
**Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement à 20 s de malaxage à 110°C – échantillon 1, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)**





**Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement à 33 s de malaxage à 110°C – échantillon 2, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)**

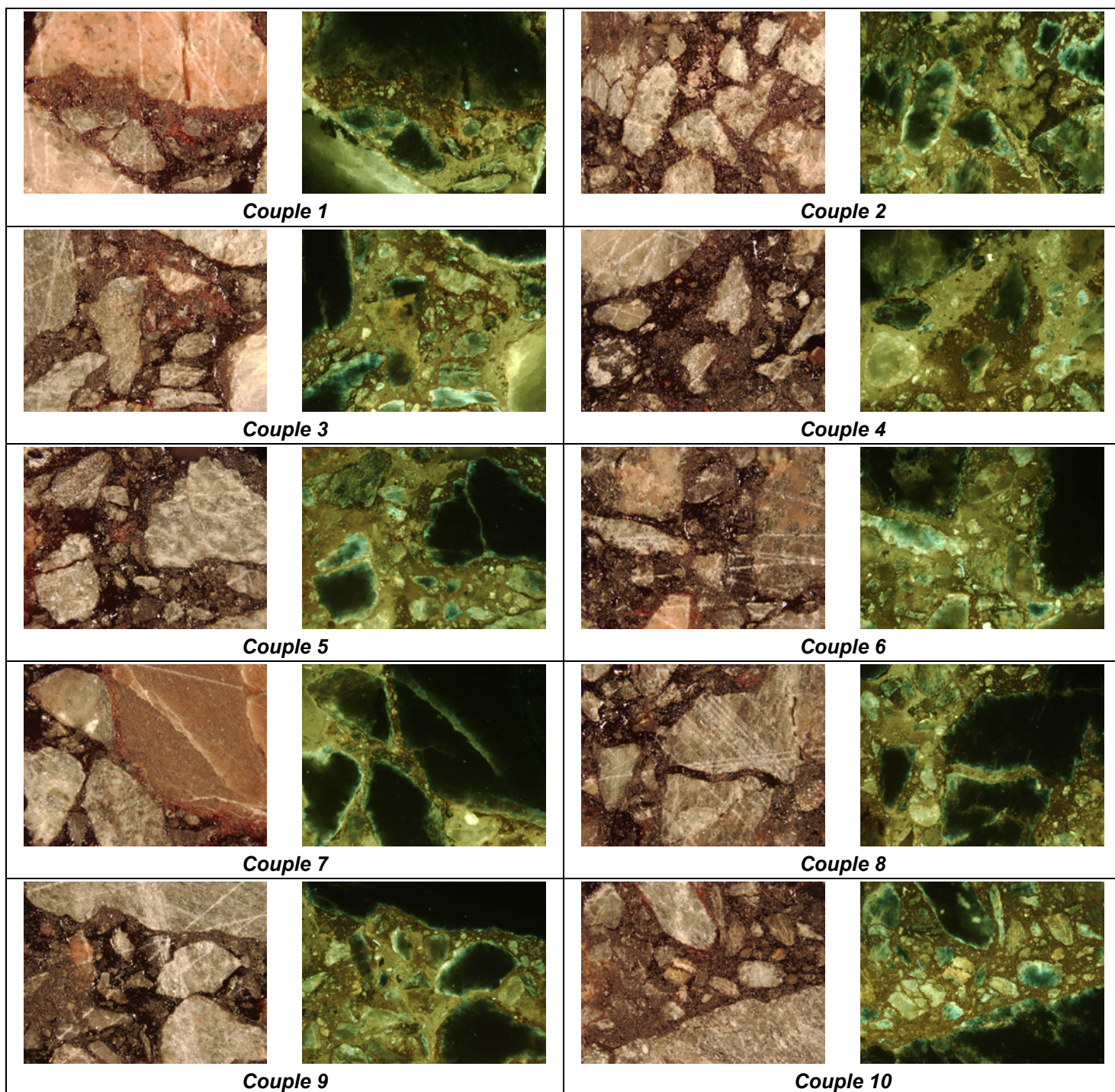




**Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement à 4 min de malaxage à 110°C – échantillon 6, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)**

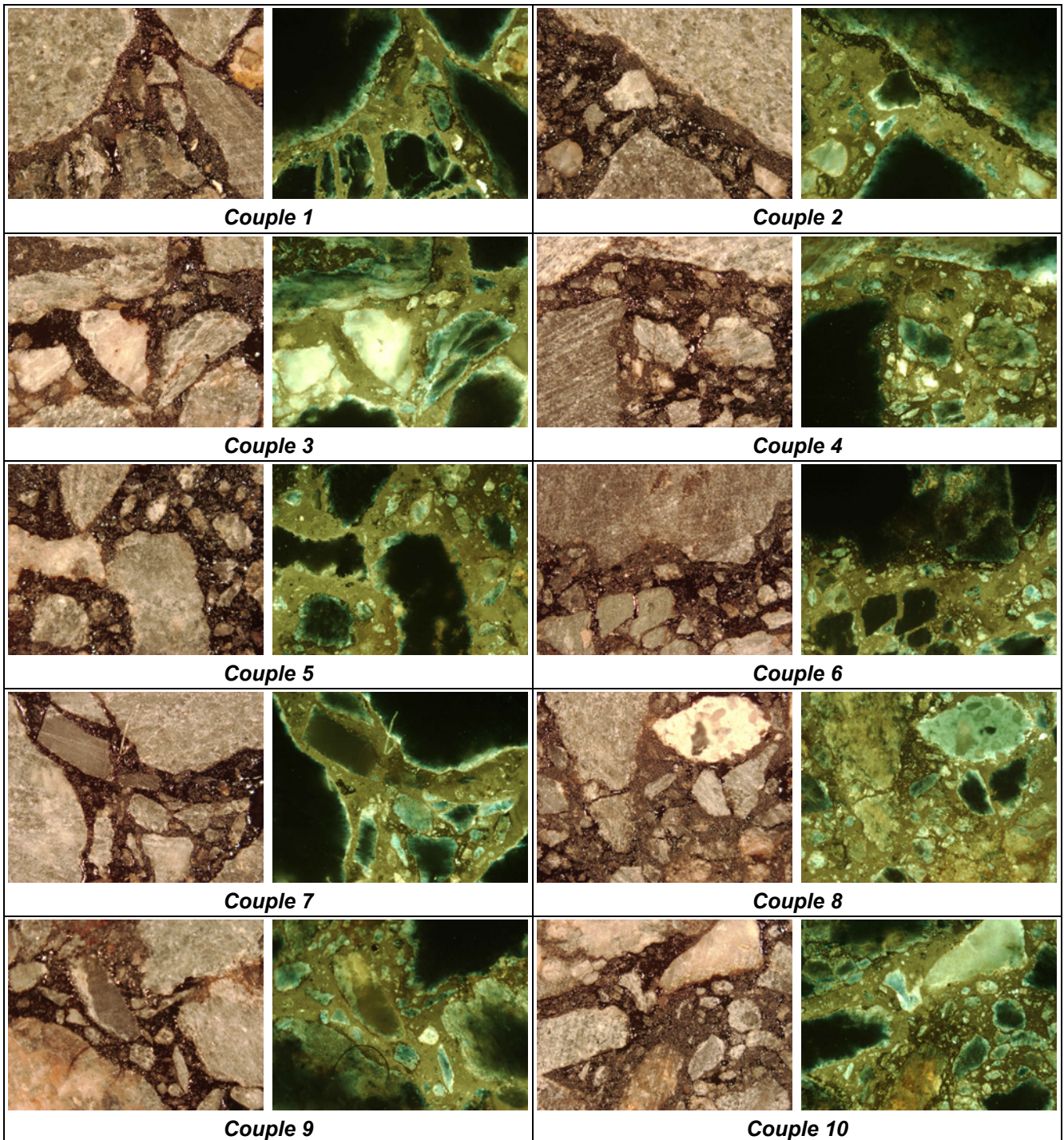


**Enrobé recyclé fabriqué à 130°C**



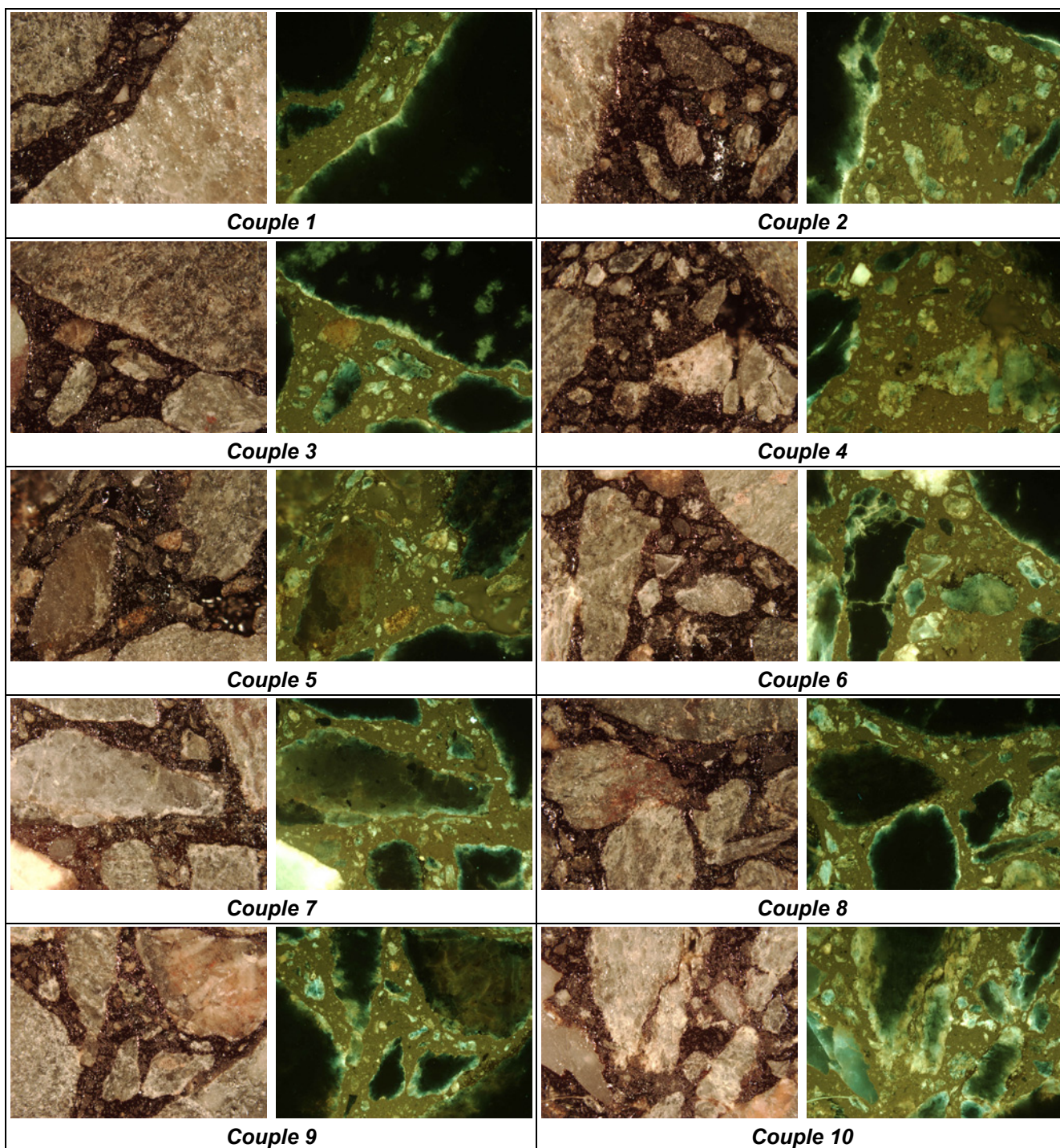
***Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement après 20 s de malaxage à 130°C – échantillon 1, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)***





*Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement après 40 s de malaxage à 130°C – échantillon 2, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)*

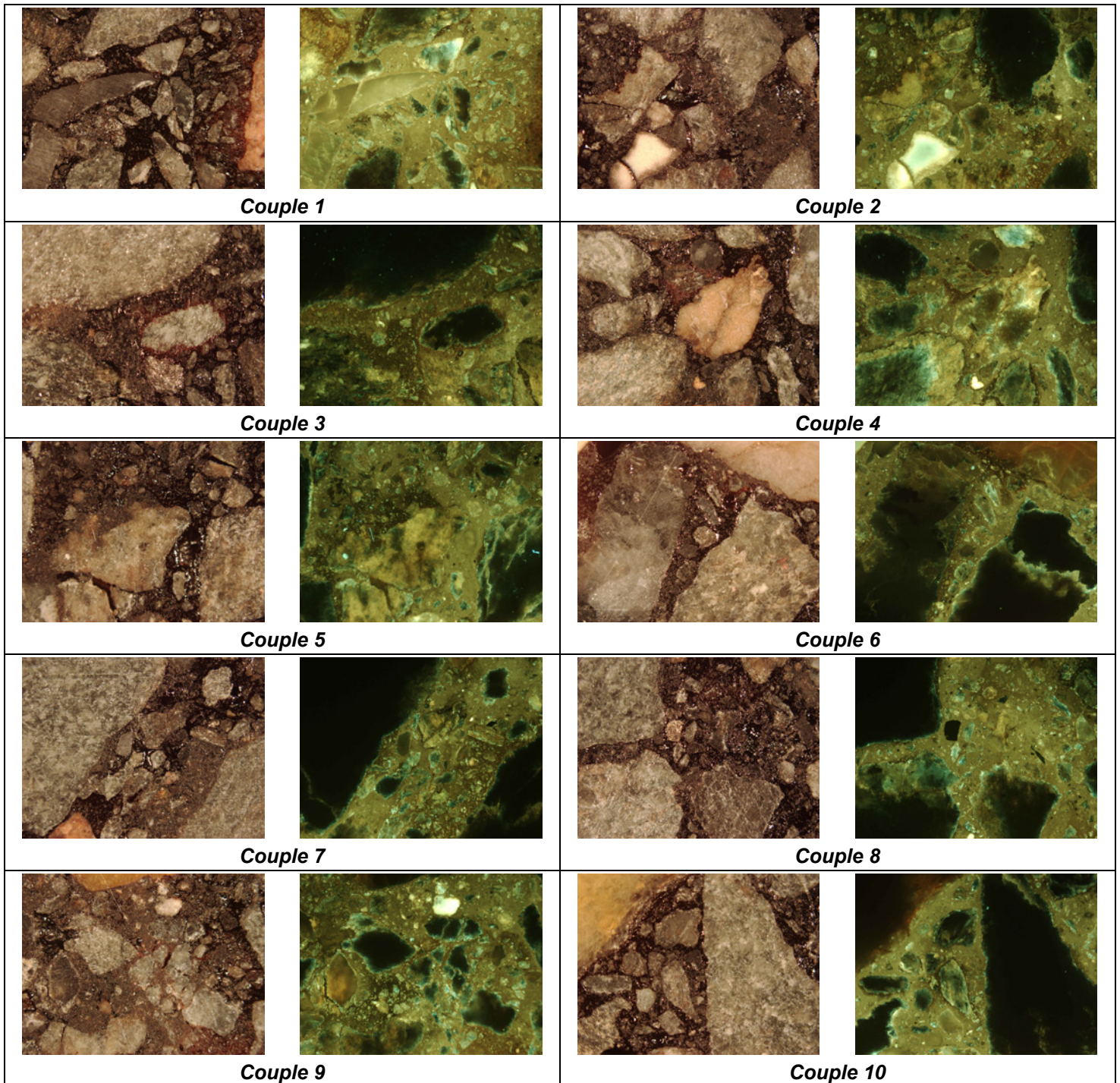




*Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement après 4 min de malaxage à 130°C – échantillon 6, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)*

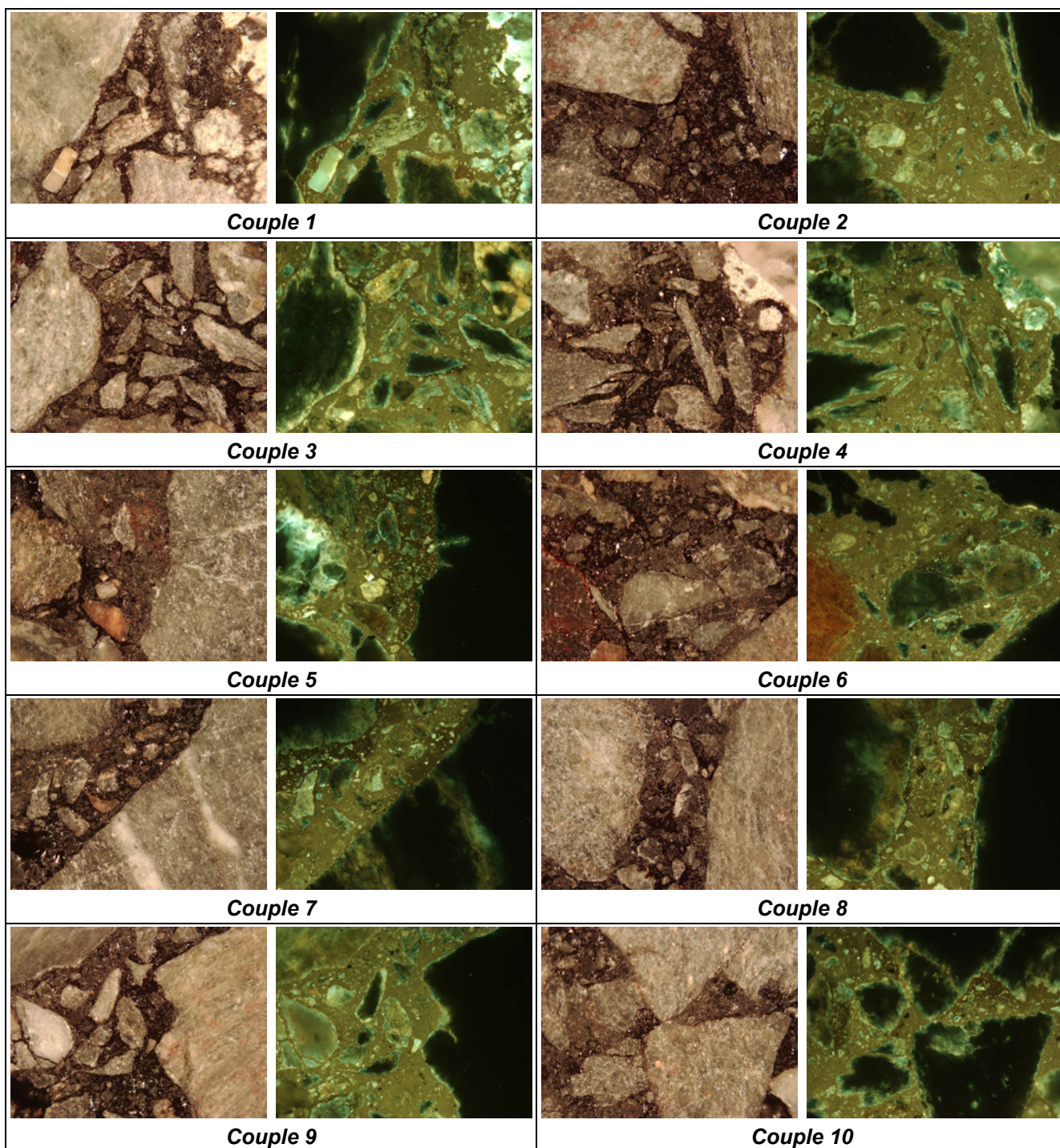


**Enrobé recyclé fabriqué à 160°C**



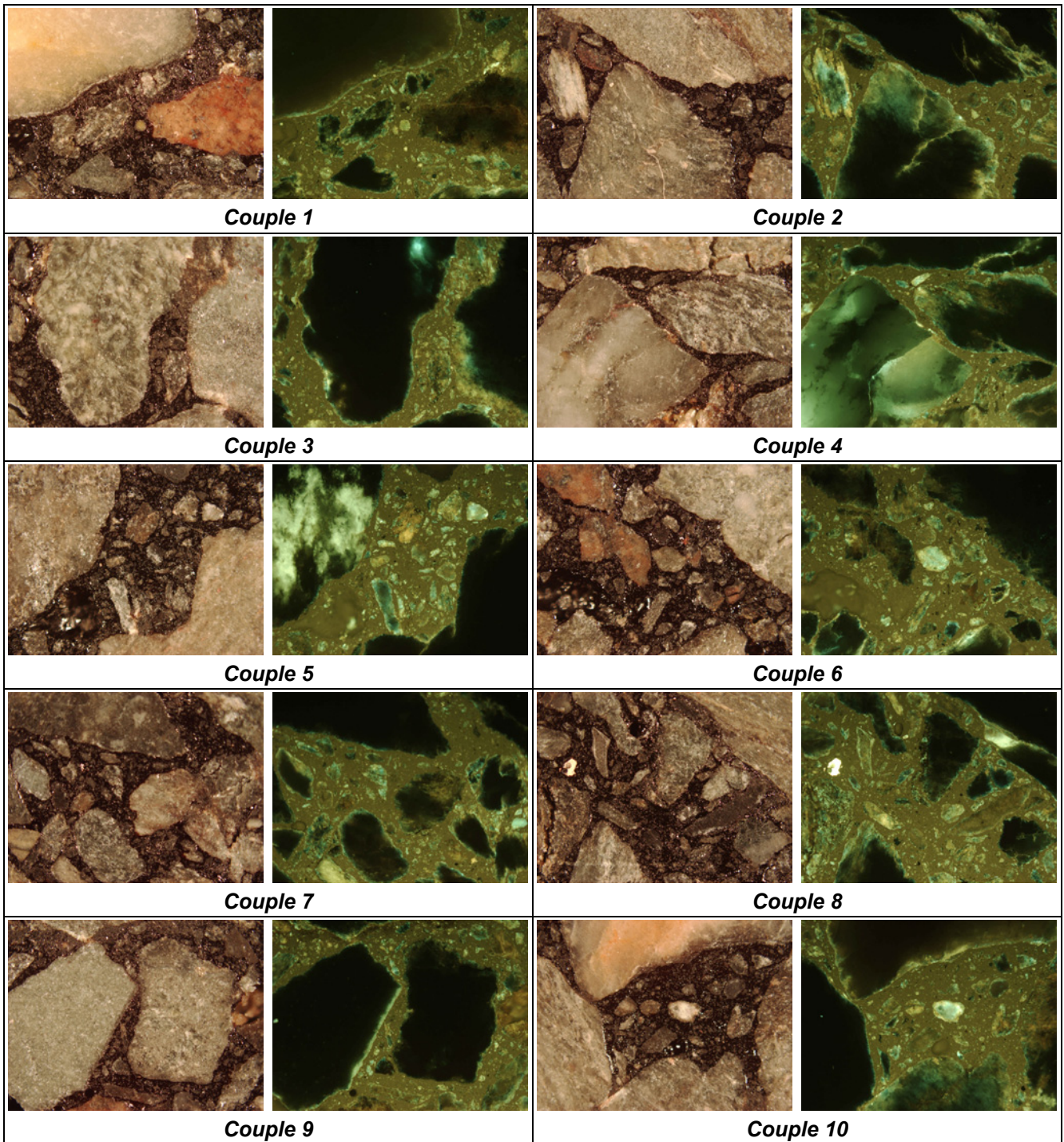
**Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement après 20 s de malaxage à 160°C – échantillon 1, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)**





**Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement après 33 s de malaxage à 160°C – échantillon 2, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)**

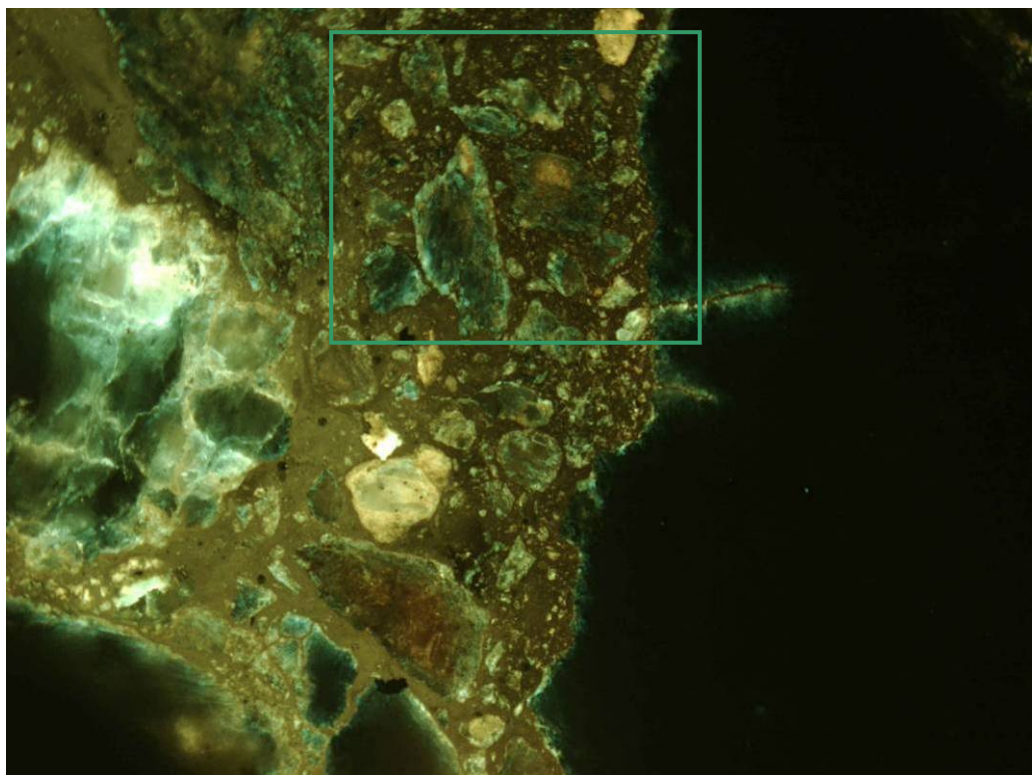


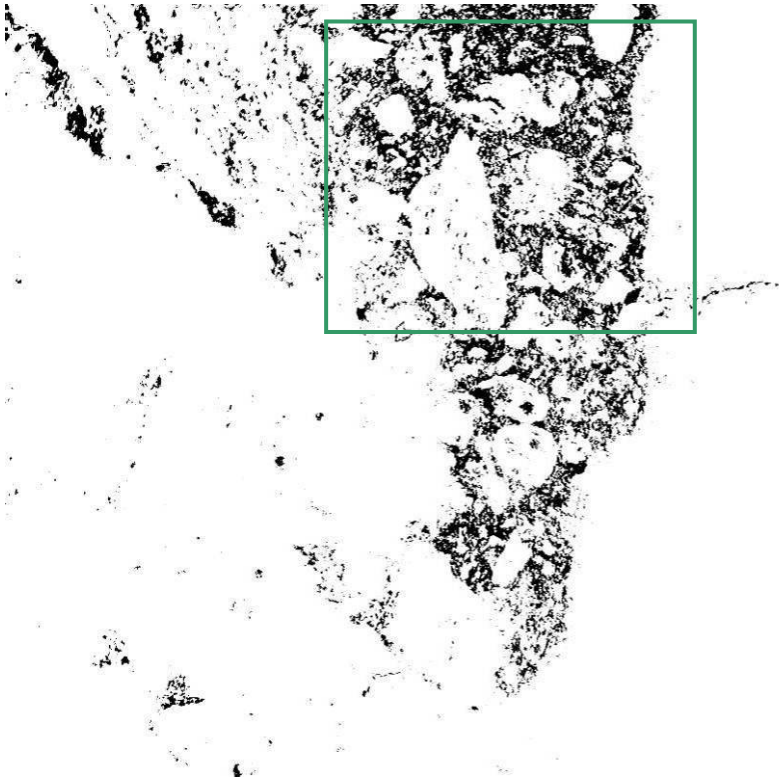


***Couples de photographies sous éclairage naturel et UV caractérisant le prélèvement après 4 min de malaxage à 160°C – échantillon 6, (échelle de prise de vue 4.6\*3.5 mm)***



Annexe XVI : exemple de photographies LB/UV pour lequel le masque de lumière UV est nécessaire





## Annexe XVII : fiche de donnée et de sécurité du Tétrachloroéthylène

**FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ**

Version du: 27/11/06

**1. Identification du produit et de la société***Identification du produit*

Code produit: P26218

ID No.: 1040700

Nom du produit: **Tétrachloroéthylène, Rectapur**

Utilisation de la substance ou préparation: Solvant organique

*Identification du fournisseur*

Société: VWR International SAS \* 201, rue Carnot \* F-94126  
Fontenay sous Bois cedex, France  
Telephone : + 33 (0) 1 45 14 85 94    Telefax : + 33 (0) 1 45 14 85 18  
E-mail: product.support@uk.vwr.com

Numéro d'appel d'urgence: +33 (0) 1 45 42 59 59

**2. Identification des dangers**

Effet cancérigène suspecté - preuves insuffisantes. Toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.

**3. Composition/information sur les composants***Caractéristiques chimiques*

Solvant halogéné

Nom du produit: Tétrachloréthylène

Numéro CAS : 127-18-4

Numéro CE: 204-825-9

Index CE: 602-028-00-4

Formule moléculaire:  $C_2Cl_4 = 165.85 \text{ g/mol}$ **4. Premiers secours**

- Contact avec les yeux: Rincer soigneusement à l'eau pendant au moins 10 minutes. En cas de douleur persistante, consulter un médecin.
- Inhalation: Eloigner la victime de la zone dangereuse, la laisser se reposer et garder au chaud. Consulter un médecin dans les cas graves.
- Contact avec la peau: Rincer abondamment la peau avec de l'eau. Retirer les vêtements contaminés et les laver avant de les réutiliser. CONSULTER UN MEDECIN dans les cas graves.
- Ingestion: Rincer soigneusement la bouche avec de l'eau et faire boire beaucoup d'eau. CONSULTER UN MEDECIN.

**5. Mesures de lutte contre l'incendie***Dangers spécifiques:*



Pas combustible.

Peut produire des vapeurs toxiques en présence de flammes (hydrogène chlorure, phosgène)

*Agent d'extinction approprié:*

Adapter à l'environnement.

Revêtir immédiatement l'ensemble du vêtement de protection contre les produits chimiques et porter un masque respiratoire. Présence dans la zone dangereuse uniquement à condition d'être équipé d'un appareil respiratoire.

## 6. Mesures à prendre en cas de dispersion accidentelle

Porter des vêtements de protection appropriés. Avertir les autres personnes de rester à bonne distance. Ne pas respirer les vapeurs. Ne pas rejeter à l'égout.

Faibles quantités: Absorber avec une matière inerte, transférer dans un conteneur et organiser la prise en charge par une société d'élimination des déchets. Laver soigneusement le lieu du déversement à l'eau et au détergent.

En cas de déversements importants, les liquides doivent être circonscrits avec du sable ou de la terre et être transférés, ainsi que les solides, dans des conteneurs de récupération. Tous résidus doivent être traités comme des déversements de faible importance.

Disperser les vapeurs en aérant soigneusement la zone.

## 7. Manipulation et stockage

*Manipulation:*

Il est strictement interdit de manger, boire ou fumer en présence de cette matière. Travailler sous une hotte. Ne pas inhaler la substance. Se laver soigneusement les mains et le visage après tout travail avec cette matière. Retirer les vêtements contaminés et les laver avant de les réutiliser.

Utiliser un confinement approprié pour éviter toute contamination du milieu ambiant.

Matériaux non appropriés : matières plastiques distinctes.

*Stockage:*

Conserver à température ambiante (15 à 25°C recommandés). Garder hermétiquement fermé et à l'abri du soleil ou de l'humidité.

## 8. Contrôle de l'exposition/protection individuelle

*Valeurs Limites d'Exposition (Français):*

Valeur Limite de Moyenne d'Exposition pour le Perchloroéthylène:

VME: 335 mg/m<sup>3</sup> (50 ppm)

*Equipements de protection individuelle:*

Selon la quantité manipulée. Des méthodes mécaniques de contrôle ou de prévention de l'exposition sont préférées. Les méthodes peuvent comprendre une enceinte de traitement ou une ventilation mécanique.

Ventilation: Hotte

Masque respiratoire: Appareil respiratoire autonome nécessaire en cas d'apparition de vapeurs/aérosols.

Gants: Alcool polyvinylique, Vitom™ ou PE/EVAL (Silver Shield). Si les gants présentent quelque dégradation (par exemple une pénétration par un produit chimique), ces derniers doivent être immédiatement enlevés et remplacés.

Protection oculaire: Lunettes ou masque de protection

Autres précautions: Tablier en plastique, manches, bottes - pour manipuler les grandes quantités

## 9. Propriétés physiques et chimiques

### Indications générales:

Forme:	liquide
Couleur:	incolore
Odeur:	d'éther

### Indications de la santé, la sécurité et l'environnement:

Point de fusion	-22°C
Température d'ébullition	121°C
Densité(g/ml)	1.62
Pression de vapeur	19 hPa (20°C)
Densité de vapeur relative:	5.83
Solubilité dans eau	Pratiquement insoluble (0.16g/l, 20°C)
Flammabilité:	Pas combustible.
Viscosité:	0.9 mPas (20°C)
Log P(o/w):	3.4

## 10. Stabilité et réactivité

Stable.

Substances à éviter: métaux en poudre, hydroxydes alcalins, oxygène, azote oxydes.  
La possibilité d'une réaction avec d'autres substances ne peut pas être exclué

Produits de décomposition dangereux: phosgène, acide chlorhydrique, chlore.

## 11. Informations toxicologiques

### Toxicité aiguë:

- En cas d'inhalation de vapeurs : irritations des muqueuses, vertige, torpeur, inconscience, oedème pulmonaire. Danger d'aspiration en cas de vomissement.
- En cas de contact avec la peau : faibles irritations. Danger de résorption cutanée. Effet dégraissant sur la peau, éventuellement avec inflammation secondaire. Le contact prolongé avec la peau peut provoquer: dermatite.
- En cas de contact avec les yeux : irritation. danger d'opacification de la cornée
- en cas de résorption : céphalées, nausée, vomissement, troubles du système nerveux central, narcose. effets possibles sur : foie, reins.

D'autres propriétés dangereuses ne peuvent être exclues. Manipuler ce produit avec les précautions d'usage pour un produit chimique.

### Autres données

LD50 (voie orale, rat): 2629 mg/kg  
LC50 (inhalation, rat): 42.4 mg/l

test d'irritation cutanée (lapin): Faibles irritations.  
test d'irritation des yeux (lapin): Faibles irritations.  
test de sensibilisation (cochon d'Inde): négatif.  
Le soupçon d'effet cancérigène demande un supplément de recherche.

## 12. Informations écologiques

Un effet nocif sur les organismes aquatiques ne peut être exclu en cas de manipulation et d'élimination incorrectes.

### *Données écologiques supplémentaires:*

Potentiel de bioaccumulation: moyen (Log Pow 2-4).

biodégradabilité : difficile.

Constante d'Henry: 2700 Pa m<sup>3</sup>/mol

Koc: 209-238

toxicité sur les poissons : LC50): 5 mg/l/96hr (Onchorhynchus mykiss)

toxicité sur les daphnies : LC50: 22 mg/l/48hr

DBO 0,06 g/g

DThO 0,39 g/g

### *Remarques:*

Ne pas évacuer dans les eaux naturelles, les eaux d'égout ou le sol !

## 13. Considérations relatives à l'élimination

Les résidus chimiques sont généralement classés comme déchet spécial, et sont donc réglementés en fonction de l'emplacement. Se renseigner auprès de l'autorité responsable de l'élimination des déchets la plus proche, ou donner à une société d'élimination. Rincer soigneusement les conteneurs vides avant de les renvoyer pour recyclage.

## 14. Informations relatives au transport

Numéro ONU: 1897

Classe: 6.1

Groupe d'emballage: III

Désignation officielle: TETRACHLOROETHYLENE

## 15. Informations réglementaires

### *Étiquetage selon les directives CE*

Symbole: Xn N Nocif. Dangereux pour l'environnement.

Phrases R: R40-51/53

Effet cancérigène suspecté - preuves insuffisantes. Toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.

Phrases S: S23B-36/37-61

Ne pas respirer les vapeurs. Porter un vêtement de protection et des gants appropriés. Éviter le rejet dans l'environnement. Consulter les instructions spéciales /la fiche de données de sécurité.

Numéro CE: 204-825-9

Cancérigène, Catégorie 3

### *Règlementations locales*

En France, l'utilisation de ce produit chimique respecte le Décret n°92-1261 du 3 décembre 1992 (modifié), relatif à la prévention du risque chimique.

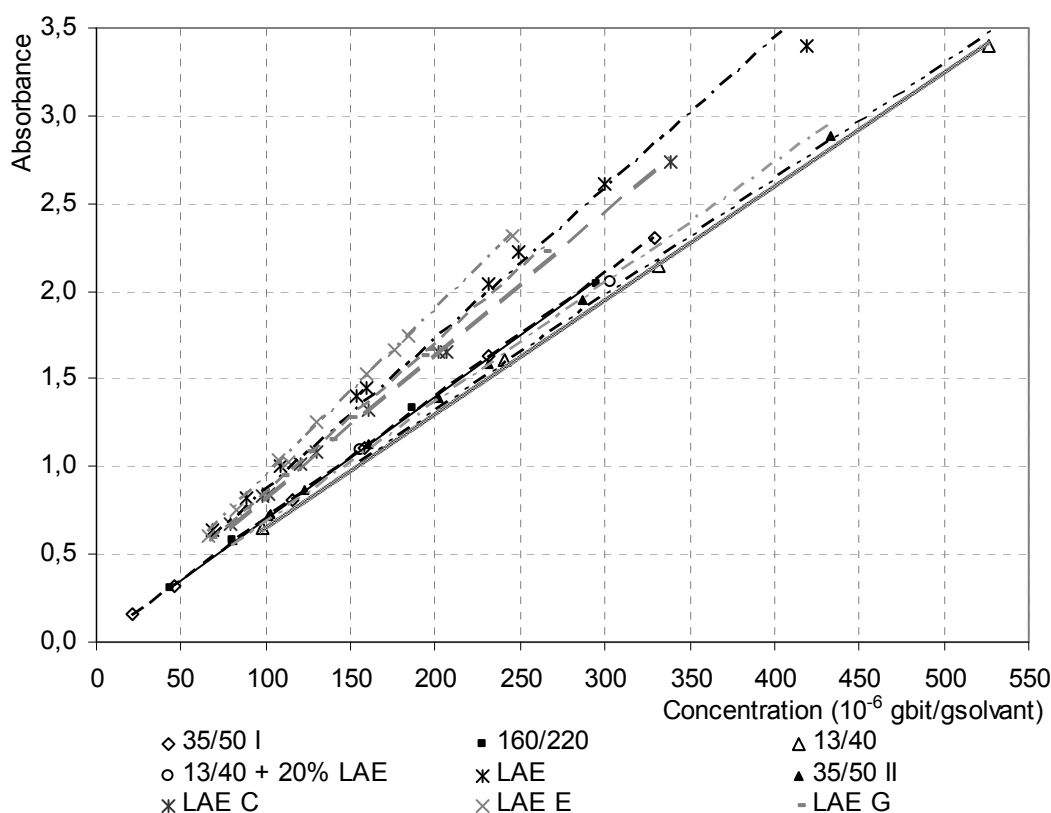
## 16. Autres informations

## Annexe XVIII : Calibration de la spectrophotométrie UV-VIS

La calibration de la mesure de spectrophotométrie UV-VIS (Di Benedetto et Breuil 2007) utilisée pour réaliser l'étape 2 (Partie II- Chapitre II.4) est réalisée en mesurant l'absorbance de solutions préparées en diluant une solution mère de concentration connue par du tétrachloroéthylène de qualité spectroscopique. Du fait du trajet optique important (20mm) du à l'utilisation d'un spectrophotomètre HACH LANGE DR 2800 les solutions caractérisées doivent être de faible concentration. La dissolution d'une solution mère permet de couvrir une gamme de concentration allant de  $50 \cdot 10^{-6}$  à  $500 \cdot 10^{-6}$  grammes de bitume par gramme de solvant. Les liants bitumineux utilisés pour réaliser les solutions mères sont de trois types:

- des liants d'apport (deux liants de type 35/50 identifiés I et II, un liant 13/40 et un liant 160/220)
- un mélange de liant modifié au polymère et de liant d'agrégats d'enrobé (un liant 13/40 contenant 20% de liant d'agrégats d'enrobé)
- des liants d'agrégats d'enrobé (le liant des agrégats d'enrobé LAE utilisés pour la fabrication des échantillons d'enrobé recyclé et trois liants d'agrégats d'enrobé d'origine française identifiés LAE C, LAE E et LAE G).

La mesure de l'absorbance de ces solutions en fonction de la concentration calculée par dilution permet de tracer le graphique ci-dessous représentant l'absorbance des solutions en fonction de la concentration.



*Calibration de la mesure de spectrophotométrie réalisée à une longueur d'onde de 500 nm*



Ce graphique montre une évolution identique de l'absorbance en fonction de la concentration pour toutes les solutions à l'exception de celles constituées de liant d'agrégats d'enrobé. A concentration identique, les solutions contenant du liant d'agrégats d'enrobé ont une absorbance supérieure.

Cette différence d'absorbance n'est pas la conséquence d'une densité supérieure du LAE par rapport au LA car, à masse de liant identique, le volume dispersé de LAE dans le solvant aurait alors été inférieur à celui de LA. La mesure de spectrophotométrie qui est une mesure volumique aurait identifié le volume inférieur de LAE par une absorbance inférieure ; ce qui n'est évidemment pas le cas.

L'origine de cette particularité est la conséquence d'une différence de nature moléculaire. Les solutions de solvant et de liant sont composées de molécules hydrocarbonées appelées asphaltènes. La proportion de ces molécules dont la structure peut être apparentée à du graphite augmente durant le vieillissement du liant à cause du phénomène d'attraction stérique conduisant les composés résiniques à intégrer les composés asphalténiques. La longueur d'onde utilisée (500nm) est une fréquence particulière des asphaltènes qui exposées à ce rayonnement l'absorbe et émettent un rayonnement à 560 nm (Mullins et al. 1992). Une plus forte présence d'asphaltènes induit alors une plus forte absorption du rayonnement à 500 nm.

Un coefficient de proportionnalité ( $\alpha$ ) reliant l'absorbance à la concentration des solutions peut être attribué à chaque type de liant. Ce coefficient est directement proportionnel au coefficient d'absorption linéique  $\epsilon_\lambda$  caractéristique de chaque solution, à la longueur du trajet optique près (Di Benedetto et Breuil 2007). Les coefficients de chaque solution sont présentés dans le tableau suivant :

Type de liant	35/50 I	35/50 II	13/40	160/220	-
$\alpha$ ( $\mu\text{g/g}^{-1}$ )	0,0070	0,0068	0,0065	0,0070	-
Type de liant	13/40 + 20% LAE	LAE	LAE E	LAE G	LAE C
$\alpha$ ( $\mu\text{g/g}^{-1}$ )	0,0066	0,0086	0,0082	0,0085	0,0095

*Coefficient de proportionnalité entre la concentration et l'absorbance des solutions de liant*

La différence de coefficient  $\alpha$  et donc d'absorption linéique  $\epsilon_\lambda$  entre les liants d'agrégat d'enrobé et les autres liants testés indique que la mesure de spectrophotométrie surestime la concentration en liant des solutions étudiées. Etant donné la forte dépendance du coefficient  $\alpha$  en fonction du type de liant d'agrégats d'enrobé étudié, le coefficient  $\alpha$  utilisé par la suite sera la moyenne des coefficients attribués aux liants 35/50 I, 35/50 II, 160/220, LAE, LAE E, LAE G et LAE C, soit  $0,0079 \pm 0,0004 \cdot 10^{-6}$  g/g. Cette mesure conduit à une incertitude relative de la concentration mesurée égale à  $\pm 0,05$ .

## Annexe XIX : présentation de la méthode d'analyse des spectres infrarouge permettant la détermination de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé des solutions $Sol\_i$

La première étape, étape de « normalisation » vient corriger le fait que les solutions  $Sol\_i$  ont des concentrations totales en bitume qui diffèrent légèrement. À l'issue de l'étape de préparation de ces solutions (Paragraphe II.4), la valeur de cette concentration se situe dans un intervalle [0,0076 ; 0,0084]. Pour chaque solution, l'aire située sous le pic d'atténuation centrée autour de  $n=2950 \text{ cm}^{-1}$  (Fig. III-4, pic correspondant à la présence de liaisons aliphatiques dans les liants bitumineux) est a priori proportionnelle à la valeur de la concentration totale (en bitume) de cette solution (Dalibart et Servant 2000). La « normalisation » des spectres consiste à imposer, aux spectres des solutions  $Sol\_i$ , une homothétie selon l'axe des ordonnées (axe des absorbances), le facteur homothétique étant le rapport entre l'aire située sous le pic d'atténuation centré autour de  $n=2950 \text{ cm}^{-1}$  pour la solution  $Sol\_i$  concernée et l'aire correspondante pour une solution de référence (par défaut la solution  $Sol\_1$  de l'échantillon lixivie). Cette aire est calculée selon la méthode dite de « vallée à vallée » qui consiste à identifier les bornes d'intégration de chacune des surfaces concernées comme les points bas de part et d'autre du pic à intégrer.

La seconde étape exploite le pic correspondant à la fonction carboxyle C=O (autour de  $n=1700 \text{ cm}^{-1}$ ) pour chacun des spectres précédemment normalisés. Cette exploitation est basée sur le fait que l'absorbance IR due aux liaisons carboxyles est liée au vieillissement d'un bitume. Elle est d'autre part inspirée d'un indice de vieillissement de bitume proposé par Lamontagne (Lamontagne et al. 2001) et par Mouillet (Mouillet et al. 2008). Cet indice, nommé *CI* (*Carbonyl Index*) par les auteurs est obtenu à partir du spectre IR de la solution étudiée ; il est le rapport entre la surface du pic carboxyle  $S^{1700}$  et une surface de référence, propre à chaque spectre, correspondant à la somme des aires d'une dizaine de pics liés à des fonctions chimiques caractéristiques d'un liant bitumineux (ces aires étant déterminée selon la méthode dite de « vallée à vallée »). La précision de cet indice est liée à la variabilité des pics considérés et à la difficulté d'en délimiter la surface pour en évaluer l'aire. De façon à palier cette source d'erreur, nous avons choisi de définir la mesure d'oxydation  $M_i$  - d'une solution  $Sol\_i$  issue du mélange d'une solution de LA et d'une solution de LAE - de la manière suivante :

$$M_i = \frac{CI_{Sol\_i} - CI_{LA}}{CI_{LAE} - CI_{LA}}$$

Éq. V-1

Cette mesure s'écrit :

$$M_i = \frac{S_{Sol\_i}^{1700} - S_{LA}^{1700}}{S_{LAE}^{1700} - S_{LA}^{1700}}$$

Éq. V-2

où les surfaces  $S_{Sol\_i}^{1700}$ ,  $S_{LAE}^{1700}$  et  $S_{LA}^{1700}$  sont définies sur la figure A. Ces surfaces sont assimilées à des triangles rectangles ; la projection de ces triangles sur l'axe des abscisses définit deux abscisses de référence notées respectivement  $n_{Max}$  et  $n_{min}$ . Les nombres d'onde  $n_{Max}$  et  $n_{min}$  correspondent aux abscisses moyennées sur

les douze solutions nécessaires pour caractériser un échantillon d'enrobé recyclé ( $Sol_1 \dots Sol_{10}, Sol_{lm}, Sol_{LAE}$ ) : les nombres  $n_{Max}$  et  $n_{min}$  de chaque solution sont respectivement le maximum et le minimum (à droite) du pic C=O. Les nombres  $n_{Max}$  et  $n_{min}$  de chaque solution sont calculés pour chaque spectre en annulant sa dérivée première, donc sans intervention de l'expérimentateur quant à leur choix. L'expression (Éq. V-3) de la mesure de vieillissement dépend seulement des hauteurs  $h_{Sol\_i}^{1700}$ ,  $h_{LA}^{1700}$  et  $h_{LAE}^{1700}$ , intrinsèques à chaque spectre et qui sont définies par l'intermédiaire de  $n_{Max}$  et  $n_{min}$  tel que représenté sur la figure A.

$$M_i = \frac{h_{Sol\_i}^{1700} - h_{LA}^{1700}}{h_{LAE}^{1700} - h_{LA}^{1700}}$$

Éq. V-3

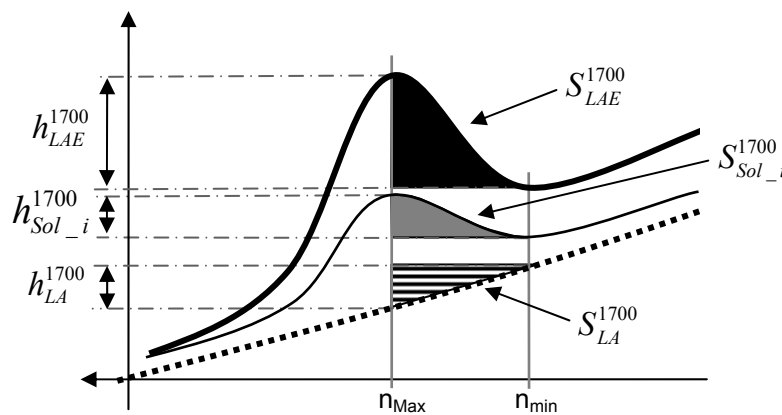


Figure A : représentation schématique des surfaces considérées pour la définition de la mesure de vieillissement d'un échantillon  $Sol_i$  bitume  
 Trait pointillé : solution de LA, Trait gras : solution de LAE, Trait fin :  $Sol_i$  (LA+LAE) ; surface hachurée :  $S_{LA}^{1700}$  ; surface grise :  $S_{Sol\_i}^{1700}$  ; surface noire :  $S_{LAE}^{1700}$ .

Notons ici que cette mesure du vieillissement comporte l'avantage de s'affranchir des décalages de ligne de base couramment observés en spectrométrie IR. Ces décalages sont attribués à l'instabilité des conditions de mesures (Dalibart et Servant 2000): source IR, détecteur, variation de température, vibrations mécaniques, etc... La non prise en compte de la variation de la ligne de base peut invalider les mesures a fortiori lorsque les absorbances étudiées sont faibles.

Afin de valider la méthode, cinq solutions étalons, de concentrations connues en LA et en LAE, ont été fabriquées. La figure B compare la concentration de ces solutions étalons avec la mesure réalisée au moyen de l'équation Éq. V-3. La droite  $M$  obtenue reliant les points apparaît être la première bissectrice avec une corrélation de 0,9997. Il y a ainsi identité entre la mesure  $M$  et la concentration de LAE dans le liant de l'enrobé recyclé présent dans les solutions.

Il est donc possible d'écrire que pour chaque solution ( $Sol_1 \dots Sol_{10}, Sol_{lm}$ ), la mesure de vieillissement  $M_i$  n'est autre que la mesure de la concentration en liant d'agrégats d'enrobé dans le liant de l'enrobé recyclé.

$$M_i = C_{RapB, Sol\_i}^{RacB}$$

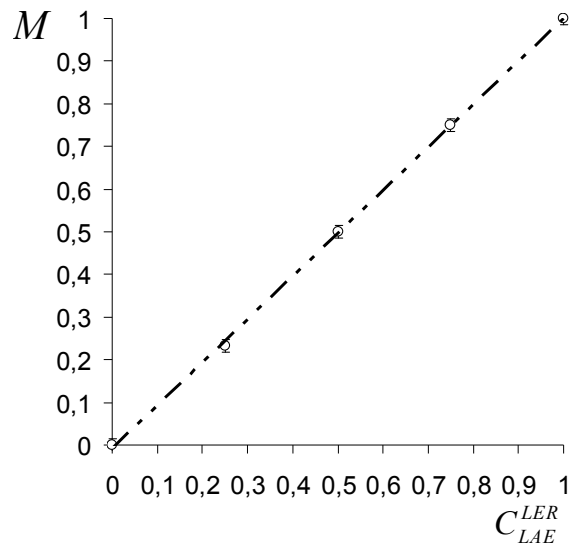


Figure B : Validation de la mesure  $M$  à l'aide de 5 solutions étalons d'une concentration en LER de 0,008 et de concentrations  $C_{LAE}^{LER} = (0 ; 0,23 ; 0,5 ; 0,75 ; 1)$

L'erreur de mesure a été qualifiée en mesurant sa reproductibilité pour les trois échantillons correspondant aux solutions d'abscisses 0,23 , 0,50 , 0,75 sur la figure B. Pour chacune de ces solutions, 5 mesures spectrométriques ont été effectuées. L'incertitude élargie avec un intervalle de confiance de 95%, déterminée à partir de ces mesures, est de  $\pm 0,023$ .

La phase de préchauffage des agrégats d'enrobé à une température de 110°C durant 150 minutes entraine une augmentation sensible de l'oxydation du liant d'agrégats d'enrobé. Cette augmentation de 3,4% (+ 0,034) étant supérieure à l'incertitude la mesure de  $C_{LAE}^{LER}$  ( $\pm 0,023$ ), celle-ci est prise en compte dans les calculs présentés ici et dans les lixiviations présentés au chapitre II. Durant ces essais visant à caractériser l'influence de la préchauffe des agrégats d'enrobé sur le niveau d'oxydation du liant d'agrégats d'enrobé, le volume d'agrégats d'enrobé étant fonction du taux de recyclage, il a été nécessaire de tenir compte de l'effet de masse lors de la chauffe et de caractériser séparément les agrégats d'enrobé en fonction du taux de recyclage de la formule considérée. Pour information, le préchauffage à 160°C durant 150 minutes entraine une augmentation de l'oxydation du liant d'agrégats d'enrobé de 20%

A titre d'information, le tableau suivant présente les différentes fonctions chimiques, et groupes fonctionnels associés, qui de part la nature hydrocarbonée du bitume peuvent être identifié par spectrométrie infrarouge.

Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Type of vibration	Intensity	Functional group
3550-3230	O-H str vib	m-s	Hydrogen-bonded O-H (intermolecular)
3080-3010	=C-H str vib	m	=C-H (aromatic)
2975-2950	C-H str vib asym	m-s	-CH <sub>3</sub>
2940-2915	C-H str vib asym	m-s	-CH <sub>2</sub> -(acyclic)
2870-2840	C-H str vib sym	m	-CH <sub>2</sub> -(acyclic)
2885-2865	C-H str vib sym	m	-CH <sub>3</sub>
1720-1690	C=O str vib	vs	ketones
1655-1635	C=O str vib	vs	Polycyclic quinones
1625-1590	C=C str vib	v	Ring -C=C-
1525-1470	C=C str vib	v	Ring -C=C-
1465-1440	C-H def vib asym	m	-CH <sub>3</sub> (alkane)
1390-1370	C-H def vib sym	m-s	C-CH <sub>3</sub>
1310-1210	C-O str vib	m	-O-Aryl
1260-1180	O-H def and C-O str vib combination	s	O-H and C-O (phenol)
~1160, ~1075	=C-H in-plane def vib	m	Aromatic =C-H (substituted benzenes)
1070-1030	S=O str vib	vs	S=O, sulfoxide
880-830	=C-H oop def vib(3H)	m-s	Aromatic =C-H
850-810	=C-H oop def vib(4H)	w-m	
965	=C-H oop def vib(3H)	w	
770-735	=C-H oop def vib (4H)	s	Aromatic =C-H
725~720	(CH <sub>2</sub> ) rocking	s	Aliphatic (CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub>
720~680	=C-H oop def vib	s	Aromatic =C-H
727	C=C oop def vib	m-s	Ring (C=C)

<sup>a</sup> Symbols used: vw (very weak), m (medium), s (strong), vs (very strong), v (variable), br (broad), sh (sharp), oop (out-of-plane), asym (asymmetric), sym (symmetric), str (stretching), def (deformation), vib (vibration).

## Annexe XX : Tutoriel - LES PLANS D'EXPÉRIENCES par Jacques Goupy

La présentation des plans d'expériences proposée ici est reproduite avec l'aimable autorisation de son auteur Jacques GOUPY. Cette présentation est complète, illustrée et amène pédagogiquement au plan de BOX-BEHNKEN utilisé dans ces travaux. Celle-ci est tirée de la revue MODULAD N°34 datant de 2006. Les pages reproduites sont les pages allant de 74 à 101. La page détachée est la page 113 présentant la bibliographie choisie par l'auteur. L'ensemble du document est librement accessible à l'adresse suivante :

<http://www-rocq.inria.fr/axis/modulad/numero-34/Goupy-34/goupy-34.pdf>

Tenant mon engagement d'avoir sans équivoque précisé l'origine du document, je remercie à nouveau l'auteur de son aimable autorisation.

Pour une présentation plus complète et illustrée, je conseille l'ouvrage « Pratiquer les plans d'expériences » par Jacques GOUPY (Éd. DUNOD, ISBN 2 10 004 217 3), ouvrage fourni avec une version de démonstration du logiciel de plan d'expériences JMP 5.1 de la société SAS accompagnée d'exemples à propos.

## **Tutoriel**

# **LES PLANS D'EXPERIENCES**

**Jacques GOUPY**

## LES PLANS D'EXPERIENCES

### 1. INTRODUCTION

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [1]. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt,  $y$ , et des variables,  $x_i$ . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

$$y = f(x_i)$$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse [2]. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Les principes fondamentaux de cette science seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue.

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle de **d'espace expérimental** et celle de **modélisation mathématique** des grandeurs étudiées.

#### 1.1 Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la **réponse**, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable» on utilisera le mot **facteur**. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (Figure 1). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée **niveau**. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.

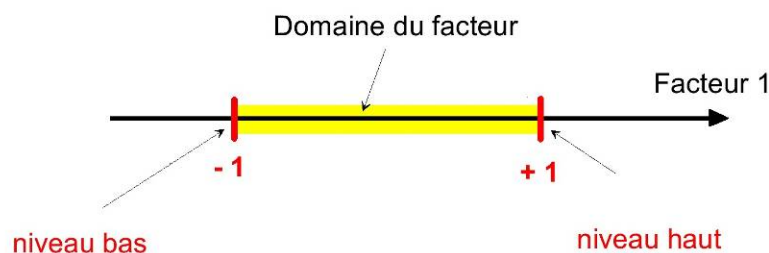


Figure 1 : Le niveau bas du facteur est noté par - 1 et le niveau haut par +1. Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le **domaine** du facteur. On a l'habitude de noter le niveau bas par -1 et le niveau haut par +1.



S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé *l'espace expérimental* (Figure 2).

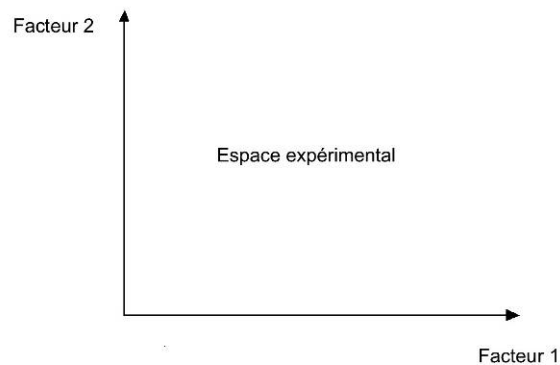


Figure 2 : Chaque facteur est représenté par un axe gradué et orienté. Les axes des facteurs sont orthogonaux entre eux. L'espace ainsi défini est l'espace expérimental.

Le niveau  $x_1$  du facteur 1 et le niveau  $x_2$  du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (Figure 3). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.

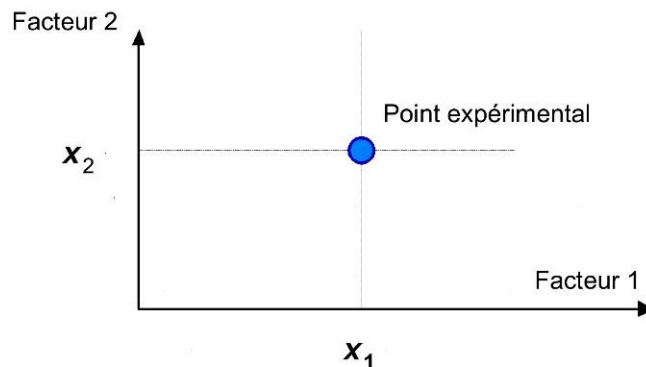


Figure 3 : Dans l'espace expérimental, les niveaux des facteurs définissent des points expérimentaux.

Le regroupement des domaines des facteurs définit le «*domaine d'étude*». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (Figure 4).

Cette façon de représenter une expérimentation par des points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude. Une autre représentation d'une étude sera introduite au paragraphe 2.1.

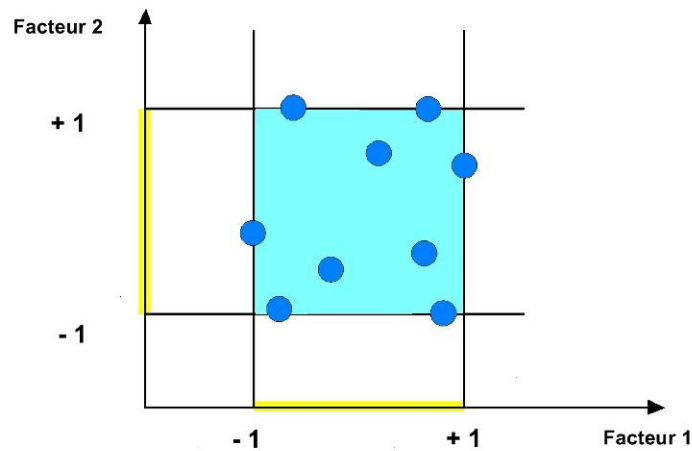


Figure 4 : Les points expérimentaux sont disposés dans le domaine d'étude défini par l'expérimentateur.

Les définitions qui ont été données s'appliquent bien aux variables continues. Mais il existe d'autres types de variables. Il y a les variables discrètes comme par exemple des personnes : Julien, Arthur, Louis, Simon et Nathan. On peut encore parler d'espace expérimental mais il n'aura pas les mêmes propriétés que l'espace des variables continues. Il y a également les grandeurs ordonnables comme, par exemple, des distances qui peuvent être courtes, moyennes et longues. Là aussi, la notion d'espace expérimental existe toujours mais cet espace possède des propriétés différentes des deux premiers.

### 1.2 Notion de surface de réponse

Les niveaux  $x_i$  représentent les coordonnées d'un point expérimental et  $y$  est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs.

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (Figure 5).

Le nombre et de l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.

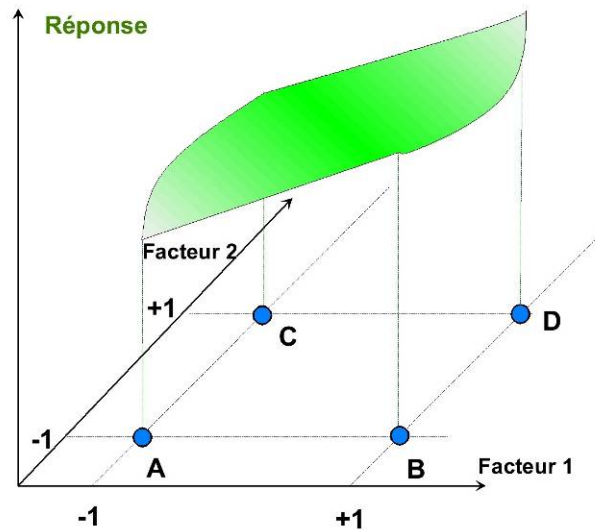


Figure 5 : Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.

### 1.3 Notion de modélisation mathématique

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + L + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z \quad \{1\}$$

où

- $y$  est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.
- $x_i$  représente le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).
- $a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}$  sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences.

Ce modèle est appelé "**modèle postulé**" ou "**modèle a priori**".

### 1.4 Le modèle de l'expérimentateur

Deux compléments doivent être apportés au modèle précédemment décrit.

Le premier complément est le "**manque d'ajustement**". Cette expression traduit le fait que le modèle a priori est fort probablement différent du modèle réel qui régit le

phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement (*lack of fit* en anglais).

Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En effet, si l'on mesure plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, on n'obtient pas exactement le même résultat. Les résultats sont dispersés. Les dispersions ainsi constatées sont appelées erreurs expérimentales.

Ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul écart, notée  $e$ . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors :

$$y = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_i X_j + L + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij\dots z} X_i X_j \dots X_z + e \quad \{2\}$$

### 1.5 Système d'équations

Chaque point expérimental permet d'obtenir une valeur de la réponse. Cette réponse est modélisée par un polynôme dont les coefficients sont les inconnues qu'il faut déterminer. A la fin du plan d'expériences, on a un système de  $n$  équations (s'il y a  $n$  essais) à  $p$  inconnues (s'il y a  $p$  coefficients dans le modèle choisi a priori). Ce système s'écrit d'une manière simple en notation matricielle :

$$\mathbf{y} = \mathbf{X} \mathbf{a} + \mathbf{e} \quad \{3\}$$

$\mathbf{y}$  est le vecteur des réponses.

$\mathbf{X}$  est la matrice de calcul, ou matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan et du modèle postulé.

$\mathbf{a}$  est le vecteur des coefficients.

$\mathbf{e}$  est le vecteur des écarts.

Ce système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues. Il y a  $n$  équations et  $p + n$  inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés. On obtient ainsi les estimations des coefficients que l'on note :

$$\hat{\mathbf{a}}$$

Le résultat de ce calcul est :

$$\hat{\mathbf{a}} = (\mathbf{X}' \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}' \mathbf{y} \quad \{4\}$$

Formule dans laquelle la matrice  $\mathbf{X}'$  est la matrice transposée de  $\mathbf{X}$ . De nombreux logiciels exécutent ce calcul et donnent directement les valeurs des coefficients.

Deux matrices interviennent constamment dans la théorie des plans d'expériences :

- La matrice d'information  $\mathbf{X}' \mathbf{X}$ .
- La matrice de dispersion  $(\mathbf{X}' \mathbf{X})^{-1}$ .

Nous allons maintenant appliquer les notions et les propriétés que nous venons de décrire aux plans d'expériences les plus classiques. Nous verrons successivement les plans suivants :

- Plans factoriels complets à deux niveaux.
- Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux.
- Autres plans à deux niveaux.
- Plans à plusieurs niveaux.
- Plans pour surfaces de réponse.
- Plans de mélanges.



Plans booléens.  
Plans optimaux.  
Plans pour simulations numériques.

## 2. PLANS FACTORIELS COMPLETS A DEUX NIVEAUX

Ces plans possèdent un nombre de niveaux limité à deux pour chaque facteur. Toutes les combinaisons de niveaux sont effectuées au cours de l'expérimentation. Ces plans peuvent être utilisés indistinctement pour les variables continues et pour les variables discrètes.

### 2.1 Plan à deux facteurs

Pour deux facteurs, le domaine d'étude est un carré (en unités codées- voir annexe 1). Par exemple, la Figure 6 représente un plan factoriel complet à deux facteurs. Le modèle mathématique postulé est un modèle du premier degré par rapport à chaque facteur :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_1x_2 + e \quad \{5\}$$

- $y$  est la réponse
- $x_i$  représente le niveau attribué au facteur  $i$ .
- $a_0$  est la valeur de la réponse au centre du domaine d'étude.
- $a_1$  est l'effet (ou effet principal) du facteur 1.
- $a_2$  est l'effet (ou effet principal) du facteur 2.
- $a_{12}$  est l'interaction entre les facteurs 1 et 2.
- $e$  est l'écart.

On démontre que les meilleurs emplacements des points d'expériences sont situés aux sommets du domaine d'étude.

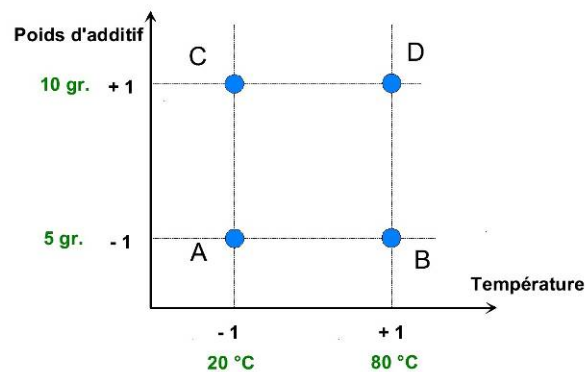


Figure 6 : Les meilleurs emplacements des points expérimentaux sont les sommets du domaine d'étude lorsque le modèle postulé est du premier degré.

#### 2.1.1 Représentation d'une étude sous forme de tableau

Les représentations géométriques sont commodes et très parlantes mais dès que le nombre de facteurs est supérieur à trois, elles ne peuvent plus être employées. Pour les espaces multidimensionnels, on adopte une représentation en forme de tableau. Pour montrer la correspondance entre les deux représentations, géométrique et tableau, nous allons expliquer la construction du tableau rassemblant les expériences du plan  $2^2$  associé à la Figure 6.

Ce tableau comprend trois colonnes, la première identifie les essais, la seconde et la troisième indiquent les coordonnées des points d'expériences. L'essai n°1 est celui pour lequel les deux facteurs étudiés sont aux niveaux bas, 20°C (ou - 1 en unités codées) et 5 grammes (ou - 1 en unités codées). Cet essai n°1 correspond au point A de la Figure 6. L'essai n°2 est celui pour lequel le premier facteur est fixé au niveau haut, 80 °C (ou +1 en unités codées) et le second facteur est fixé au niveau bas : 5 grammes (ou - 1 en unités codées). Cet essai n°2 correspond au point B. Ce tableau s'appelle **Tableau d'expérimentation** s'il est construit avec les unités physiques habituelles (Tableau 1) et **Plan d'expériences** s'il emploie les unités codées (Tableau 2). Dans ce dernier cas, on rappelle la signification des unités codées en indiquant, pour chaque facteur, leurs valeurs en unités physiques habituelles en bas du tableau.

Tableau 1 : Tableau d'expérimentation (unités courantes).

N° essai	Température (1)	Poids (2)
1 (A)	20 °C	5 grammes
2 (B)	80 °C	5 grammes
3 (C)	20 °C	10 grammes
4 (D)	80 °C	10 grammes

La représentation qui utilise les unités codées est plus générale que celle qui emploie les unités physiques habituelles. C'est celle qui est le plus souvent adoptée et c'est celle que nous utiliserons par la suite.

Tableau 2 : Plan d'expériences (unités codées).

N° essai	Facteur 1	Facteur 2
1 (A)	-1	-1
2 (B)	+1	-1
3 (C)	-1	+1
4 (D)	+1	+1

Niveau -1	20 °C	5 grammes
Niveau +1	80 °C	10 grammes

Les représentations géométriques et les représentations par tableaux sont équivalentes. Les tableaux (ou matrices) présentent l'avantage de pouvoir être utilisés quel que soit le nombre de facteurs, c'est-à-dire quel que soit le nombre de dimensions de l'espace expérimental. Il est utile de savoir passer d'une représentation à l'autre pour bien interpréter les résultats des plans d'expériences.

### 2.1.2 Présentation des résultats d'essais

A chaque essai, l'expérimentateur mesure la réponse qu'il a choisie. Par exemple, la réponse de l'essai n° 1 est  $y_1$ . Celle de l'essai n° 2 est  $y_2$ , et ainsi de suite. Ces réponses sont indiquées en face chaque essai et sont rassemblées dans la colonne « Réponse » (Tableau 3).

Tableau 3 : Plan d'expériences et résultats expérimentaux.

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Réponse
1	-1	-1	$y_1$
2	+1	-1	$y_2$
3	-1	+1	$y_3$
4	+1	+1	$y_4$

Niveau - 1	20 °C	5 grammes
Niveau +1	80 °C	10 grammes

### 2.1.3 Calcul des coefficients

Les quatre points d'expériences apportent quatre équations.

$$y_1 = a_0 + a_1x_{1,-1} + a_2x_{2,-1} + a_{12}x_{1,-1}x_{2,-1} + e_1$$

$$y_2 = a_0 + a_1x_{1,+1} + a_2x_{2,-1} + a_{12}x_{1,+1}x_{2,-1} + e_2$$

$$y_3 = a_0 + a_1x_{1,-1} + a_2x_{2,+1} + a_{12}x_{1,-1}x_{2,+1} + e_3$$

$$y_4 = a_0 + a_1x_{1,+1} + a_2x_{2,+1} + a_{12}x_{1,+1}x_{2,+1} + e_4$$

La résolution de ce système donne la valeur des coefficients :

$$\hat{a}_0 = \frac{1}{4} [y_1 + y_2 + y_3 + y_4] \quad \{6 a\}$$

$$\hat{a}_1 = \frac{1}{4} [-y_1 + y_2 - y_3 + y_4] \quad \{6 b\}$$

$$\hat{a}_2 = \frac{1}{4} [-y_1 - y_2 + y_3 + y_4] \quad \{6 c\}$$

$$\hat{a}_{12} = \frac{1}{4} [y_1 - y_2 - y_3 + y_4] \quad \{6 d\}$$

Connaissant les coefficients, on peut écrire le modèle de régression qui servira à faire des prévisions

$$\hat{y} = \hat{a}_0 + \hat{a}_1x_1 + \hat{a}_2x_2 + \hat{a}_{12}x_1x_2 \quad \{6\}$$

### 2.1.4 Signification de $\hat{a}_0$

Si l'on donne à  $x_1$  et à  $x_2$  la valeur zéro, on définit le centre du domaine d'étude. La relation {6} devient alors

$$\hat{y}_0 = +\hat{a}_0 \quad \{7\}$$

Le coefficient  $\hat{a}_0$  est la valeur calculée de la réponse au centre du domaine d'étude.

### 2.1.5 Signification de $\hat{a}_1$

Plaçons nous maintenant au niveau moyen du facteur 2, pour cela donnons la valeur zéro à  $x_2$ . La relation {6} devient :

$$\hat{y} = +\hat{a}_0 + \hat{a}_1x_1 \quad \{8\}$$

Cette relation permet de tracer l'évolution de la réponse prédite dans un plan de coupe  $x_2 = 0$  (Figure 7). L'effet du facteur 1 apparaît comme la variation de la réponse quand on passe du niveau zéro au niveau haut du facteur 1.

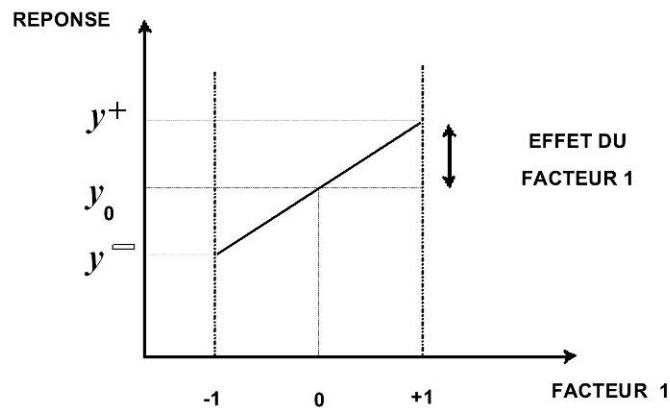


Figure 7 : Dans le plan moyen du facteur 2, l'effet du facteur 1 est la variation de la réponse entre le centre du domaine d'étude et le niveau haut du facteur 1.

### 2.1.6 Signification de $\hat{a}_{12}$

La relation {6c} peut s'écrire

$$\hat{a}_{12} = \frac{1}{2} \frac{1}{2} (y_4 - y_3) - \frac{1}{2} \frac{1}{2} (y_2 - y_1) = \frac{1}{2} [ef^+ - ef^-] \quad \{9\}$$

L'interaction apparaît comme la demi différence entre l'effet du facteur 1 au niveau haut du facteur 2 (effet noté  $ef^+$ ) et l'effet du facteur 1 au niveau bas du facteur 2 (effet noté  $ef^-$ ). Elle traduit une variation de l'effet d'un facteur en fonction du niveau d'un autre facteur.

L'interaction  $\hat{a}_{12}$  entre les deux facteurs 1 et 2 est une interaction d'ordre 2.

## 2.2 Exemple 1 : «Amélioration du rendement»

### 2.2.1 Description de l'étude

Un industriel cherche à augmenter le rendement de sa fabrication. Il prépare un médicament à partir de plantes naturelles et cherche à améliorer le rendement d'extraction du principe actif. L'extraction est effectuée en présence de chlorure de sodium dont la concentration est de 50 grammes par litre et à une température de 70°C. L'industriel décide d'étudier ces deux facteurs et de les faire varier autour des consignes normales de fonctionnement. D'où les facteurs et le domaine d'étude :

- Facteur 1 : concentration en chlorure de sodium entre 40 et 60 grammes.
- Facteur 2 : température entre 60°C et 80°C.

La réponse est la masse de produit actif fabriqué.

L'industriel exécute un plan factoriel complet  $2^2$ . Ce plan est défini par Tableau 4. Les résultats expérimentaux sont consignés dans la colonne "Réponse".



Tableau 4 : Plan d'expériences et résultats expérimentaux

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Réponse grammes
1	-1	-1	$y_1 = 115$
2	+1	-1	$y_2 = 185$
3	-1	+1	$y_3 = 104$
4	+1	+1	$y_4 = 156$

Niveau -1	40	60°C
Niveau +	60	80°C

**2.2.2 Interprétation**

Les calculs sont effectués en utilisant la relation {4}.

Tableau 5 : Tableau des effets.

Moyenne	140 grammes
Effet de 1	30,5 grammes
Effet de 2	-10 grammes
Interaction	-4,5 grammes

L'effet de la concentration est de 30,5 grammes pour une variation de 10 grammes en chlorure de sodium (Figure 8). On peut donc améliorer la production en augmentant la concentration en chlorure de sodium.

L'effet de la température est de -10 grammes pour une variation de 10°C. Il en résulte qu'il faut baisser la température pour améliorer le rendement.

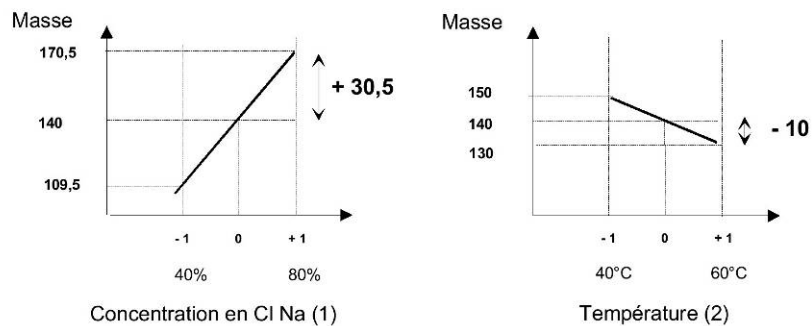


Figure 8 : Effets de la concentration en chlorure de sodium et de la température sur le rendement en produit actif.

Pour avoir une vue d'ensemble des résultats, on trace les courbes isorendement dans le domaine d'étude (Figure 9)

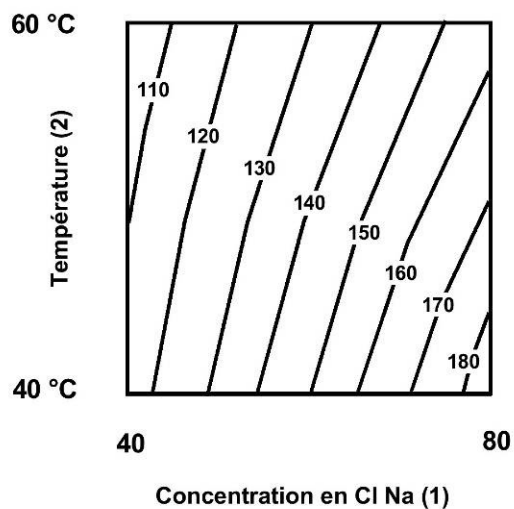


Figure 9 : Courbes isoréponses montrant l'influence de la concentration en chlorure de sodium et de la température sur le rendement en produit actif.

## Annexe XXI : évolution de $C_{LAE}^{LER}$ par l'exploitation des résultats de la lixiviation d'échantillons d'enrobé recyclé

Rappelons que les échantillons d'enrobé recyclé sont identifiés  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  avec  $C_{GAE}^{GER}$  précisant le pourcentage de recyclage en granulat de l'enrobé recyclé étudié,  $T_m$  la température de fabrication et  $t_m$  la durée de malaxage.

Sont ici présentés les graphiques avant et après suppression des points représentant en moyenne les 30 premiers pourcent de la lixiviation.

Les graphiques avant suppression des points représentant en moyenne les 30 premiers pourcent de la lixiviation sont présentés sur la colonne de gauche (Fig. Annexe XXI-1A à Fig. Annexe XXI-13A). Les graphiques après suppression des points représentant en moyenne les 30 premiers pourcent de la lixiviation sont présentés sur la colonne de droite (Fig. Annexe XXI-1B à Fig. Annexe XXI-13B).

Les trois taux de recyclage 20%, 45% et 70% sont présentés consécutivement.

### Enrobés recyclés à un taux de 20%

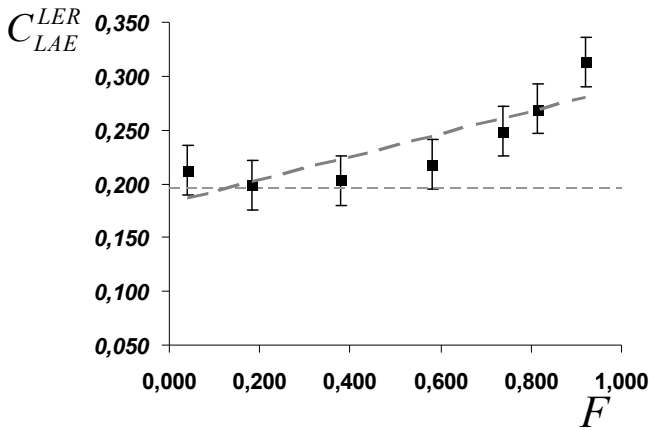


Fig. Annexe XXI-1A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°4) de l'enrobé  $ER_{110,140}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,11 \pm 0,06$

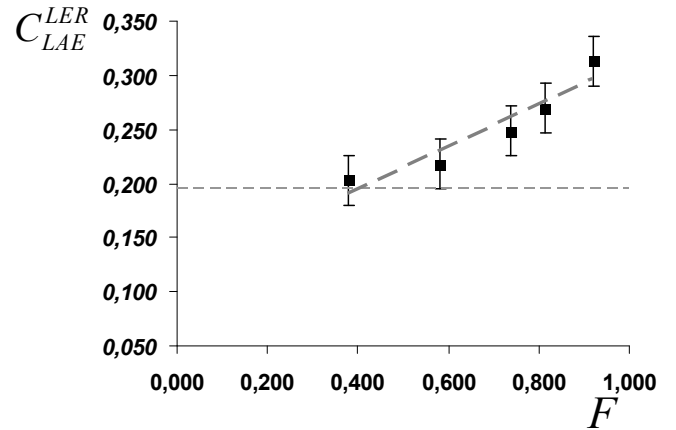


Fig. Annexe XXI-1B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°4) de l'enrobé  $ER_{110,140}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,20 \pm 0,07$

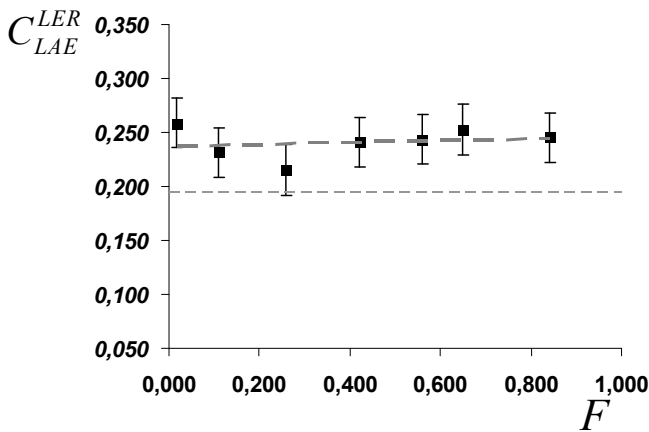


Fig. Annexe XXI-2A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°8) de l'enrobé  $ER_{135,240}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,01 \pm 0,05$

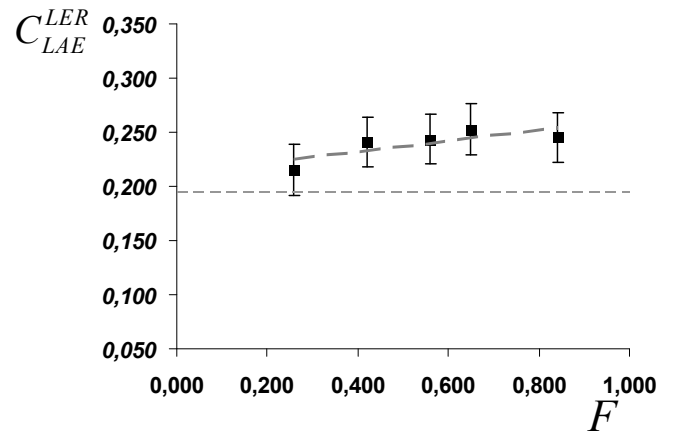


Fig. Annexe XXI-2B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°8) de l'enrobé  $ER_{135,240}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,05 \pm 0,05$

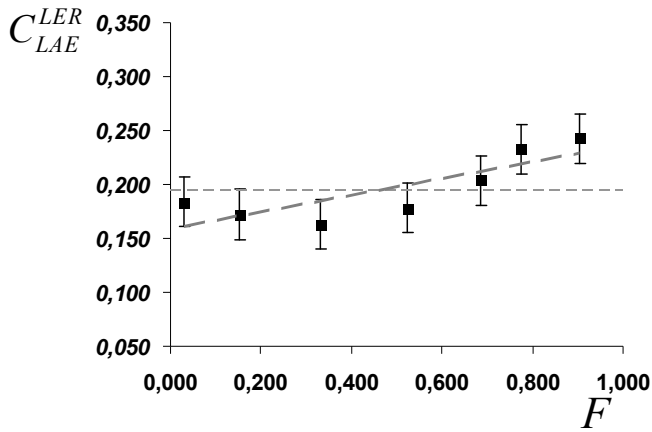


Fig. Annexe XXI-3A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°9) de l'enrobé  $ER_{135,40}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,08 \pm 0,05$

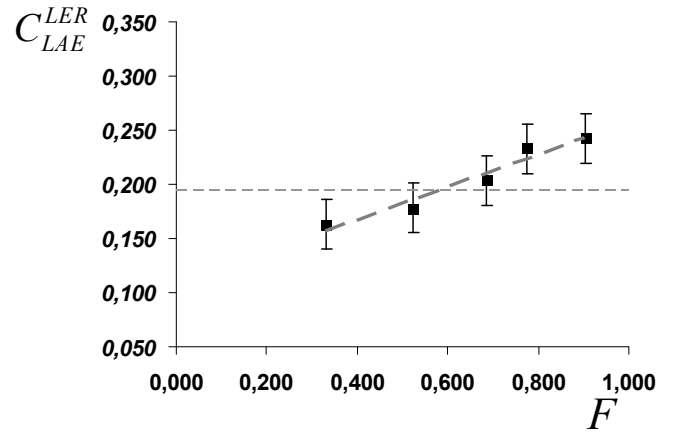


Fig. Annexe XXI-3B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°9) de l'enrobé  $ER_{135,40}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,15 \pm 0,07$

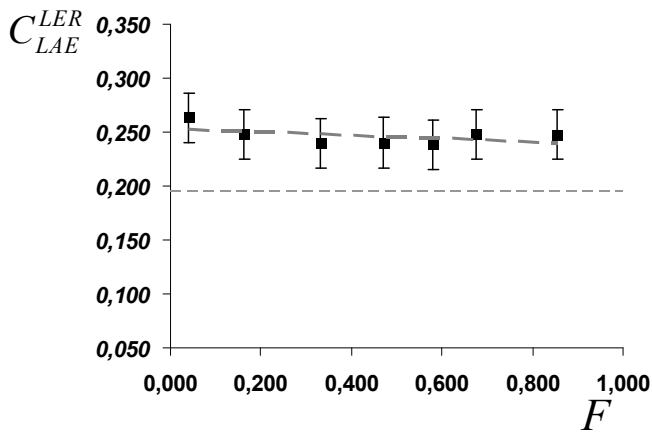


Fig. Annexe XXI-4A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°12) de l'enrobé  $ER_{160,140}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = -0,01 \pm 0,04$

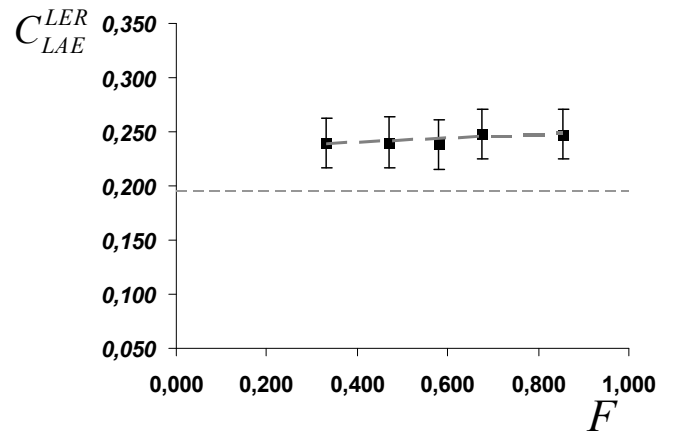


Fig. Annexe XXI-4B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°12) de l'enrobé  $ER_{160,140}^{20}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,02 \pm 0,05$

### Enrobés recyclés à un taux de 45%

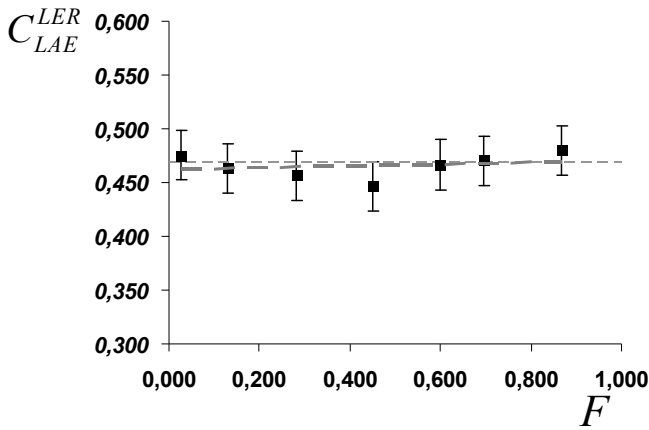


Fig. Annexe XXI-5A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°1) de l'enrobé  $ER_{160,240}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,01 \pm 0,05$

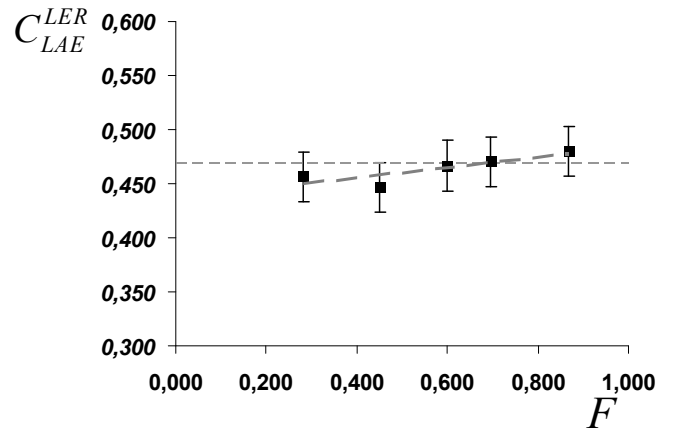


Fig. Annexe XXI-5B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°1) de l'enrobé  $ER_{160,240}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,05 \pm 0,05$

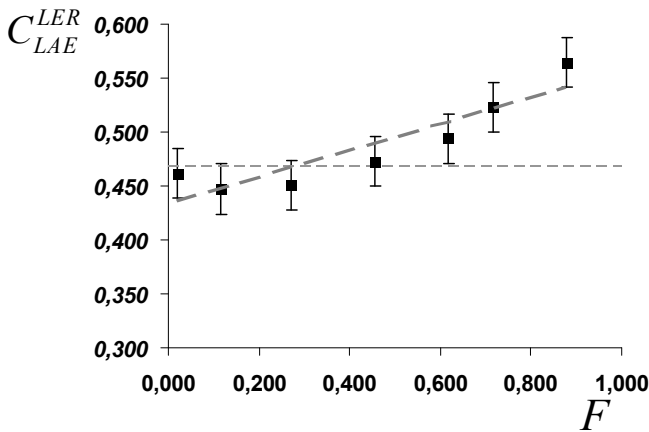


Fig. Annexe XXI-6A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°2) de l'enrobé  $ER_{160,40}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,12 \pm 0,06$

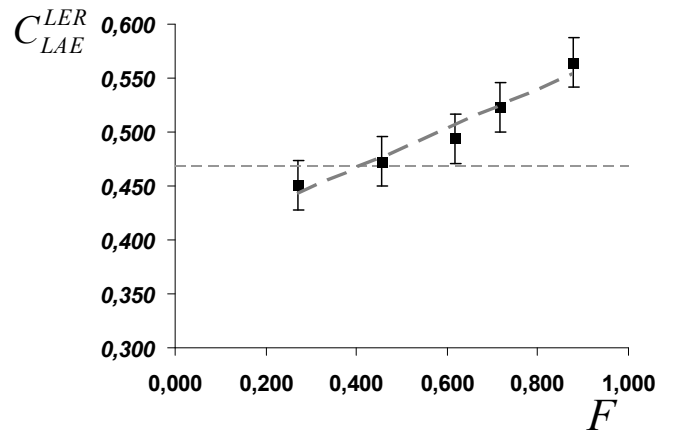


Fig. Annexe XXI-6B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°2) de l'enrobé  $ER_{160,40}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,18 \pm 0,07$

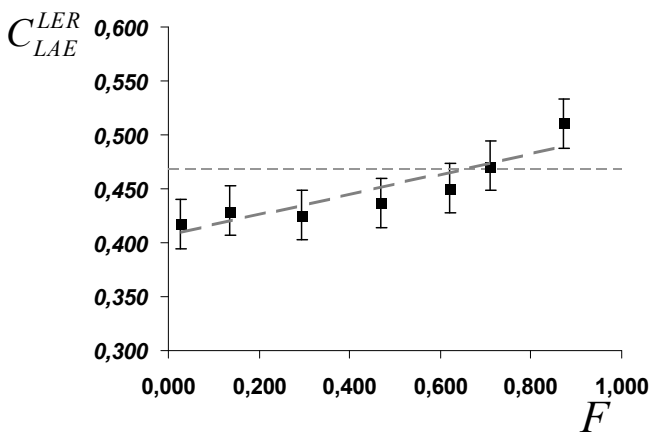


Fig. Annexe XXI-7A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°5) de l'enrobé  $ER_{135,140}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,10 \pm 0,06$

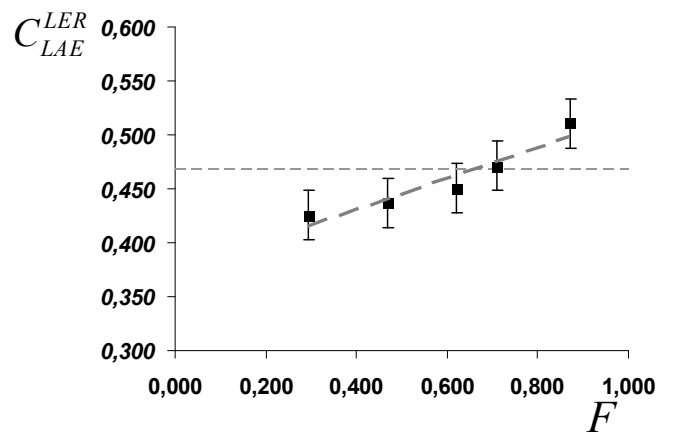


Fig. Annexe XXI-7B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°5) de l'enrobé  $ER_{135,140}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,14 \pm 0,07$

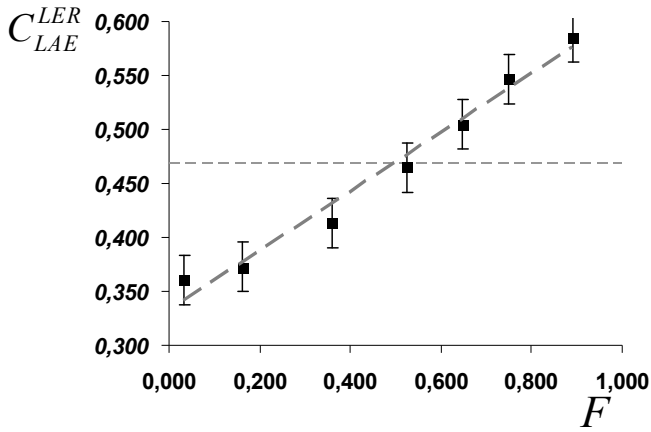


Fig. Annexe XXI-8A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°6) de l'enrobé  $ER_{110,40}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,27 \pm 0,07$

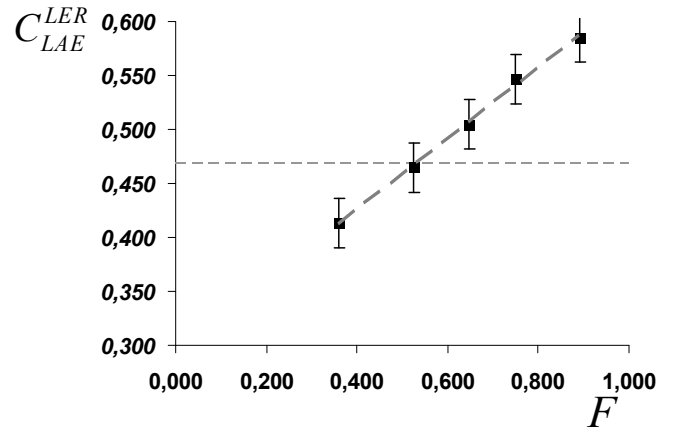


Fig. Annexe XXI-8B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°6) de l'enrobé  $ER_{110,40}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,33 \pm 0,09$

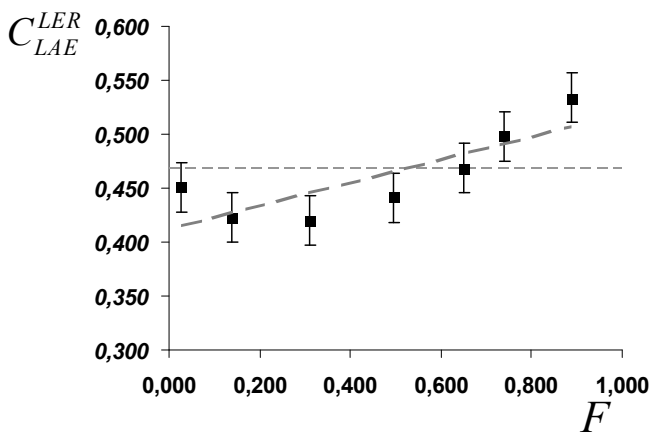


Fig. Annexe XXI-9A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°7) de l'enrobé  $ER_{110,240}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,11 \pm 0,06$

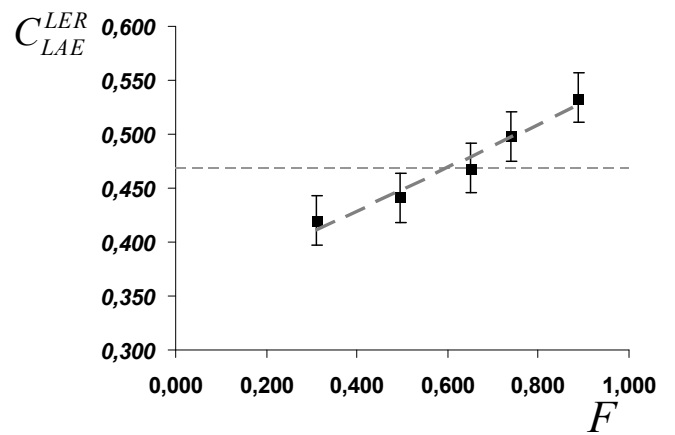


Fig. Annexe XXI-9B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°7) de l'enrobé  $ER_{110,240}^{45}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,20 \pm 0,07$

### Enrobés recyclés à un taux de 70%

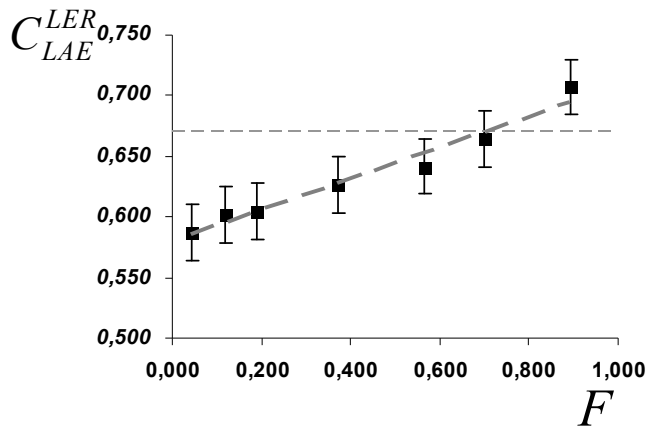


Fig. Annexe XXI-10A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°3) de l'enrobé  $ER_{110,140}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,13 \pm 0,06$

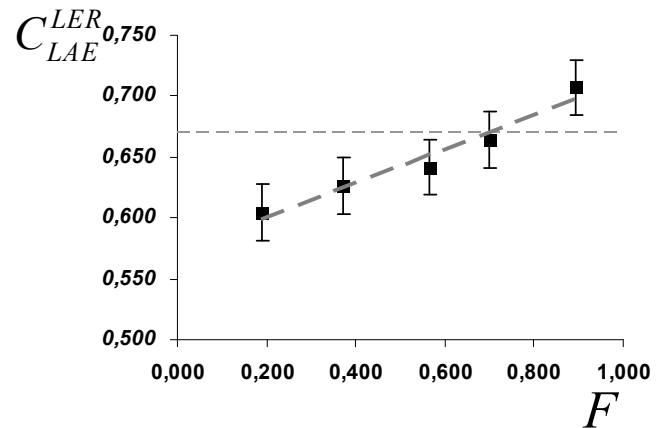


Fig. Annexe XXI-10B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°3) de l'enrobé  $ER_{110,140}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,14 \pm 0,07$

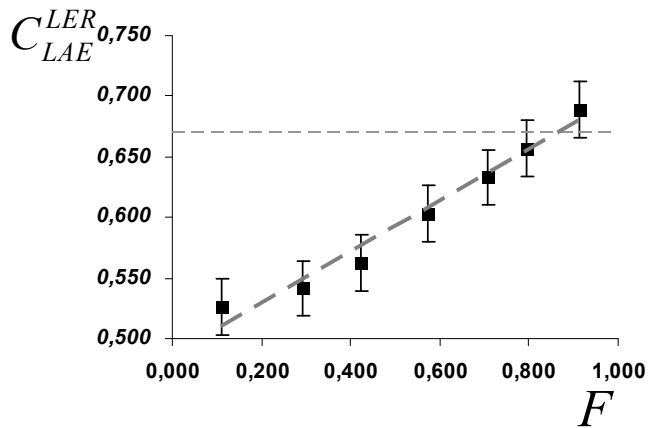


Fig. Annexe XXI-11A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°10) de l'enrobé  $ER_{135,40}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,21 \pm 0,07$

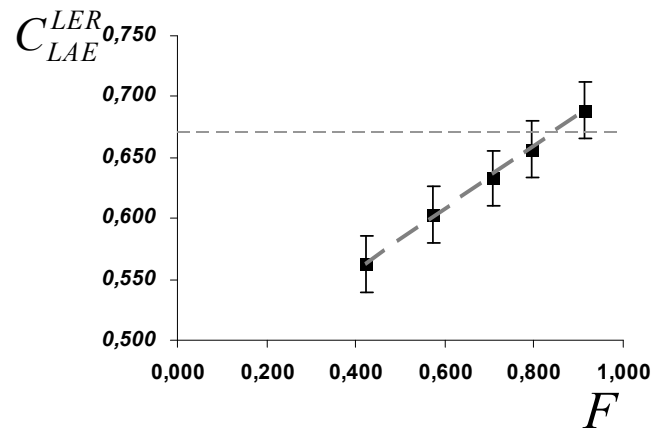


Fig. Annexe XXI-11B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°10) de l'enrobé  $ER_{135,40}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,26 \pm 0,08$



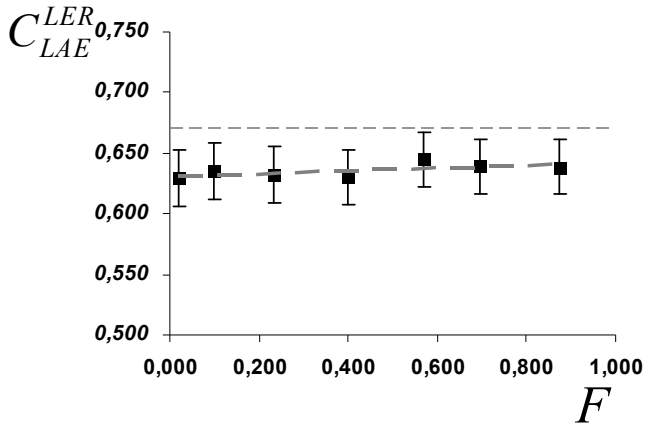


Fig. Annexe XXI-12A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°11) de l'enrobé  $ER_{135,240}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,01 \pm 0,05$

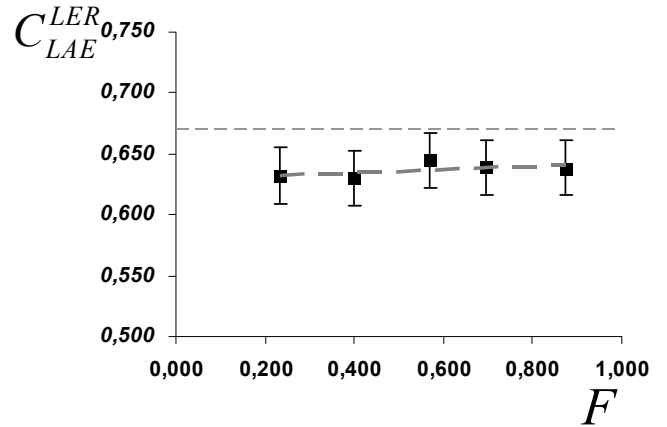


Fig. Annexe XXI-12B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°11) de l'enrobé  $ER_{135,240}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,01 \pm 0,05$

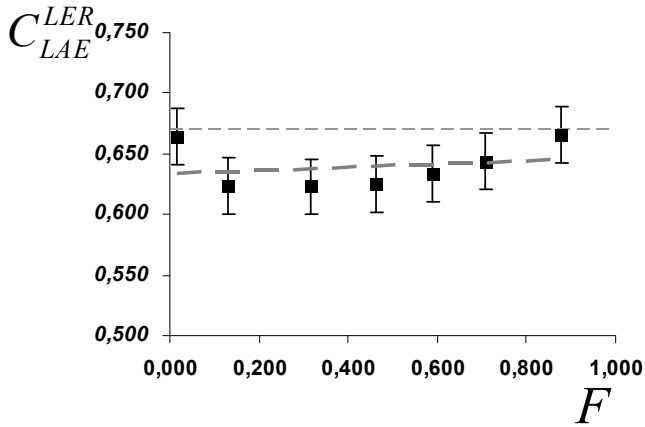


Fig. Annexe XXI-13A : Graphique présentant le résultat de la lixiviation (N°13) de l'enrobé  $ER_{160,140}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,01 \pm 0,05$

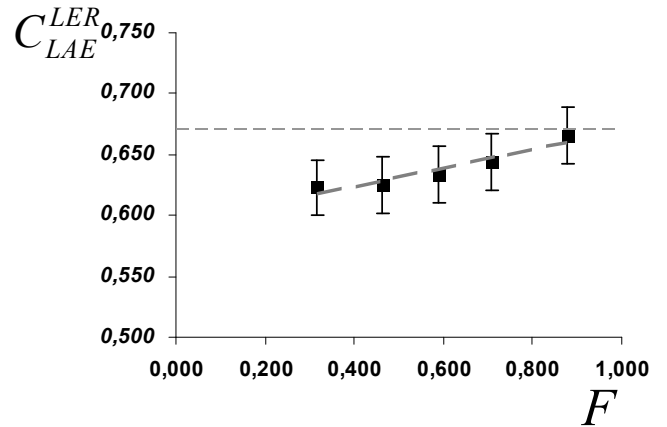


Fig. Annexe XXI-13B : Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation (N°13) de l'enrobé  $ER_{160,140}^{70}$  qui se caractérise par une pente  $a = 0,08 \pm 0,06$

Calcul de l'incertitude de la pente a :

La pente  $a$  obtenue par régression linéaire par la méthode des moindres carrés (cas présent) passe par des points  $X_1$  et  $X_2$  situés aux abscisses extrêmes de cette droite et de coordonnées respectives  $(x_1; y_1)$  et  $(x_2; y_2)$ . L'incertitude de cette pente se calcule comme suit. Par définition :

$$a = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$$

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{2 \cdot \Delta y}{y_2 - y_1} + \frac{2 \cdot \Delta x}{x_2 - x_1} \text{ et } y_2 = y_1 + a \cdot (x_2 - x_1)$$

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{2 \cdot \Delta y}{a \cdot (x_2 - x_1)} + \frac{2 \cdot \Delta x}{x_2 - x_1}$$

$$\Delta a = \frac{2 \cdot \Delta y}{x_2 - x_1} + \frac{2 \cdot \Delta x \cdot a}{x_2 - x_1}$$

On sait par la mesure de la concentration que  $\Delta x = \pm 0,05$  (par la mesure de spectrocoulométrie UV présentée en Annexe XVIII) et que  $\Delta y = \pm 0,023$  (par la mesure de spectrométrie IR présentée en Annexe XIX). Par définition,  $x_2 - x_1$  est égal à 1 dans le cas des graphiques non corrigés de la colonne de gauche et est égal à 0,7 dans le cas des graphiques corrigés de la colonne de droite.

Ceci conduit à deux expressions de l'incertitude :

$$\text{- l'une pour les graphiques non corrigés : } \Delta a = \frac{2 \cdot 0,023}{1} + \frac{2 \cdot 0,05 \cdot a}{1}$$

$$\text{- l'autre pour les graphiques corrigés : } \Delta a = \frac{2 \cdot 0,023}{0,7} + \frac{2 \cdot 0,05 \cdot a}{0,7}$$

## Annexe XXII : évolution de la pente $a$ en fonction des conditions de fabrication selon la méthode des plans d'expériences

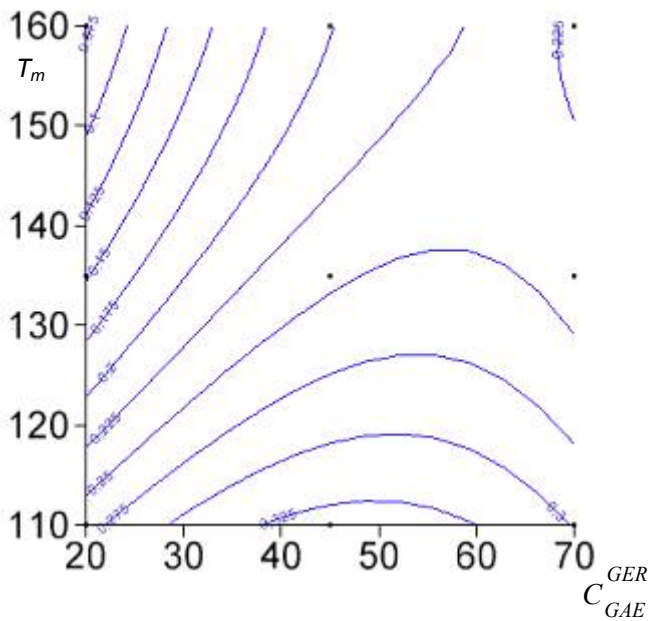


Fig. Annexe XXII-A : pente  $a$  des échantillons  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  en fonction de la température  $T_m$  et du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$ , pour une durée de malaxage de 40 s.

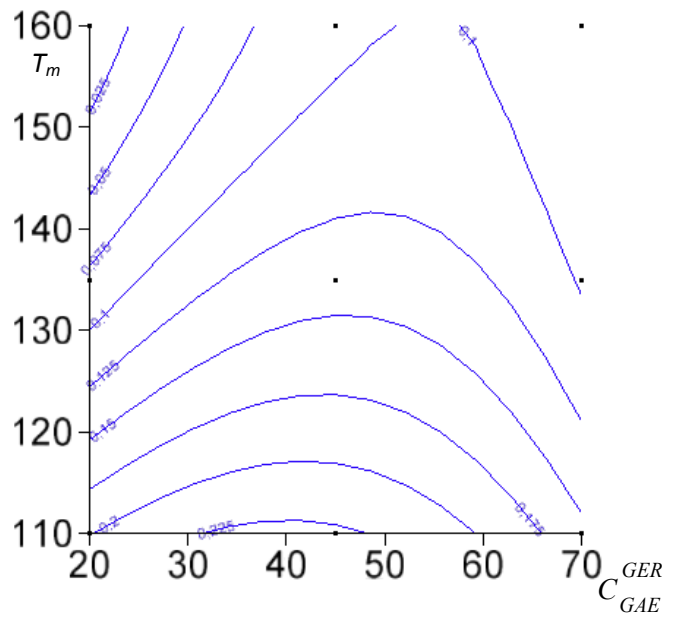


Fig. Annexe XXII-B : pente  $a$  des échantillons  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  en fonction de la température  $T_m$  et du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$ , pour une durée de malaxage de 140 s.

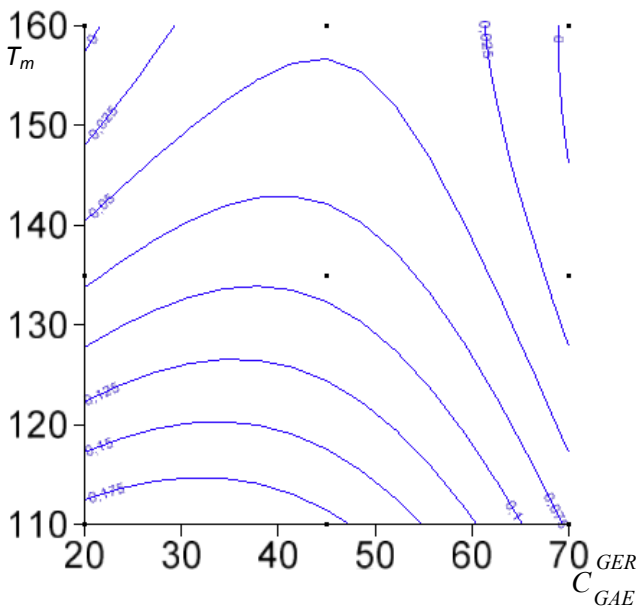


Fig. Annexe XXII-C : pente  $a$  des échantillons  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  en fonction de la température  $T_m$  et du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$ , pour une durée de malaxage de 240 s

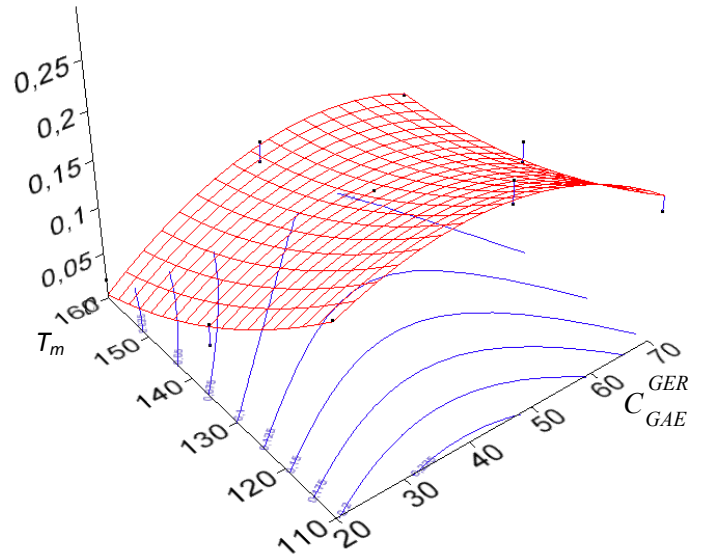


Fig. Annexe XXII-D : pente  $a$  des échantillons  $ER_{T_m, t_m}^{C_{GAE}^{GER}}$  en fonction de la température  $T_m$  et du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$ , pour une durée de malaxage de 140 s

## Annexe XXIII : présentation des résultats de la lixiviation d'enrobés recyclés fabriqués en centrale à 160°C et 180°C et à fort taux de recyclage

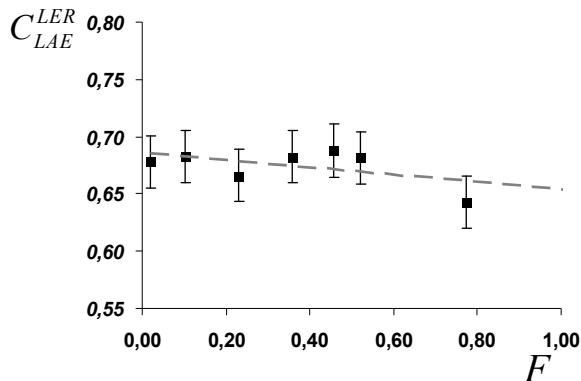
Les graphiques obtenus par la lixiviation des enrobés fabriqués en centrale et identifiés  $ER^A$  et  $ER^B$  sont présentés ci-dessous. A l'identique de l'ensemble des échantillons présentés dans le Chapitre III, les points en début de lixiviation n'ont pas été pris en compte.

Il faut premièrement remarquer que le niveau moyen d'oxydation mesuré sur les enrobés identifiés  $ER^A$  et  $ER^B$  est dans les deux cas de 70%. Ce niveau est supérieur au niveau que leur taux de recyclage respectif de 50% et de 40% aurait permis de supposer. Ceci indique que le phénomène d'oxydation est plus important lors d'une fabrication en centrale d'enrobage qu'en laboratoire. Cette augmentation générale du niveau moyen d'oxydation ne peut être attribuée totalement à l'un ou l'autre des liants LA, LAE ou LER.

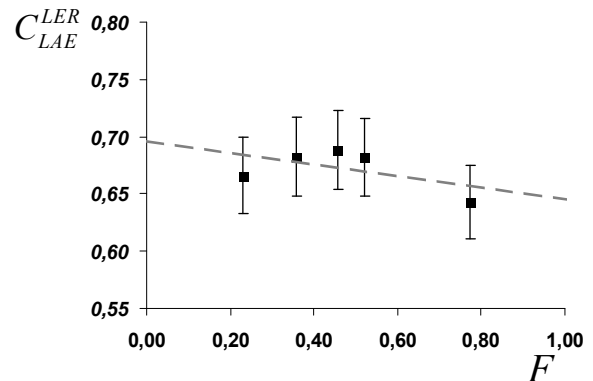
Lamontagne (Lamontagne et al. 2001) en étudiant le vieillissement de liant lors de la fabrication en centrale d'enrobé bitumineux estime (grâce à l'indice Carboxyle qu'ils définissent - Annexe XIX) une oxydation de l'ordre de 0,25 % sur des fabrications d'enrobé sans agrégats d'enrobé. Cette source bibliographique permet d'envisager que l'origine de cette augmentation générale du niveau moyen d'oxydation résulte de la chauffe des agrégats d'enrobé durant la fabrication en centrale et d'une oxydation du liant d'apport.

## Présentation des résultats de la lixiviation d'échantillons d'enrobé recyclé provenant d'un chantier A :

L'enrobé, à partir duquel l'échantillon lixivié a été réalisé, possède un taux de recyclage de 50%. Le liant d'apport utilisé dans sa composition est un bitume standard de grade 20/30. L'outil industriel utilisé pour sa fabrication est de type centrale à brûleur déporté avec anneau de recyclage (Fig. I-15) : les agrégats d'enrobé ne sont alors pas préchauffés.



Graphique présentant le résultat de la lixiviation d'enrobé recyclé à fort taux fabriqué en centrale à 160 °C et qui se caractérise par une pente  $a = -0,03 \pm 0,04$

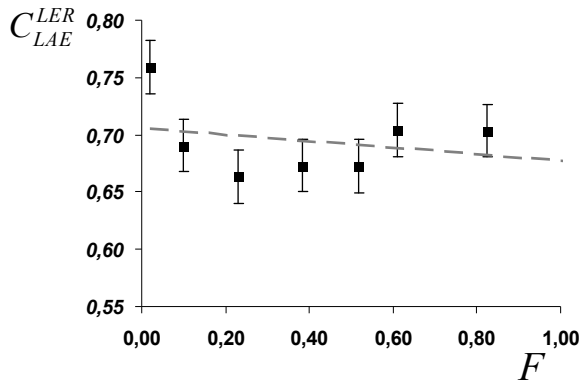


Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation d'enrobé recyclé à fort taux fabriqué en centrale à 160 °C et qui se caractérise par une pente  $a = -0,05 \pm 0,04$

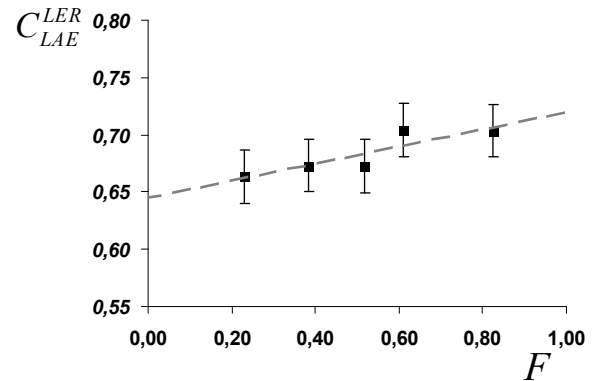
La suppression des deux premiers points n'entraîne pas de modification significative de la pente de la droite présentée. Même si la différence n'est pas significative, il faut noter que le dernier point est sensiblement plus bas et indique potentiellement une présence supérieure à la moyenne du liant d'apport à la surface des granulats lixiviés en fin de lixiviation. Cette observation est cependant nettement moins marquée que celle réalisée en page 115 sur des échantillons de granulométrie 10/14 mm. La pente de la droite représentée sur le graphique corrigé  $a = -0,05 \pm 0,04$  se situe dans la gamme  $QR_1$  des valeurs de pente. Cela indique au sens de la mesure de lixiviation présentée dans le chapitre III une bonne remobilisation.

## Présentation des résultats de la lixiviation d'échantillons d'enrobé recyclé provenant d'un chantier B :

L'enrobé, à partir duquel l'échantillon lixivié a été réalisé, possède un taux de recyclage de 40%. Le liant d'apport utilisé dans sa composition est un bitume modifié par ajout de polymère (Styrelf 13-20). L'outil industriel utilisé pour sa fabrication est de type centrale à double tambour (Fig. I-16) : les agrégats d'enrobé sont alors préchauffés.



Graphique présentant le résultat de la lixiviation d'enrobé recyclé à fort taux fabriqué en centrale à 180 °C et qui se caractérise par une pente  $a = -0,03 \pm 0,04$



Graphique corrigé présentant le résultat de la lixiviation d'enrobé recyclé à fort taux fabriqué en centrale à 180 °C et qui se caractérise par une pente  $a = 0,07 \pm 0,06$

La suppression des deux premiers points entraîne une modification significative de la pente des droites présentées. Le coefficient de la droite représentée sur le graphique corrigé  $a = 0,07 \pm 0,06$  indique, au sens de la mesure de lixiviation présentée dans le chapitre III, une qualité de remobilisation de type  $QR_1$  (page 123) qualifiée de bonne du fait qu'il couvre principalement une gamme de pente  $a$  allant de 0,01 à 0,13.

## Discussion générale :

Il est intéressant d'observer que les graphiques (avant correction) ici exposés se caractérisent dans l'ordre de leur présentation par l'absence et par la présence d'un artéfact tel qu'observé dans le chapitre III. D'autre part, bien que l'enrobé  $ER^B$  ait été fabriqué à 180°C, il présente une pente que l'enrobé  $ER^A$  ne présente pas. Cette pente conduit l'enrobé  $ER^B$  à empiéter sur une zone intermédiaire en termes de remobilisation. Il est difficile de déterminer l'origine précise de ce fait, cependant, plusieurs causes possibles peuvent être proposées :

- la forte teneur en eau des agrégats d'enrobé qui pourrait conduire à un mauvais séchage qui serait alors complété durant le malaxage et retarderait la fonte du liant des agrégats d'enrobé,
- la viscosité supérieure du liant Styrelf 13-20 par rapport au liant 20/30 qui ne faciliterait pas le mélange des liants,
- la chauffe des agrégats d'enrobé dont l'agglomération conduirait à une part significative d'amas d'agrégats d'enrobé,
- une capacité inférieure de la part de la centrale double tambour à malaxer les constituants,
- une mauvaise préparation des agrégats d'enrobé conduisant à l'existence de blocs,
- ou une conjonction de plusieurs de ces phénomènes.

## Méthode de mise en forme de l'échantillon lors d'un prélèvement d'enrobé en centrale de fabrication :

Le prélèvement est réalisé en centrale de fabrication sur la rampe permettant d'accéder à l'enrobé recyclé durant l'étape de contrôle de fabrication (photographie A). L'enrobé prélevé provient d'une centrale à deux tambours l'un destiné au séchage et au préchauffage des agrégats et l'autre destiné à la chauffe des granulats d'apport. Il faut noter que la forte teneur en eau des matériaux utilisés induit du fait d'épisodes pluviométriques marqués une forte présence de vapeur d'eau dans les dégagements gazeux de la centrale (photographie B). Ceci montre d'une part l'efficacité du séchage des constituants et d'autre part l'économie qui serait réalisée par l'utilisation de hangars mobiles pour réduire l'exposition des AE à l'eau (Fig. I-14).



Photographie A



Photographie B

## Annexe XXIV : vieillissement simulé de liants d'enrobé recyclé

Dans le cadre du recyclage à fort taux, il convient de s'interroger sur la composition chimique du bitume et d'envisager de contre balancer les effets du vieillissement du liant des AE par une modification de la composition chimique du liant d'apport. La problématique de sélection du liant d'apport est relative à la formulation des liants bitumineux. Le liant d'apport doit remplir deux fonctions. Sa première fonction est de permettre la cohésion de l'enrobé en conférant à ce dernier des performances mécaniques compatibles avec son utilisation dans une structure routière. Cette notion fait en partie appel à des caractéristiques d'adhérences du bitume sur les granulats qui ne seront pas traitées. La seconde est de préserver durablement ces mêmes performances.

Les performances mécaniques seront interprétées par comparaison à un liant utilisé en technique routière et de grade commun (grade : 35/50). La durabilité sera considérée à travers l'évolution des caractéristiques des liants bitumineux lors de phases de vieillissement simulé en laboratoire au moyen des essais normatifs RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) et PAV (Pressure Ageing Vessel).

L'objectif de ce projet est d'évaluer l'aptitude de liants d'apport constitués de bitume 35/50 et d'additifs existants à restaurer les propriétés mécaniques du liant des agrégats d'enrobé et préserver le mélange du liant d'apport et du liant d'agrégats d'enrobé du vieillissement.

Les mélanges bitumineux caractérisés sont réalisés selon une stratégie de formulation précisée ci-dessous.

### **1-Produits utilisés**

#### ***Bitume de grade 35/50***

Ce liant bitumineux est considéré comme étant le bitume de référence. Les propriétés mesurées des liants d'enrobé recyclé (LER) sont comparées aux propriétés de ce bitume 35/50. La pénétrabilité du bitume 35/50 utilisé comme référence est de 37,3<sup>1/10</sup> mm.

#### ***Additifs utilisés : Régénis 50 et Oléoflux***

Ces deux additifs sont choisis pour leur différence de composition chimique. Le premier est d'origine pétrochimique (Régénis 50). Ce produit possède une faible teneur en asphaltènes et forte teneur en composant de la famille des aromatiques.

Le second additif est utilisé comme fluxant du bitume dans les enrobés fabriqués à froid (Oléoflux). On nomme fluxant des produits qui permettent de fluidifier plus ou moins temporairement des bitumes. Le fluxage est possible selon deux voies distinctes. La première consiste à utiliser un produit volatile et solvant du produit à fluxer. Dès le solvant volatilisé, le liant retrouve ses propriétés. Dans la seconde méthode, le fluxant ne s'évapore pas, mais se solidifie par une modification de sa structure chimique. C'est le cas du second additif qui est une huile tournesol estérifié par du méthanol.



***Liant d'apport 160/220***

Ce bitume est d'un grade qui n'est traditionnellement pas utilisé pour la fabrication des enrobés neufs dans les zones tempérées de l'Europe. Au sens de la règle de mélange des pénétrabilités, ce liant peut être utilisé pour corriger la pénétrabilité du liant des agrégats d'enrobé pour obtenir un liant bitumineux de grade 35/50.

***Liant d'agrégats d'enrobé***

Le liant d'agrégats d'enrobé est récupéré par les méthodes traditionnelles de dissolution et récupération. La masse extraite pour la réalisation de l'ensemble des essais est de 1400 g.

**2-Techniques de mesure utilisées**

- Mesure de la pénétrabilité à l'aiguille (NF EN 1426)
- Mesure de la température de la bille et de l'anneau (NF EN 1427)
- Spectrométrie infrarouge (C=O) - Non Présentée
- Rhéologie des liants bitumineux (NF EN 14770) - Non Présentée

**3-Essais de vieillissement des liants en laboratoire**

- Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT - NF EN 12607-1)
- Pressure Ageing Vessel (PAV - NF EN 14769)

**4-Préparation des liants d'enrobé recyclé**

Les mélanges seront dénommés comme suit :

- LER A : Liant LAE + 35/50 + R50
- LER B : Liant LAE + 35/50 + Oléoflux
- LER C : Liant LAE + 160/220
- LT : Liant témoin de grade 35/50

**5-Principe général de formulation des liants**

Lors de la réalisation des mélanges de liant, une participation totale du liant d'agrégats d'enrobé est supposée. Pour déterminer les proportions massiques de chaque constituant, le scénario est celui de la formulation d'un BBSG 0/10 au 35/50 à un taux de recyclage (en liant) de 60%.

Dans ce scénario, la surface spécifique des granulats de l'enrobé est égale à  $12,362 \text{ m}^2.\text{kg}^{-1}$  et le module de richesse est choisi égal à 3,33. Ces deux valeurs conduisent à une teneur en liant de l'enrobé recyclé égale à 5,31 ppc. La teneur en liant apportée par les agrégats d'enrobé étant de 3,2 ppc, la teneur en liant d'apport est de 2,11 ppc.

La pénétrabilité a été choisie comme critère de formulation des liants. L'additif est ajouté au liant d'agrégats d'enrobé dans une proportion permettant d'égaliser la pénétrabilité du bitume 35/50 servant de référence. Le liant de référence est ensuite ajouté afin de compléter par le liant nécessaire à respecter la teneur en liant choisi de l'enrobé (5,31 ppc). Cette étape permet de déterminer la proportion massique de chaque constituant (LAE, 35/50 et additifs).

Le principe évoqué ci-dessus est utilisé pour déterminer la composition des mélanges qui seront étudiés. Cependant, lors de la réalisation des liants d'apport (additif + 35/50), chaque additif est mélangé directement avec le bitume 35/50 nécessaire dans les proportions déterminées précédemment. Ces préparations sont dénommées liant d'apport selon l'identification suivante (LA A, LA B, LA C). Le mélange des trois constituants n'est pas réalisé directement dans le but de caractériser les propriétés des différents liants d'apport et principalement leur résistance au vieillissement par l'essai RTFOT simulant le vieillissement en centrale d'enrobage. Il faut garder à l'esprit que dans le cas d'une fabrication industrielle, de tels liants d'apport seraient exposés à de fortes températures qui modifieraient leurs caractéristiques.

Les liants d'apport sont ensuite ajoutés au liant d'agrégats d'enrobé.

### **6-Composition des liants d'enrobé recyclé**

La composition massique des liants d'enrobé recyclé résultant de la détermination de la composition précédente est présentée dans le tableau suivant :

	LER A	LER B	LER C	LT
Part massique de LAE	60%	60%	60%	-
Part massique de liant d'apport	40%	40%	40%	-
Part massique d'additif	9,2%	2,1%	-	-
Part massique de 35/50	30,8%	37,9%	-	100%
Part de 160/220	-	-	40%	-

Les liants d'apport identifiés LA A, LA B et LA C sont réalisés dans les proportions ci-dessus.

Les caractéristiques des liants LER et LA sont mesurées avant et après la réalisation de l'essai RTFOT. Les liants LER sont soumis à l'essai PAV et leurs caractéristiques sont mesurées.

### **7-Présentation des résultats**

Les résultats sont présentés dans les tableaux ci-dessous en identifiant LER A 1 le liant d'enrobé recyclé A avant vieillissement Les chiffres 2 et 3 désignant respectivement le liant après RTFOT et après PAV. Une notation identique est adoptée pour les liants LER B, LER C et LT, ainsi que pour les liants d'apport LA correspondant.

Les résultats présentés ici sont utilisés dans le chapitre IV dans le cadre de la sélection d'un liant permettant de constater l'effet de la remobilisation du liant d'agrégats d'enrobé tout en minimisant l'influence du vieillissement du liant d'apport.

Tableau présentant les caractéristiques des liants d'enrobé recyclé, des liants d'apport après leur fabrication, ainsi que les caractéristiques du liant témoin :

Sans vieillissement - Etape 1	LER A 1	LER B 1	LER C 1	LT 1	LA A 1	LA B 1	LA C 1
Pénétrabilité ( $^{1/10}$ mm)	42,0	42,0	40,0	37,0	193,0	209,0	160,0
TBA (°C)	56,4	56,3	53,4	51,8	32,2	35,8	40,4
Teneur en Asphaltènes (%)	13,9	16,4	16,7	10	-	-	-

Tableau présentant les caractéristiques des liants d'enrobé recyclé, des liants d'apport, ainsi que les caractéristiques du liant témoin, après leur vieillissement RTFOT :

Vieillissement RTFOT - Etape 2	LER A 2	LER B 2	LER C 2	LT 2	LA A 2	LA B 2	LA C 2
Pénétrabilité ( $^{1/10}$ mm)	29,3	25,3	25,2	27,8	102,4	75,8	112,4
TBA (°C)	59,4	62,8	60,8	56,6	42,8	46,6	42,4
Teneur en Asphaltènes (%)	14,9	15,9	16,7	12,1	-	-	-
Perte de masse (%)	-0,51	-1,03	-0,45	-0,11	-0,94	-1,53	/

Tableau présentant les caractéristiques des liants d'enrobé recyclé, des liants d'apport, ainsi que les caractéristiques du liant témoin, après leur vieillissement PAV :

Vieillissement PAV - Etape 3	LER A 3	LER B 3	LER C 3	LT 3
Pénétrabilité ( $^{1/10}$ mm)	21,8	18,7	20,1	19,1
TBA (°C)	66,2	70,2	67,4	63,2
Teneur en Asphaltènes (%)	16,2	23,6	19,3	14,1

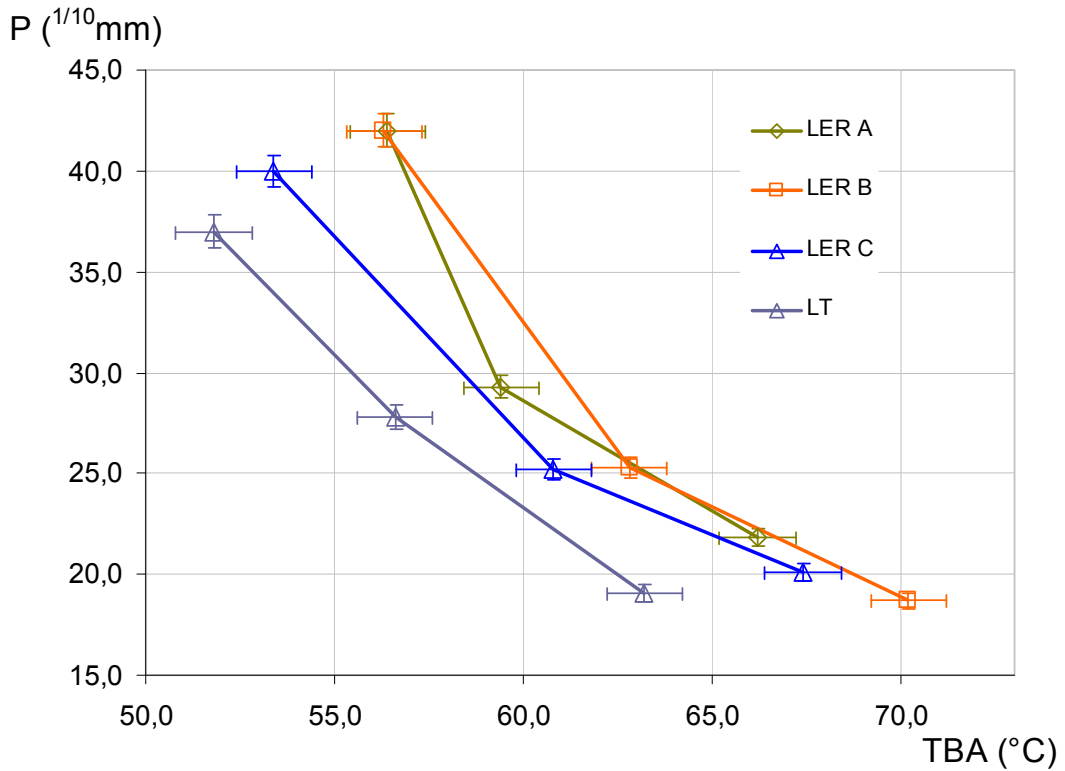
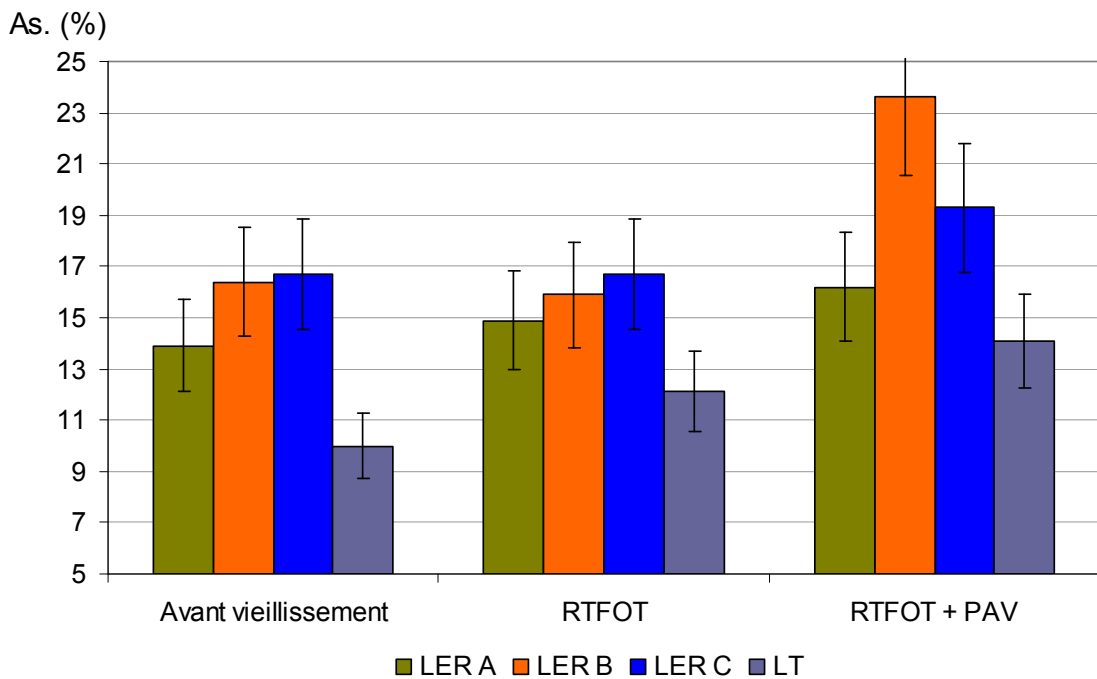


Figure comparant l'évolution des caractéristiques des liants d'enrobé recyclé lors de la réalisation des essais RTFOT et PAV, avec un liant 35/50 témoin



Teneur en asphaltènes des liants d'enrobé recyclé A, B, C et du liant témoin LT, en fonction des étapes de vieillissement

## Annexe XXV : caractérisation des matériaux utilisés pour la fabrication d'enrobé recyclé

Dans le cadre de la réalisation du plan d'expériences de lixiviation (Chapitre IV) et des plans d'expériences d'étude des propriétés mécaniques (Chapitre IV), trois taux de recyclage ont été utilisés 20%, 45% et 70%.

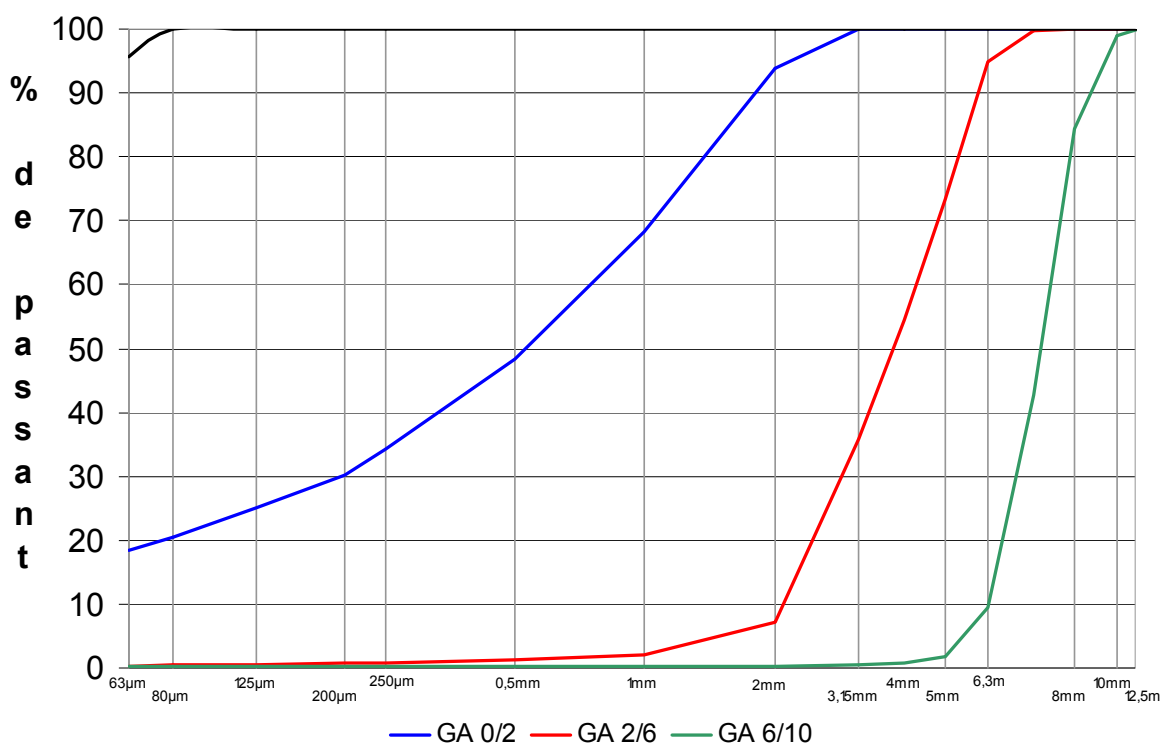
Dans le cadre de la réalisation des essais d'observation (Chapitre II) et des premiers essais de l'essai d'extraction progressive (Chapitre III), seule la formule à 70% de recyclage a été utilisée.

La formulation présentée a été réalisée et les matériaux préparés afin que la courbe granulométrique, la teneur en liant et donc le module de richesse soient indépendants du taux de recyclage. De plus, la pénétrabilité du liant de l'enrobé recyclé est indépendante du taux de recyclage ; les liants d'apport ayant été préparés dans ce but par des mélanges préalables et contrôlés de bitume 35/50 et bitume 160/220 (cf. Annexe XXVII).

La réalisation d'essai selon la méthode des plans d'expériences impose une préparation et une caractérisation méticuleuse lors de la préparation des matériaux utilisés pour la fabrication des échantillons ainsi que lors de la réalisation des essais.

### 1-Caractérisation des matériaux d'apport

- **Caractérisation des granulats d'apport :**



*Courbes granulométriques des granulats d'apport GA de fraction 0/2 mm, 2/6 mm et 6/10 mm*

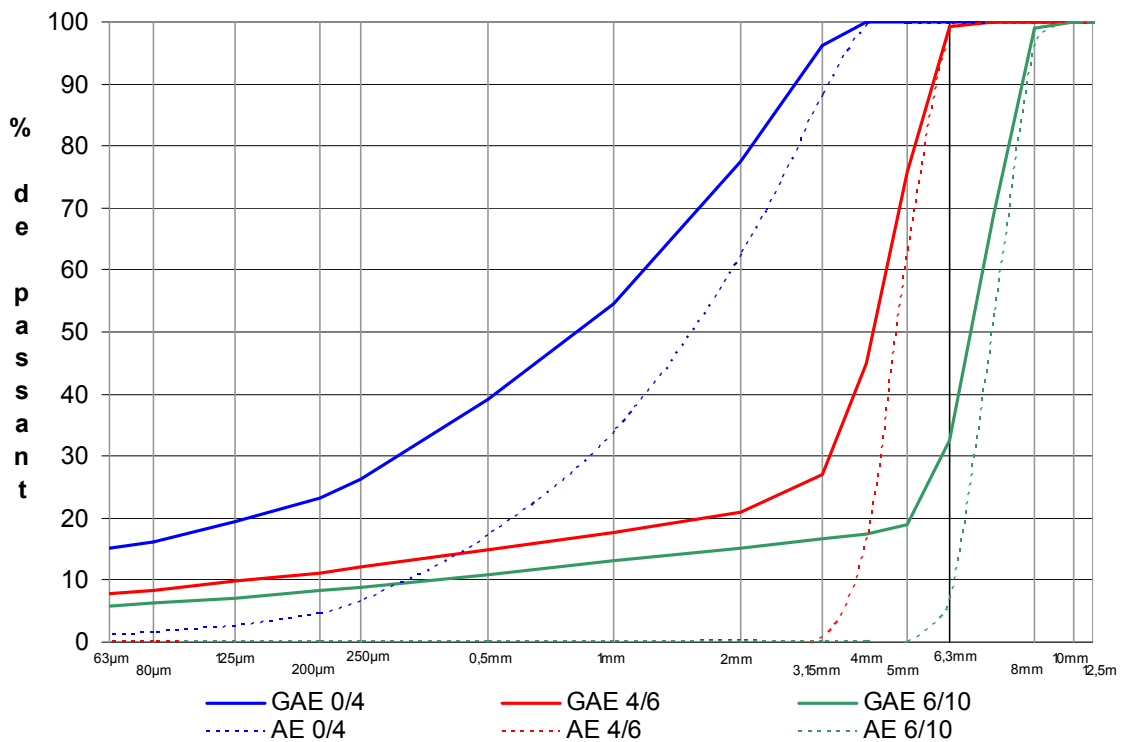
Chaque fraction granulométrique a été caractérisée par tamisage de deux prélèvements. La mesure de la masse volumique des granulats a ensuite été réalisée au moyen d'un pycnomètre et d'eau fraîchement distillée. Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tamis mm	GA 0/2	GA 2/6	GA 6/10	Filler
14	100,0	100,0	100,0	100,0
12,5	100,0	100,0	99,0	100,0
10	100,0	100,0	84,5	100,0
8	100,0	99,9	42,8	100,0
6,3	100,0	94,8	9,3	100,0
5	100,0	73,3	1,8	100,0
4	100,0	54,4	0,7	100,0
3,15	100,0	35,8	0,4	100,0
2	93,8	7,1	0,3	100,0
1	68,2	2,1	0,3	100,0
0,5	48,2	1,2	0,3	100,0
0,250	34,2	0,8	0,3	100,0
0,200	30,2	0,7	0,3	100,0
0,125	24,9	0,6	0,3	100,0
0,080	20,5	0,4	0,3	99,9
0,063	18,4	0,2	0,3	95,6
<b>MVRg</b>	2,751	2,759	2,809	2,703

Caractéristiques des fractions granulaires d'apport de fraction 0/2 mm, 2/6 mm et 6/10 mm

• **Agrégats d'enrobé :**

Chaque fraction d'agrégats d'enrobé est caractérisée à partir de deux prélèvements sous sa forme enrobée (AE) et désenrobée (GAE). La comparaison graphique des courbes granulométriques résultantes est présentée dans le graphique ci-dessous.



Granulométries des AE et des GAE des fractions 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm

- **Caractéristiques des AE :**

Tamis mm	AE 0/4	AE 4/6	AE 6/10
14	100,0	100,0	100,0
12,5	100,0	100,0	100,0
10	100,0	100,0	96,4
8	100,0	100,0	53,1
6,3	100,0	98,8	7,2
5	100,0	63,7	0,3
4	99,7	16,8	0,2
3,15	88,4	1,1	0,2
2	62,7	0,4	0,2
1	34,0	0,3	0,2
0,5	17,4	0,4	0,2
0,250	6,7	0,3	0,1
0,200	4,8	0,3	0,1
0,125	2,7	0,3	0,1
0,080	1,7	0,2	0,1
0,063	1,4	0,2	0,1
<b>MVR (g.cm<sup>-3</sup>)</b>	2,460	2,570	2,630
<b>TL (ppc)</b>	7,74	4,42	3,27
<b>tl (%)</b>	7,18	4,23	3,16
<b>TBA (°C)</b>	74,3	72,4	72,4
<b>Pénétrabilité (1/10mm)</b>	13,3	14,4	14,65
<b>Teneur en eau (%)</b>	0,4	0,2	0,2

*Caractéristiques des AE, granulométrie et liant des fractions 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm*

Il faut noter que la teneur en liant est double dans la fraction 0/4 mm par rapport à la fraction 6/10 mm. De plus, les caractéristiques du liant d'agrégats d'enrobé indiquent une rigidité légèrement supérieure du liant présent dans la fraction 0/4 mm par rapport aux deux autres fractions. Les teneurs en eau sont inférieures à 0,5 % et seront donc considérées nulle durant la fabrication.

- **Caractéristiques des GAE**

Tamis mm	GAE 0/4	GAE 4/6	GAE 6/10
14	100,0	100,0	100,0
12,5	100,0	100,0	100,0
10	100,0	100,0	99,1
8	100,0	100,0	68,9
6,3	100,0	99,2	32,5
5	100,0	75,9	19,1
4	99,9	45,0	17,5
3,15	96,2	27,0	16,7
2	77,6	20,9	15,3
1	54,5	17,7	13,0
0,5	39,3	14,8	10,9
0,250	26,3	12,0	8,8
0,200	23,3	11,2	8,2
0,125	19,3	9,8	7,2
0,080	16,3	8,4	6,2
0,063	15,2	7,9	5,9
<b>MVRg (g.cm<sup>-3</sup>)</b>	2,720	2,741	2,745

*Caractéristiques des granulats d'agrégats d'enrobé GAE des fractions 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm*

Comparativement à des fractions de granulats « neuf » (cf. caractéristiques des fractions granulaires d'apport), les granulats d'agrégats d'enrobé présentent une forte quantité de fines pour les fractions 4/6 mm et 6/10 mm. Pour la fraction 0/4 et si l'on rapporte la part de fine à la fraction 0/2 mm des agrégats d'enrobé 0/4 mm, la part de fines est identique à une fraction granulaire d'apport (~19%)

## Annexe XXVI : présentation des formules à 20%, 45% et 70% de recyclage

### Composition et caractéristiques des formules à 20%, 45 % et 70 % :

Taux de recyclage		AE	AE	AE	GA	GA	GA	Filler	TL	K	Densité théorique	Densité mesurée
en granulats	en liant	0/4	4/6	6/10	0/2	2/6	6/10	< 63µm	(%)	(-)	(g.cm <sup>-3</sup> )	
20%	19,5 %	7%	12%	1%	26%	19%	34%	1%	5,36	3,5	2,538	2,531
47%	46,8%	21%	16%	10%	15%	12%	26%	0%	5,38	3,5	2,529	2,525
70%	67%	31%	13%	26%	3%	14%	13%	0%	5,40	3,5	2,519	2,536

### Fiche de pesée des constituants pour taux de recyclage de 20%

Masse à peser pour la réalisation des essais pour la formule à 20%												
Essaie	Volume (cm <sup>3</sup> )	Masse exacte (Kg)	Nombre d'échantillon	Masse majorée (Kg)	AE 0/4 (Kg)	AE 4/6 (Kg)	AE 6/10 (Kg)	GA 0/2 (Kg)	GA 2/6 (Kg)	GA 6/10 (Kg)	Filler < 63µm (Kg)	LA (Kg)
Orniérage	9000	21,357	2	44,850	3,210	5,334	0,440	11,068	8,088	14,473	0,426	1,942
Module	28800	68,343	1	71,760	5,137	8,534	0,703	17,709	12,941	23,157	0,681	3,107
Fatigue	28800	68,343	2	143,521	10,273	17,069	1,407	35,417	25,882	46,315	1,362	6,215
Lixiviation	20	20	1	21	1,503	2,498	0,206	5,182	3,787	6,777	0,199	0,909
Masse totale de matériaux pour une étude à 20% de recyclage (Kg)					20,124	33,435	2,756	69,376	50,698	90,722	2,668	12,174

### Fiche de pesée des constituants pour taux de recyclage de 45%

Masse à peser pour la réalisation des essais pour la formule à 45%												
Essaie	Volume (cm <sup>3</sup> )	Masse exacte (Kg)	Nombre d'échantillon	Masse majorée (Kg)	AE 0/4 (Kg)	AE 4/6 (Kg)	AE 6/10 (Kg)	GA 0/2 (Kg)	GA 2/6 (Kg)	GA 6/10 (Kg)	Filler < 63µm (Kg)	LA (Kg)
Orniérage	9000	21,282	2	44,691	9,595	7,085	4,380	6,361	5,089	11,026	0,000	1,284
Module	28800	68,101	1	71,506	15,353	11,337	7,007	10,178	8,143	17,642	0,000	2,055
Fatigue	28800	68,101	2	143,012	30,705	22,673	14,015	20,357	16,285	35,285	0,000	4,110
Lixiviation	20	20	1	21	4,509	3,329	2,058	2,989	2,391	5,181	0,000	0,603
Masse totale de matériaux pour une étude à 45% de recyclage (Kg)					60,162	44,425	27,460	39,886	31,908	69,135	0,000	8,052

### Fiche de pesée des constituants pour taux de recyclage de 70%

Masse à peser pour la réalisation des essais pour la formule à 70%												
Essaie	Volume (cm <sup>3</sup> )	Masse exacte (Kg)	Nombre d'échantillon	Masse majorée (Kg)	AE 0/4 (Kg)	AE 4/6 (Kg)	AE 6/10 (Kg)	GA 0/2 (Kg)	GA 2/6 (Kg)	GA 6/10 (Kg)	Filler < 63µm (Kg)	LA (Kg)
Orniérage	9000	21,197	2	44,515	14,106	5,733	11,340	1,267	5,913	5,490	0,000	0,796
Module	28800	67,832	1	71,223	22,569	9,173	18,144	2,027	9,460	8,785	0,000	1,273
Fatigue	28800	67,832	2	142,446	45,139	18,346	36,288	4,054	18,921	17,569	0,000	2,547
Lixiviation	20	20	1	21	6,655	2,705	5,350	0,598	2,789	2,590	0,000	0,375
Masse totale de matériaux pour une étude à 70% de recyclage (Kg)					88,469	35,956	71,121	7,946	37,083	34,434	0,000	4,992



Feuille de formulation pour l'enrobé à 20% de recyclage

N° dechantillon	05-121-01	05-121-02	05-121-03	05-251-01	10-073-01	10-073-02	10-073-03	10-073-04
TAMIS	Thièler	Thièler	Thièler	MEAC	AE SEMV	AE SEMV	AE SEMV	AE SEMV
mm	0/2	2/6	6/10	MEAC	0/4	4/6	6/10	6/10
50	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
40	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
31,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
25	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
20	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
16	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
14	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
12,5	100,0	100,0	99,0	100,0	100,0	100,0	100,0	99,7
10	100,0	100,0	84,5	100,0	100,0	100,0	99,1	94,7
8	100,0	99,9	42,8	100,0	100,0	100,0	68,9	80,2
6,3	100,0	94,8	9,3	100,0	100,0	99,2	32,5	67,4
5	100,0	73,3	1,8	100,0	100,0	75,9	19,1	57,8
4	100,0	54,4	0,7	100,0	99,9	45,0	17,5	50,1
3,15	100,0	35,8	0,4	100,0	96,2	27,0	16,7	44,1
2	93,8	7,1	0,3	100,0	77,6	20,9	15,3	35,0
1	68,2	2,1	0,3	100,0	54,5	17,7	13,0	25,3
0,500	48,2	1,2	0,3	100,0	39,3	14,8	10,9	18,9
0,250	34,2	0,6	0,3	100,0	26,3	12,0	8,9	13,5
0,125	24,9	0,6	0,3	100,0	23,3	11,2	8,2	12,2
0,080	20,5	0,4	0,3	99,9	19,3	9,6	7,2	10,3
0,063	16,4	0,2	0,3	95,6	15,2	8,4	6,2	8,7
%	26,0	19,0	34,0	1,0	7,0	12,0	1,0	8,1
EN %	24,61	17,88	32,18	0,95	6,62	11,36	0,95	2,768
MVRq	2,751	2,759	2,809	2,703	2,720	2,741	2,745	2,768
Liant total			5,6679ppc					
Module K			3,4999					
MWR agrégats			2,768					
Densité théorique			2,538					
masse granulats (Kg)	28000,000	19000,000	34000,000	1000,000	7000,000	12000,000	1000,000	1000,000
Masse d'AE					7541,800	12530,400	1032,700	
% rec Liant								19,5%
% rec Granulat								20,0%

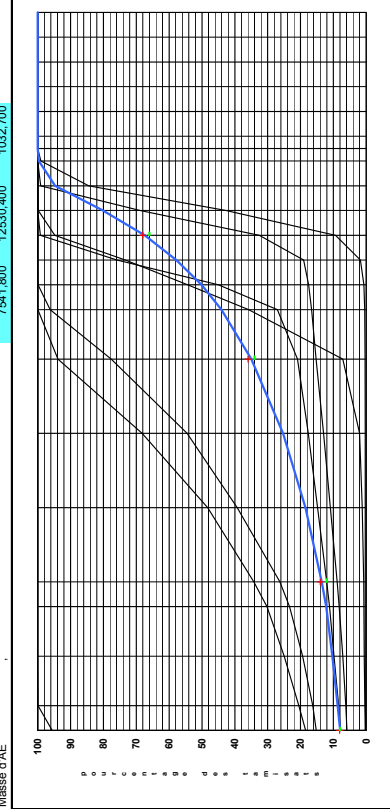
Passants Cibles	Min	Max
	66	68
	34	36
	12	14
	7,9	8,1

Chauffe	
Température de fabrication (°C)	180
Température des AE (°C)	110
Température des granulats (°C)	174
Masse de granulats (g)	100000
Masse totale (g)	105667
Liant	
Masse liant AE (g)	1104,80
Masse liant d'apport (g)	4562,40
Vérification de masse totale (g)	5667

Teneur en liant des AE et pénétrabilité	
Teneur en liant des AE 0/4 (ppc)	7,74
Teneur en liant des AE 4/6 (ppc)	13,3
Teneur en liant des AE 6/10 (ppc)	14,4
Teneur en liant des AE 6/10 (ppc)	14,7
Liant d'apport	
Température d'introduction du LA	160
Pénétrabilité du LA	38,9
Pénétrabilité théorique du LAE	
Pénétrabilité théorique du LAE	13,9
Pénétrabilité théorique du mélange	31,8
cible de pénalité du mélange	32

Cp Liant 1992 J/kg/k  
Cp Granulat 800 J/kg/k

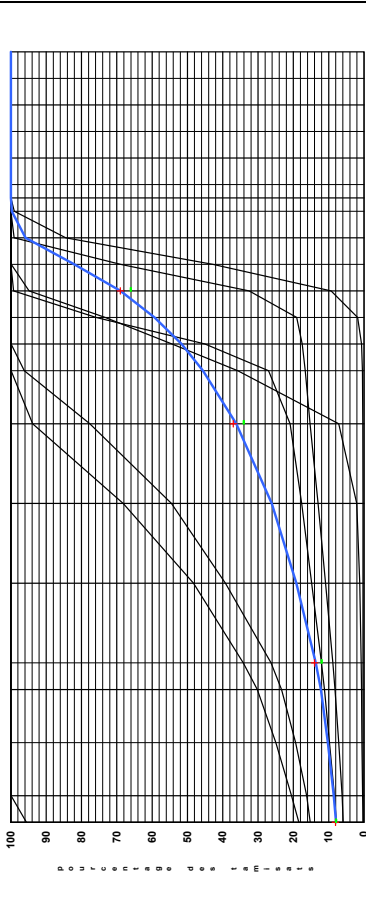
0,957 liant d'apport (ppc)  
13,842 liant d'AE (ppc)  
1,691 % Rec Granulats  
8,7 % Rec Liant



Feuille de formulation pour l'enrobé à 45% de recyclage

N° d'échantillon	09-121-01	09-121-02	09-121-03	09-251-01	10-073-01	10-073-02	10-073-03	10-073-04	courbe mélange
TAMIS	Thièver	Thièver	Thièver	Filler	AE SBVM 04	AE SBVM 4/6	AE SBVM 6/10		
mm	0/2 50 100 40	2/6 100 100 100	6/10 100 100 100	MEAC 100 100 100	100 100 100	100 100 100	100 100 100		
31,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0		100,0
25	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0		100,0
20	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0		100,0
16	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0		100,0
12,5	100,0	100,0	99,0	100,0	100,0	100,0	100,0	99,7	
10	100,0	100,0	84,5	100,0	100,0	100,0	99,1	95,9	
8	100,0	99,9	42,8	100,0	100,0	88,9	82,0	82,0	
6,3	100,0	94,8	9,3	100,0	100,0	32,5	68,9	68,9	
5	100,0	73,3	1,8	100,0	100,0	19,1	58,3	58,3	
4	100,0	64,4	0,7	100,0	99,9	45,0	17,5	51,6	
3,15	100,0	35,8	0,4	100,0	96,2	27,0	16,7	45,6	
2	93,8	7,1	0,3	100,0	77,6	20,9	15,3	36,2	
1	68,2	2,1	0,3	100,0	54,5	17,7	13,0	26,1	
0,500	48,2	1,2	0,3	100,0	39,3	14,8	10,9	19,2	
0,250	34,2	0,8	0,3	100,0	26,3	12,0	8,8	13,6	
0,200	30,2	0,7	0,3	100,0	23,3	11,2	8,2	12,2	
0,125	24,9	0,6	0,3	100,0	19,3	9,8	7,2	10,2	
0,080	20,5	0,4	0,3	99,9	16,3	8,4	6,2	8,6	
0,063	18,4	0,2	0,3	95,8	15,2	7,9	5,9	7,9	
%	15,0	12,0	25,0	0,0	21,0	18,0	10,0	100	
EN %	14,19	11,35	24,60	0,00	19,87	15,14	9,46	2,758	
MVRfg	2,751	2,759	2,809	2,703	2,720	2,741	2,745		

masse granulats (Kg)	15000,000	12000,000	26000,000	0,000	21000,000	16000,000	10000,000
Masse d'AE	2,751	2,759	2,809	2,703	2,720	2,741	2,745
	10327,000	16707,200	10327,000	46,8%			
				47,0%			



Passants Cibles

Min	Max
66	69
34	37
12	14
7,9	8,1

Chauffe	
Température de fabrication (°C)	160
Température des AE (°C)	110
Température des granulats (°C)	212
Masse de granulats (g)	10000
Masse totale (g)	10568
Liant	
Masse liant AE (g)	2659,60
Masse liant d'apport (g)	3028,20
Vérification de masse totale (g)	10568
	46,8%
	53,2%

Teneur en liant des AE et pénétrabilité	
Teneur en liant des AE 0/4 (ppc)	7,74
Teneur en liant des AE 4/6 (ppc)	4,42
Teneur en liant des AE 6/10 (ppc)	3,27
Liant d'apport	150
Température d'introduction du LA	65,9
Pénétrabilité du LA	65,9
Pénétrabilité théorique du LAE	13,8
Pénétrabilité théorique du mélange cible de péneé du mélange	32

Cp Liant 1992 J/kg/k  
Cp Granulat 800 J/kg/k



**Tableau comparant les compositions apparente et réelle en fonction des taux de recyclage des formules utilisées**

			Limites fixées	20% de recyclage	45% de recyclage	70% de recyclage
<b>Composition apparente (Ciblée)</b>	<b>Granulométrie ciblée</b>	63 µm	8,0 ± 0,1%	8,0%	7,0%	7,9%
		250 µm	13 ± 1%	13,5%	13,6%	13,2%
		2 mm	35 ± 1%	35,0%	36,2%	34,6%
		6,3 mm	67 ± 1%	67,4%	68,9%	69,8%
	<b>Caractéristiques de Liant ciblées</b>	Pénétrabilité	32 <sup>1/10</sup> mm	32 <sup>1/10</sup> mm	32 <sup>1/10</sup> mm	32 <sup>1/10</sup> mm
		Module de richesse	3,5	3,5	3,5	3,5
<b>Composition réelle</b>	<b>Granulats</b>	Apport		80%	53%	30%
		Recyclés		20%	47%	70%
	<b>Teneur en liant totale</b>			5,36%	5,38%	5,40%
	Teneur en liant d'AE			1,05%	2,52%	3,62%
	Teneur en liant d'apport			4,31%	2,86%	1,78%
	Pourcentage de recyclage en liant			20%	47%	67%
	<b>Pénétrabilité du LAE</b>			14 <sup>1/10</sup> mm	14 <sup>1/10</sup> mm	14 <sup>1/10</sup> mm
	Pénétrabilité des liants d'apport			39 <sup>1/10</sup> mm	66 <sup>1/10</sup> mm	167 <sup>1/10</sup> mm

## Annexe XXVII : préparation des liants d'apport

À partir de la détermination des caractéristiques des matériaux d'apport et de la formulation des enrobés présentées en Annexe XXVI, les liants d'apport ont été fabriqués par mélange de deux bitumes de même origine et de grade différent. Le bitume de grade 35/50 est utilisé pour la fabrication de la formule à 20% de recyclage dans le but d'obtenir un enrobé de type BBME 0/10 (béton bitumineux à module élevé de granulométrie 0/10 mm).

- **Caractéristique des liants des bitumes 35/50 et 160/220**

	Bitume 35/50	Bitume 160/220
Pénétrabilité ( <sup>1/10</sup> mm)	38,9 <sup>1/10</sup> mm	178 <sup>1/10</sup> mm
TBA (°C)	50,9 °C	39,3 °C

- **Fabrication des liants d'apport**

Les liants sont fabriqués en suivant la règle de mélange des pénétrabilités.

Lors du mélange d'un bitume de grade 35/50 avec le liant de la formule à 20% de recyclage dans des proportions de 19,5% de LAE pour 80,5% de LA (35/50), le mélange résultant possède une pénétrabilité de 31,8 <sup>1/10</sup>mm. Cette pénétrabilité sera celle recherchée des mélanges de liants pour les enrobés à 45 % et 70% de recyclage.

### **Liant d'apport de la formule à 45% de recyclage**

La pénétrabilité de 31,8 <sup>1/10</sup>mm a permis de déterminer que pour la formule à 45 % de recyclage dans laquelle le mélange des liants est réalisé dans des proportions de 46,8% de LAE pour 53,2% de LA, le liant d'apport devait avoir une pénétrabilité de 66,3 <sup>1/10</sup>mm.

A la suite d'essais préliminaire, 3 pots de 15 litres ont été préparés. Ces pots sont identifiés P45-1, P45-2 et P45-3. Ils possèdent respectivement une pénétrabilité de 66,2 <sup>1/10</sup>mm, 65,7 <sup>1/10</sup>mm et 65,8 <sup>1/10</sup>mm. Au regard des incertitudes relatives de la mesure de pénétrabilité sur les bitumes routiers (4% cf. NF EN 1426 - tableau 3), ces pénétrabilités correspondent à la pénétrabilité recherchée de 66,3 <sup>1/10</sup>mm. Le bitume identifié P45 sera utilisé pour la fabrication des enrobés à 45% de recyclage.

### **Liant d'apport de la formule à 70% de recyclage**

La pénétrabilité de 31,8 <sup>1/10</sup>mm a permis de déterminer que pour la formule à 70 % de recyclage dans laquelle le mélange des liants est réalisé dans des proportions de 67% de LAE pour 33% de LA, le liant d'apport devait avoir une pénétrabilité de 173,2 <sup>1/10</sup>mm.

A la suite d'essais préliminaire, 2 pots de 15 litres ont été préparés. Ces pots sont identifiés P70-1 et P70-2. Ils possèdent respectivement une pénétrabilité de  $170,2^{1/10}$  mm et  $168,9^{1/10}$  mm. Au regard des incertitudes relatives de la mesure de pénétrabilité sur les bitumes routiers (4% cf. NF EN 1426 - tableau 3), ces pénétrabilités correspondent à la pénétrabilité recherchée de  $173,2^{1/10}$  mm. Le bitume identifié P70 sera utilisé pour la fabrication des enrobés à 70% de recyclage.

Les pots de 15 litres résultant de la préparation des liants d'apport ont été sous-échantillonnés en pot de deux litres afin d'éviter de chauffer inutilement le liant pour le prémunir d'un vieillissement thermique qui potentiellement nuirait à la fiabilité des résultats.

Les essais préliminaires à la fabrication des liants d'apport ont principalement consisté à vérifier la loi de mélange des pénétrabilités. Malgré le fait d'avoir mis en place un protocole de mélange alternant un stockage à température appropriée au grade du bitume et une agitation mécanique, les pénétrabilités mesurées sont légèrement écartées des prévisions théoriques. Ainsi, pour obtenir des bitumes ayant des pénétrabilités respectives de  $66,3^{1/10}$  mm et de  $173,2^{1/10}$  mm, les pénétrabilités théoriques visées sont de  $59,9^{1/10}$  mm et  $160^{1/10}$  mm.



*Opérateur réalisant le mélange des liants 35/50 et 160/220. Le contrôle des proportions est réalisé par pesées (balance non visible située en dessous du pot)*

## Annexe XXVIII : fractionnement et homogénéisation des agrégats d'enrobé

### 1- Objectif

L'objectif de l'opération est de séparer les AE 0/10 mm existants en trois coupures homogènes de 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm. Les agrégats d'enrobé sont secs. Cette opération nécessaire pour cette étude des enrobés recyclés à fort taux permet de garantir une variabilité minimale granulométrique des lots d'AE utilisés.

### 2-Déroulement

Le protocole se déroule en trois étapes. La première est la phase de préparation qui permet de prévoir et de réserver les emplacements et le matériel nécessaires à l'opération, tout en définissant le protocole à suivre. La seconde est la phase criblage suivant le protocole. La troisième est la phase de remplissage des contenants de stockage final et d'entreposage des coupures 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm.

#### Phase 1 de préparation :

Nous disposons de 4 big bags contenant des agrégats d'enrobé de fraction 0/10 mm devant être criblés et séparés en fraction 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm. Ces big bags représentent une masse totale d'environ 4 tonnes d'agrégats d'enrobé.

#### Matériel nécessaire :

- AE à cribler (4 big bags)
- Une tamiseuse équipée de ses tamis de 10 mm, 6 mm et 4 mm
- Deux pelles de prélèvement et deux bacs à granulats (remplissage + pesage)
- Une zone de stockage temporaire de 6m x 5m recouverte d'un film de polyane
- Des fiches d'identification pour les 3 coupures
- Les fractions criblées existantes
- Une cale en bois servant à repérer les lignes
- Une balance permettant de peser 30 kg
- Trois Big Bags de stockage avec film polyéthylène sur la face interne et palette (clous recourbés) pour la manutention.
- Chronomètre

#### Matériels de sécurité (EPI) :

- Gants de protection

- Casque anti bruit
- Masque à poussière
- Chaussures renforcées
- Lunettes

**Protocole de criblage :**

Les 4 big bags sont répartis dans des bacs de stockage afin de les décohesionner. Durant la phase de stockage précédente, les AE 0/10 ont partiellement pris en masse. Cet état est réversible.

L'ensemble du matériel utilisé peut être disposé comme présenté sur le plan d'organisation de la zone de travail (voir plus loin). Cette représentation sera utilisée pour expliquer le protocole à suivre durant la phase de criblage afin de garantir l'homogénéité des big bags, ainsi que l'homogénéité des coupures AE 0/4, AE 4/6 et AE 6/10 constituées.

La zone de travail présente les quatre big bags que nous criblons, une zone de stockage temporaire comprenant trois lignes L1, L2 et L3 sur lesquelles se trouvent les tas de AE 0/4, AE 4/6 et AE 6/10. Chaque tas est aligné sur une colonne correspondant aux fractions précitées.

**Routine de criblage :**

Etape d'initialisation :

- Vérification des numéros de tamis et de leur ordre.
- Pelle de prélèvement dans le BB1 et repère de ligne en face de la ligne L1.
- Balance tarée avec son bac de pesage.

Etape 1 :

Environ 20 kg d'AE 0/10 sont prélevés dans le BB1 et la pelle de prélèvement est déposée dans le bac BB2. Cette masse est versée en deux fois par le haut dans la cribleuse. Le chronomètre est déclenché dès le déversage. La durée du criblage est comptée. Le criblage des 20 kg s'arrête quand plus rien ne tombe des tamis de 6 mm et de 4 mm. La durée de tamisage est relevée et notée sur la feuille de suivi présentée à la fin de l'annexe.

Etape 2 :

La fraction d'AE 6/10 est retirée, pesée et disposée à l'emplacement L1-C6/10. De même pour la fraction d'AE 4/6 disposée à l'emplacement L1-C4/6 et la fraction d'AE 0/4 disposée à l'emplacement L1-C0/4. Le repère de ligne est ensuite déplacé sur la ligne suivante, dans notre cas L2. La ligne à remplir est toujours celle identifiée par le repère de ligne.



**Etape 3 :**

Pour les big bags 2, 3 et 4, la pesée de chaque fraction n'est pas réalisée.

Les étapes 1 et 2 sont répétées pour le big bag 2 dont les fractions seront disposées sur la ligne L2. Le repère de ligne est déplacé sur la ligne L3.

Les étapes 1 et 2 sont répétées pour le big bag 3 dont les fractions seront disposées sur la ligne L3. Le repère de ligne est déplacé sur la ligne L1.

Les étapes 1 et 2 sont répétées pour le big bag 4 dont les fractions seront disposées sur la ligne L1. Le repère de ligne est déplacé sur la ligne L2.

**Etape 4 :**

Cette étape consiste à incorporer dans les fractions correspondantes en cours de constitution les AE 0/4, 4/6 et 6/10 existant et utilisés pour la mise au point des essais (en bleu ciel sur le plan).

Le repère étant sur la ligne 2, nous la remplissons. Les masses relevées lors de l'étape 2 permettent de connaître la masse d'AE 0/4 existant à mettre sur le tas de la colonne C0/4, la masse d'AE 4/6 existant à mettre sur le tas de la colonne C4/6 et la masse d'AE 6/10 existant à mettre sur le tas de la colonne C6/10. Les masses indiquées sur la feuille de pesée pour chaque fraction d'AE sont pesées et disposées dans les tas correspondant de la ligne en cours de remplissage. Le repère de ligne est ensuite déplacé sur la ligne suivante.

**Etape 5 :**

Le premier tour est alors fini. Le second tour débute en recommençant à l'étape 1 et en continuant le transfert du repère de ligne de L1 vers L2 puis de L2 vers L3 puis de L3 vers L1 et ainsi de suite jusqu'à la fin des contenants BB1, BB2, BB3 et BB4..

Fin du criblage

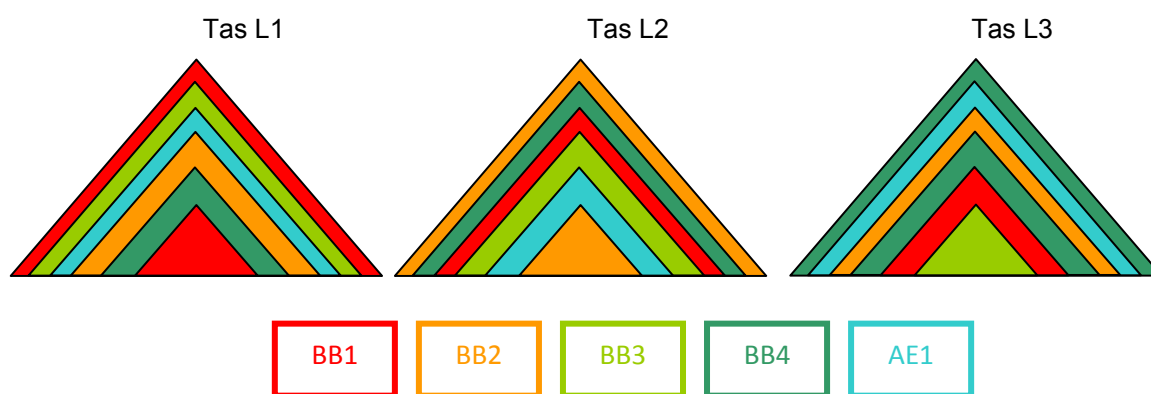
**Protocole de remplissage**

Nous disposons ainsi pour chaque fraction de 3 tas provenant des big bags 1, 2, 3, et des AE existants.

L'homogénéisation est visible par le tableau suivant qui représente la provenance BB1, BB2, BB3, BB4 et AE1 des différents ajouts constituant les 3 tas identifiés L1, L2 et L3.

Tas considéré	Séquence de constitution
L1	<i>BB1, BB4, BB2, AE1, BB3, BB1, BB4, ...</i>
L2	<i>BB2, AE1, BB3, BB1, BB4, BB2, AE1, ...</i>
L3	<i>BB3, BB1, BB4, BB2, AE1, BB3, BB1, ...</i>

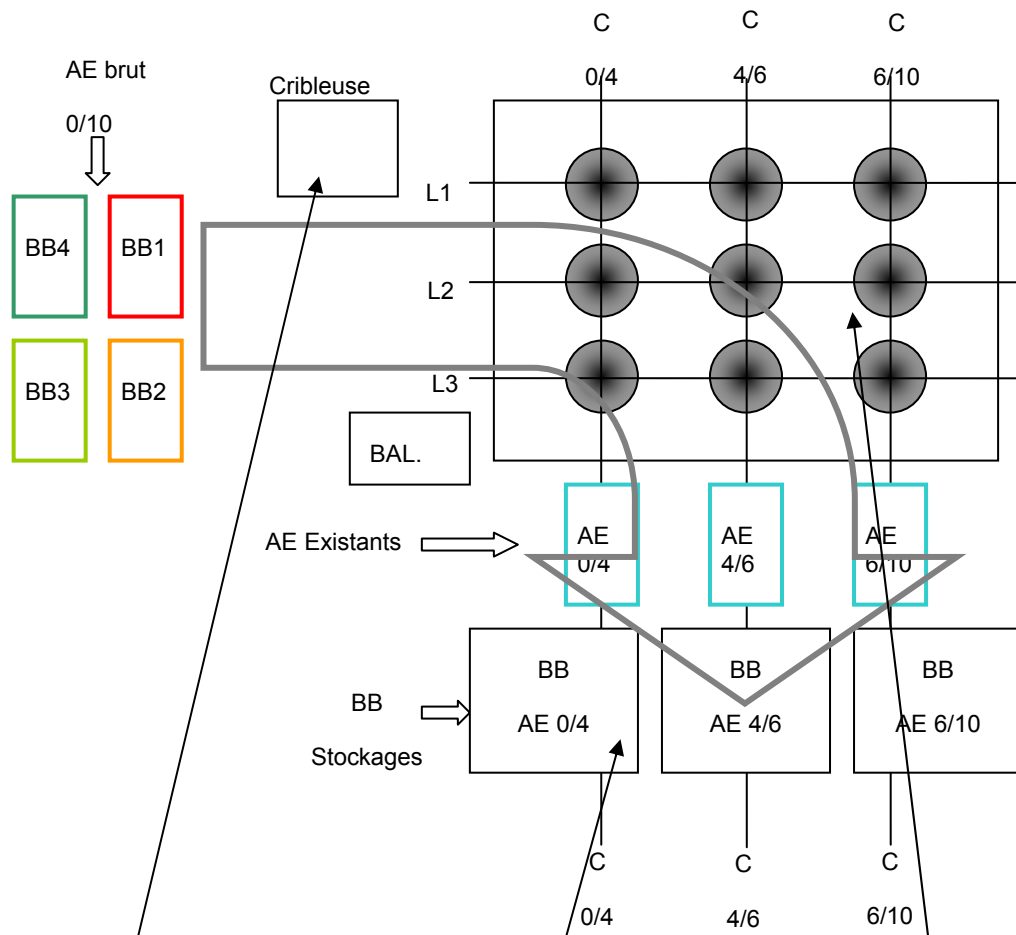
Ces séquences correspondent à la représentation suivante dans laquelle les couleurs correspondent au big bag d'origine de l'AE :



Le remplissage des big bags de stockage s'effectue pour chaque fraction en pelletant alternativement dans les tas L1, L2 et L3. Cette opération vise à parfaire l'homogénéisation des matériaux.

Lors du remplissage final, deux prélèvements justement répartis sont effectués afin de caractériser les AE.

# Plan d'organisation de la zone de travail



Feuille de suivi des masses

Numéro du tour	Masse AE 0/10 (kg)	Masse AE 0/4 (kg)	Masse AE 4/6 (kg)	Masse AE 6/10 (kg)	Durée du tamisage	Masse AE existants ajoutée
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						
15						
16						
17						

## Annexe XXIX : caractéristiques intrinsèques des granulats des agrégats d'enrobé

Pour effectuer les essais Los Angeles, Micro Deval et Polished Stone Value, une masse de 10 kg de la fraction 6/10 mm des AE est désenrobée, séchée (évaporation du solvant), lavée à l'eau et au savon puis séchée (évaporation de l'eau). Les essais sont ensuite réalisés. Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

	LOS ANGELES NF EN 1097-2	MICRO DEVAL NF EN 1097-1	POLISHED STONE VALUE NF EN 1097-8
GAE	15 %	14 %	54

Les résultats présentés permettent de classer les granulats des agrégats d'enrobé dans la catégorie B. Cette catégorie est celle de granulats de très bonne qualité et dont l'utilisation est possible en couche de roulement.



Granulats après l'essai Micro Deval



Granulats après l'essai Los Angeles

Les photographies présentées montrent les granulats après les essais Micro Deval et Los Angeles. Ces photographies illustrent clairement l'objectif propre à chaque essai. À la fin de l'essai Micro Deval, les granulats sont usés par attrition et ressemblent à des granulats roulés par une rivière. Comparativement, les granulats en fin de l'essai Los Angeles présentent de légères marques d'attrition sur leurs arêtes, mais se caractérisent principalement par la présence de granulats fragmentés dont la dimension est inférieure à la dimension initiale des granulats soumis à l'essai.



## Annexe XXX : mesure de l'évolution de l'adhérence en fonction du pourcentage de recyclage au moyen de la machine Wehner & Schulze

Les granulats des agrégats d'enrobé étant aptes à l'utilisation en couche de roulement, les trois formules à 20%, 45% et 70% de recyclage présentées précédemment en Annexe XXVI ont été testées en utilisant la machine Wehner / Schulze (W&S) (Do et al. 2009). Pour cela, trois plaques dont les dimensions sont 400 x 600 x 40 mm ont été réalisées en suivant la composition des formules à 20%, 45% et 70% de recyclage présentée. Pour la réalisation de l'essai W&S, deux disques de 225 mm de diamètre et de 40 mm d'épaisseur ont été prélevés dans chaque plaque.



*Plaques d'enrobé réalisées en vue de la fabrication d'éprouvettes pour la réalisation des essais à la machine Wehner & Schulze*

### 1-Description de la machine Wehner et Schulze

La machine Wehner et Schulze (W&S) permet de réaliser le polissage et la mesure de frottement avec le même dispositif. Chacune de ces deux fonctions est remplie par l'utilisation d'un outil dédié : une tête de polissage et une tête de mesure. À la différence de l'essai PSV qui ne caractérise que les granulats, cette machine peut être employée pour caractériser l'évolution de l'adhérence des granulats seuls ou l'adhérence d'une formule d'enrobé. Dans le cas présent la machine sera utilisée pour mesurer l'évolution de l'adhérence des formules dont la composition a été présentée en Annexe XXVI. Rappelons simplement que, bien que le taux de recyclage de ces formules varie, les enrobés correspondant sont comparés à teneur en liant, caractéristiques des liants et squelettes granulaires identiques.

La mesure de l'évolution de l'adhérence est réalisée en alternant une phase de polissage et une phase de mesure. Le polissage se réalise à l'aide de trois cônes de caoutchouc montés sur une tête rotative et roulant sur la surface de l'éprouvette. Un mélange d'eau et d'abrasif est projeté sur la surface de l'éprouvette pendant le polissage. La tête servant à mesurer le frottement est composée de trois petits patins de gomme disposés régulièrement autour de l'axe de rotation, à 120° les uns des autres sur un cercle.

Pour réaliser la mesure de frottement, le disque est mis en rotation afin que les patins de mesure aient une vitesse de 100 km/h. De l'eau est projetée à la surface de l'éprouvette. Le moteur est coupé et la tête de mesure est descendue jusqu'à la mise en contact avec la surface de l'éprouvette. Tandis que l'inertie du disque est progressivement réduite par le frottement des patins de mesure sur la surface de l'éprouvette, la courbe de freinage correspondante est enregistrée. La valeur du coefficient de frottement à 60 km/h est retenue comme étant le coefficient Wehner et Schulze caractérisant l'adhérence et noté  $\mu_{W\&S}$ .

Le suivi de l'évolution de ce coefficient permet de simuler le vieillissement par polissage de la formule d'enrobé (ou des granulats). L'analyse comparée de formules d'enrobé et de l'évolution de leur coefficient  $\mu_{W\&S}$  renseigne sur l'évolution de l'adhérence d'une formule d'enrobé.

**Fonction de polissage**

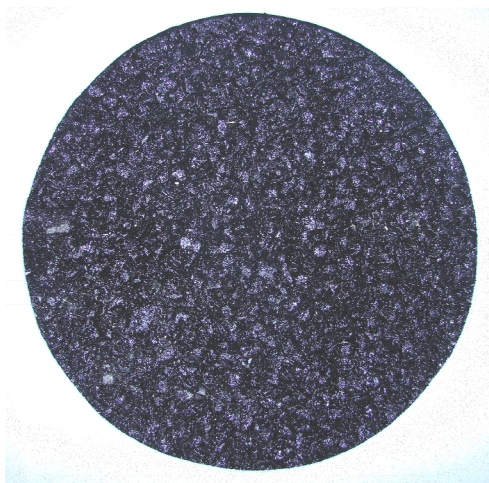
Galets coniques de polissage

**Fonction de mesure**

Patins de mesure

*Présentation de la machine Wehner et Schulze et des têtes de polissage et de mesure*

## 2-Présentation d'une éprouvette soumise à l'essai W&S



Éprouvette à 45 % de recyclage de 225 mm de diamètre et de 40 mm d'épaisseur avant la réalisation de l'essai W&S



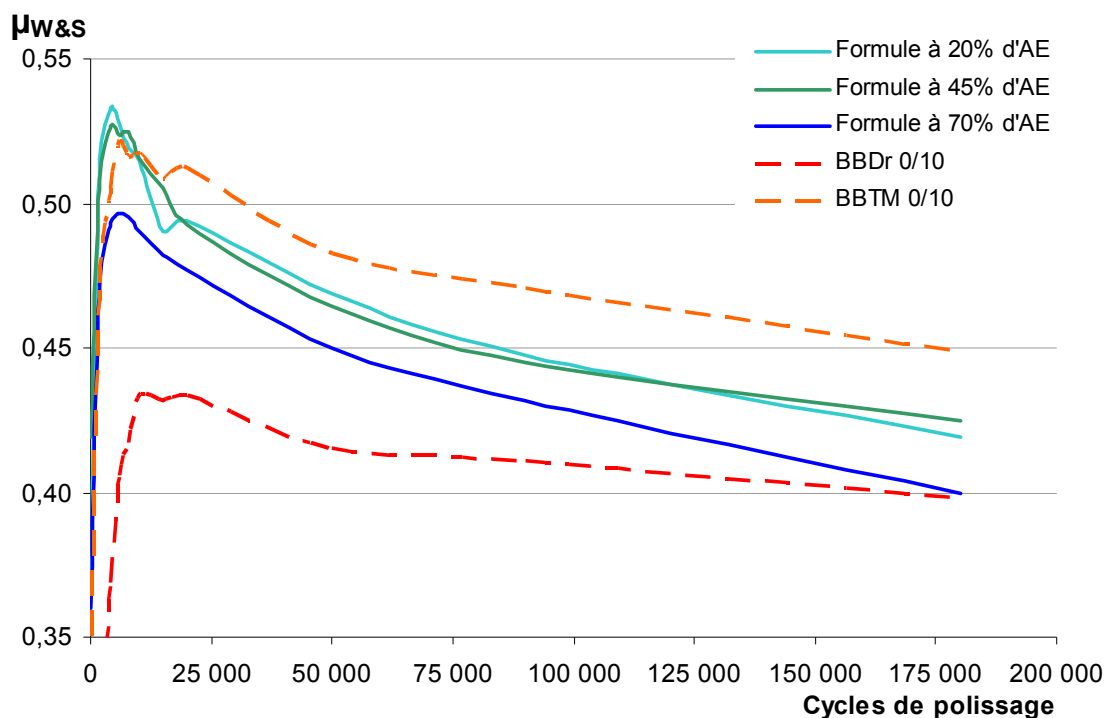
Éprouvette à 45 % de recyclage de 225 mm de diamètre et de 40 mm d'épaisseur après la réalisation de l'essai W&S

La zone d'usure résultant du polissage est clairement visible à travers la comparaison des éprouvettes avant et après la réalisation de l'essai W&S. L'essai a été réalisé sur les formules correspondant aux trois taux de recyclage 20%, 45% et 70%. Aucune différence visuelle n'est constatable. Aucun départ de granulats qui indiquerait une différence de cohésion des granulats en fonction du type de formule testée n'a été constaté. Seule une éprouvette au taux intermédiaire de 45% de recyclage est donc présentée.

## 3-Présentation des résultats

En complément deux formules contenant des granulats neufs ont été soumises à l'essai W&S. Les formules testées correspondent d'une part à un béton bitumineux drainant de granulométrie 0/10 mm (BBDr 0/10) réalisé à partir de granulats possédant un PSV de 56 et d'autre part, à un béton bitumineux très mince de granulométrie 0/10 mm (BBTM 0/10) réalisé à partir de granulats possédant un PSV de 64. Pour mémoire, la valeur PSV des agrégats d'enrobé utilisés est de 54. Les formules ne contenant pas de granulats recyclés ont été sélectionnées car elles sont utilisées en couche de roulement.





*Comparaison de l'évolution de l'adhérence mesurée par l'essai W&S en fonction du taux de recyclage et de la valeur PSV des granulats utilisés*

En première remarque, il faut noter sur l'ensemble des courbes présentées que celles-ci se décomposent en une phase de croissance suivie d'une phase de décroissance de l'adhérence. La phase de croissance, qui se situe globalement entre 0 et 15000 cycles de polissage correspondant à une augmentation de l'adhérence causée par le départ progressif du liant qui enrobe les granulats. L'usure des granulats par polissage conduit ensuite à une phase de décroissance de l'adhérence.

L'évolution mesurée par l'essai W&S de l'adhérence des formules contenant des recyclés est toujours intermédiaire à celle des formules BBDr 0/10 et BBTM 0/10. Les formules contenant des recyclés présentent une adhérence comparable à celle de formules utilisables en couche de roulement, malgré le fait que les valeurs PSV des granulats recyclés (54) et des granulats d'apport (54) soient inférieures aux valeurs PSV des granulats utilisés dans les formules sans granulats recyclés (56 et 64). Ceci est vraisemblablement causé par l'origine pétrographique variable des granulats d'agrégats d'enrobé qui conduiraient à une usure différentielle permettant de conserver une bonne rugosité de la surface polie (Do et al. 2009).

Les courbes correspondantes aux formules contenant un taux de 20 % et 45 % de granulats recyclés sont identiques. La courbe correspondante au taux de 70 % est inférieure aux deux courbes précédentes mais reste supérieure à la formule BBDr 0/10. Il apparaît donc que dans le cas d'une forte proportion de granulats recyclés dans l'enrobé, l'augmentation de l'adhérence amenée par l'usure différentielle des granulats est réduite.

#### **4-Conclusion**

Dans une première phase d'étude des agrégats d'enrobé (Annexe V), il a été montré que les granulats d'agrégats d'enrobé sont d'origine pétrographique variable et qu'ils possèdent de bonnes valeurs de PSV (supérieure à 52). La présente étude a permis par l'utilisation de la machine W&S de prendre en compte l'influence de granulats d'agrégats d'enrobé de PSV (54) au sein d'une formule d'enrobé en fonction de la part massique de granulats recyclés. Les essais indiquent que les formules présentent des caractéristiques d'adhérence comparables à celles de formules utilisées communément en couche de roulement.

Les essais indiquent que l'évolution de l'adhérence n'est pas le reflet direct de la valeur PSV des granulats. Le phénomène d'usure différentielle des granulats des enrobés recyclés doit être considéré. Il faut noter que ce phénomène est sensiblement réduit par l'augmentation du pourcentage de recyclage mais dans une mesure ne remettant pas en doute la possibilité d'utiliser des enrobés à fort taux de recyclage en couche de roulement.

La traçabilité appliquée à la détermination de l'origine des agrégats d'enrobé permettra de préciser la cause des bonnes performances d'adhérence des enrobés recyclés. La supposition selon laquelle les travaux d'entretiens (dont les agrégats d'enrobé résultent) concerneraient essentiellement les couches supérieures de la chaussée serait une explication plausible de la bonne qualité des granulats des agrégats d'enrobé.

## Annexe XXXI : résultats des mesures des caractéristiques mécaniques des 13 fabrications réalisées durant l'étude des caractéristiques mécaniques des enrobés recyclés

### Orniérage : (2 plaques par point expérimental)

N°	Formule	Pourcentage de vide (%)	Orniérage 30 000 cycles (%)	N°	Formule	Pourcentage de vide (%)	Orniérage 30 000 cycles (%)
1	$ER_{160,240}^{45}$	5,35	5,8	7	$ER_{110,240}^{45}$	7,73	4,8
	$ER_{160,240}^{45}$	5,25	5,3		$ER_{110,240}^{45}$	8,3	5,5
2	$ER_{160,40}^{45}$	8,29	5	8	$ER_{135,240}^{20}$	7,38	5,6
	$ER_{160,40}^{45}$	6,75	4,1		$ER_{135,240}^{20}$	6,36	6,3
3	$ER_{110,140}^{70}$	9,51	4,2	9	$ER_{135,40}^{20}$	8,82	5,3
	$ER_{110,140}^{70}$	9,28	4,4		$ER_{135,40}^{20}$	9,02	5,6
4	$ER_{110,140}^{20}$	6,97	4,8	10	$ER_{135,40}^{70}$	8,78	5,4
	$ER_{110,140}^{20}$	6,95	4,3		$ER_{135,40}^{70}$	7,96	5,4
5	$ER_{135,140}^{45}$	6,70	5,2	11	$ER_{135,240}^{70}$	5,64	4,9
	$ER_{135,140}^{45}$	6,59	5,0		$ER_{135,240}^{70}$	6,34	5,0
6	$ER_{110,40}^{45}$	10,29	4,0	12	$ER_{160,140}^{20}$	7,31	5,2
	$ER_{110,40}^{45}$	9,74	4,2		$ER_{160,140}^{20}$	7,1	5,4
				13	$ER_{160,140}^{70}$	6,97	5,0
					$ER_{160,140}^{70}$	6,57	5,6

**Module TD15°C et 10 Hz : (2 carottes par point expérimental)**

N°	Formule	Pourcentage de vide (%)	TD15°C (MPa)	TD15°C Corrigé (MPa)	N°	Formule	Pourcentage de vide (%)	TD15°C (MPa)	TD15°C Corrigé (MPa)
1	$ER_{160,240}^{45}$	5,76	12692	13532	7	$ER_{110,240}^{45}$	5,4	13079	13559
	$ER_{160,240}^{45}$	5,45	12736	13266		$ER_{110,240}^{45}$	5,3	12421	12801
2	$ER_{160,40}^{45}$	4,41	12882	12372	8	$ER_{135,240}^{20}$	4,69	14620	14390
	$ER_{160,40}^{45}$	4,29	12951	12321		$ER_{135,240}^{20}$	4,36	14467	13907
3	$ER_{110,140}^{70}$	5,13	10294	10504	9	$ER_{135,40}^{20}$	5,68	13564	14324
	$ER_{110,140}^{70}$	4,63	9755	9465		$ER_{135,40}^{20}$	5,53	13310	13920
4	$ER_{110,140}^{20}$	5,44	13233	13753	10	$ER_{135,40}^{70}$	5,57	9782	10432
	$ER_{110,140}^{20}$	5,31	13833	14223		$ER_{135,40}^{70}$	5,1	10435	10615
5	$ER_{135,140}^{45}$	3,97	13434	12484	11	$ER_{135,240}^{70}$	4,4	11921	11401
	$ER_{135,140}^{45}$	4,08	14065	13225		$ER_{135,240}^{70}$	4,55	11623	11253
6	$ER_{110,40}^{45}$	6,3	8808	10188	12	$ER_{160,140}^{20}$	3,9	15022	14002
	$ER_{110,40}^{45}$	6,5	8651	10231		$ER_{160,140}^{20}$	4,31	15635	15025
					13	$ER_{160,140}^{70}$	3,74	11539	10359
						$ER_{160,140}^{70}$	4,07	12122	11272

**Résistance à la fatigue : (3 x 4 éprouvettes par point expérimental)**

N°	Formule	Pourcentage de vide (%)	Résistance à la fatigue ( $\epsilon_6$ )	Incertitude ( $\epsilon_6$ )	Résistance à la fatigue corrigée ( $\epsilon_6$ )
1	$ER_{160,240}^{45}$	3,79	121	3,8	117
2	$ER_{160,40}^{45}$	3,86	106	7,6	102
3	$ER_{110,140}^{70}$	6	100	7,9	108
4	$ER_{110,140}^{20}$	5,03	107	6,7	110
5	$ER_{135,140}^{45}$	3,77	124	9,9	120
6	$ER_{110,40}^{45}$	5,88	79	8,2	86
7	$ER_{110,240}^{45}$	3,97	114	6,2	111
8	$ER_{135,240}^{20}$	4,09	112	5,7	110
9	$ER_{135,40}^{20}$	5,23	91	6,5	95
10	$ER_{135,40}^{70}$	4,68	99	9,2	100
11	$ER_{135,240}^{70}$	3,69	131	4,6	126
12	$ER_{160,140}^{20}$	5,15	106	5,5	109
13	$ER_{160,140}^{70}$	4,77	131	7,0	126

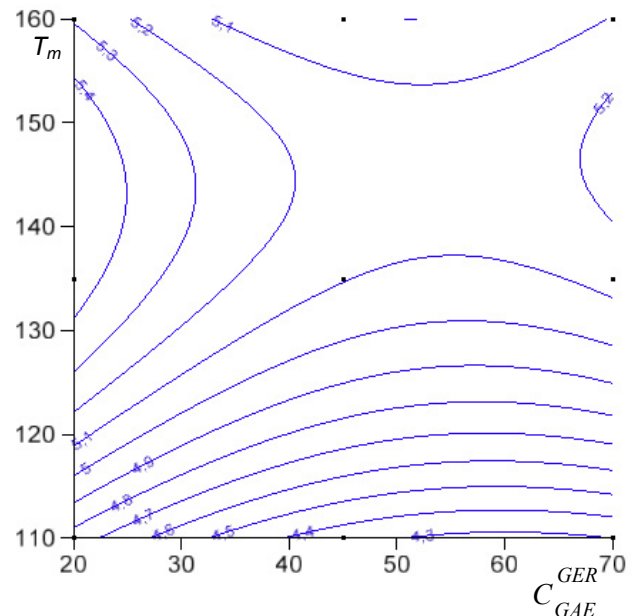
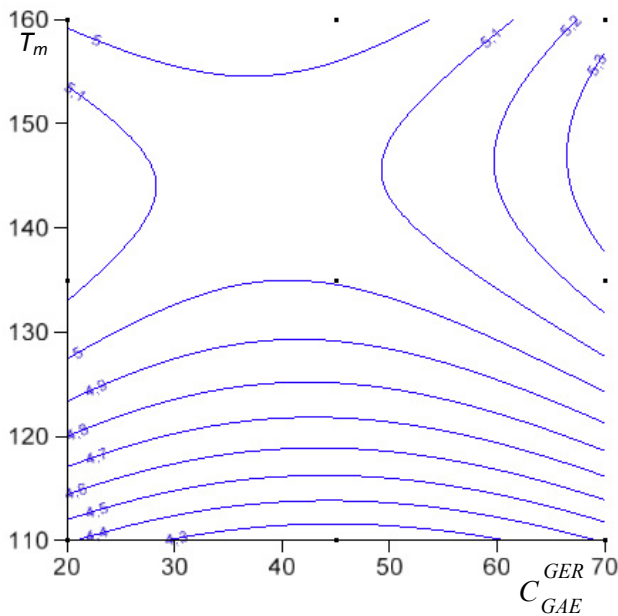
## Annexe XXXII : résultats du plan d'expériences présentés au moyen de courbe de niveau

Chacune de ces figures de cette annexe est composée de quatre graphiques dénommés A, B, C et D.

Le graphique D est une représentation tridimensionnelle de la caractéristique mécanique considérée (*Om.*, *TD15°C ou Fat.*) en fonction de la température de fabrication et du pourcentage de recyclage pour une durée de malaxage de 140 s. Cette représentation a pour but de montrer l'allure générale de la courbe pour la durée intermédiaire de malaxage (140 s) et d'indiquer graphiquement les incertitudes déterminées par la résolution du plan d'expériences au moyen du logiciel *JMP 5.1* (société *SAS*).

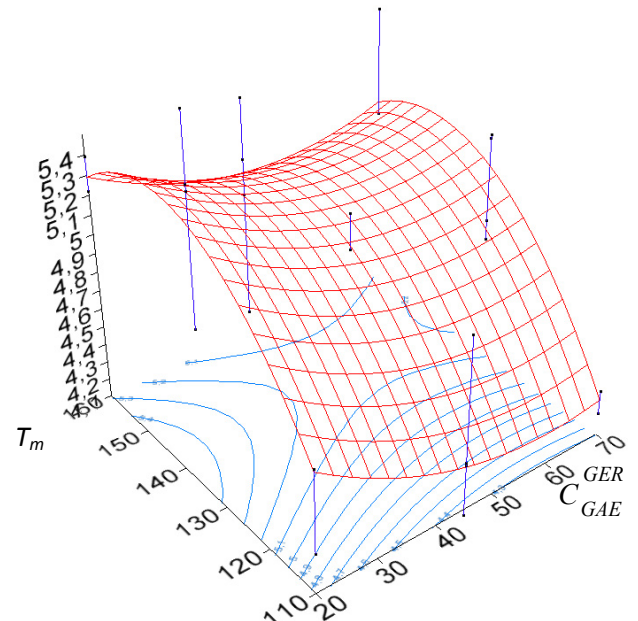
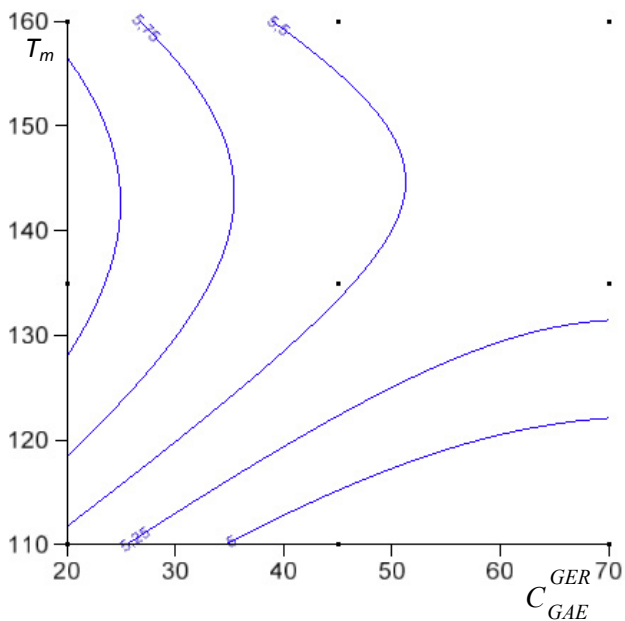
Afin de faciliter la lisibilité, les graphiques A, B et C présentent les courbes de niveau associées à la caractéristique mécanique considérée, respectivement pour des durées  $T_m$  de malaxage de 40 s, 140 s et 240 s.

**Pourcentage d'orniérage en fonction de la température de malaxage, de la durée de malaxage et du pourcentage de recyclage de l'enrobé recyclé étudié**



A - Courbes de niveau d'orniérage (%) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 40$  s

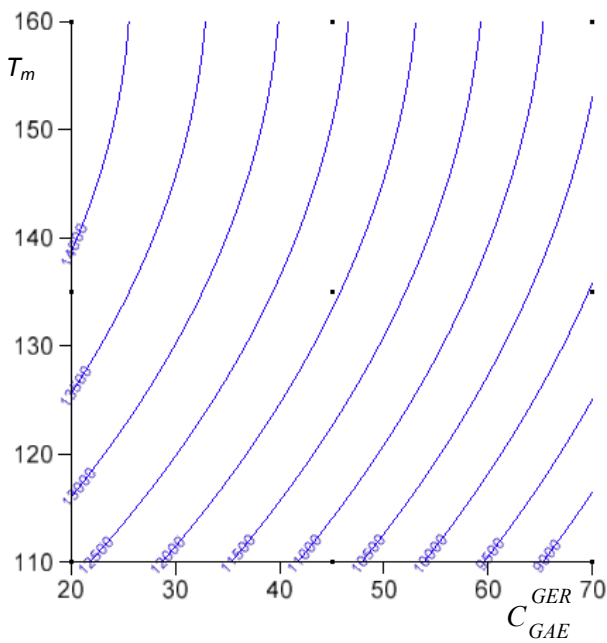
B - Courbes de niveau d'orniérage (%) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s



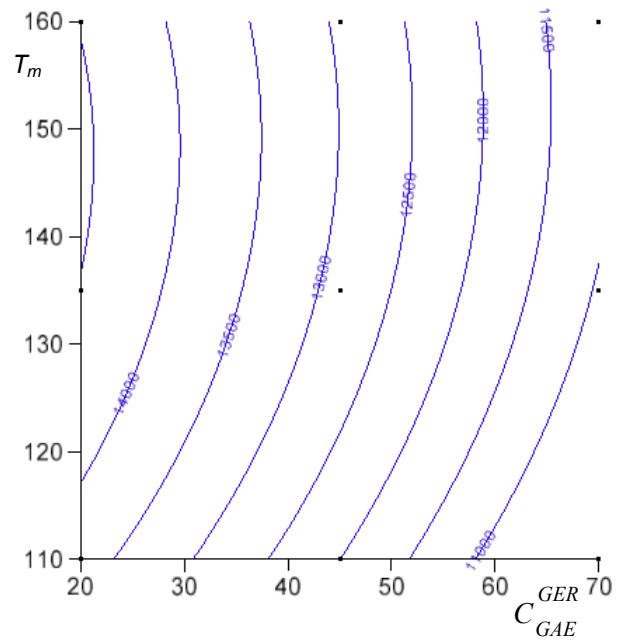
C - Courbes de niveau d'orniérage (%) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s

D - Pourcentage d'orniérage (%) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s

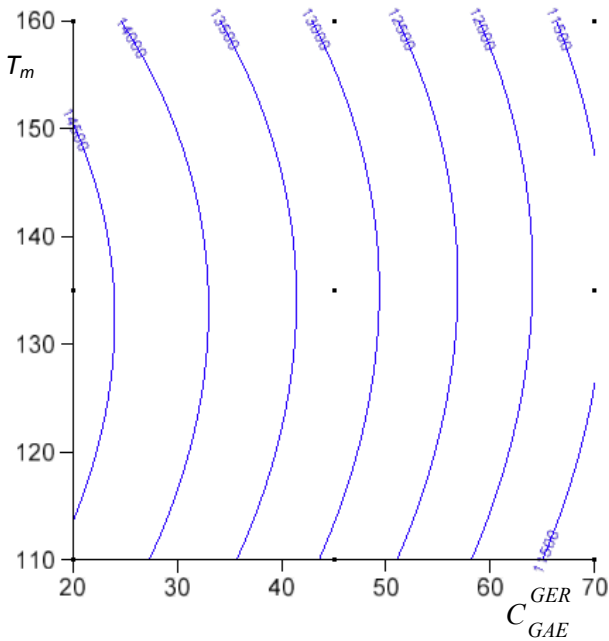
**Module de rigidité en traction directe à 15°C en fonction de la température de malaxage, de la durée de malaxage et du pourcentage de recyclage de l'enrobé recyclé étudié**



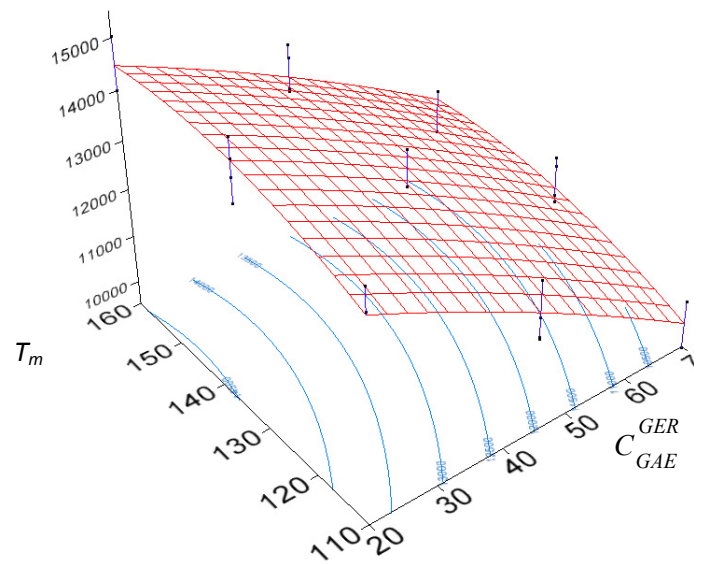
A - Courbes de niveau du module TD15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 40$  s



B - Courbes de niveau du module TD15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s



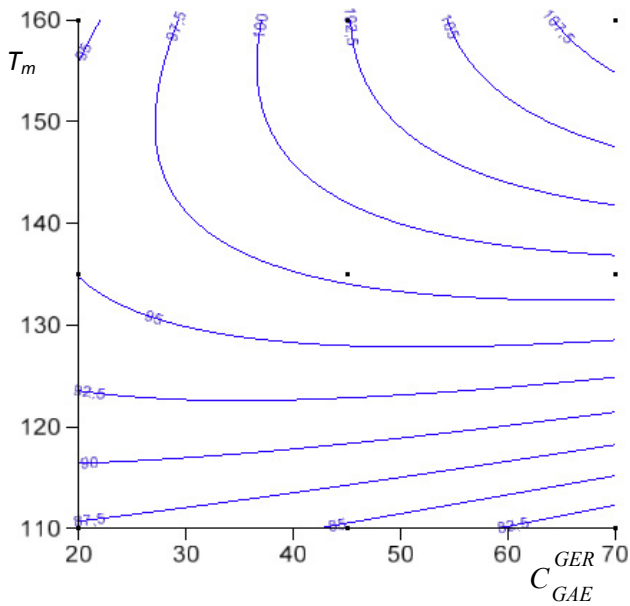
C - Courbes de niveau du module TD15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s



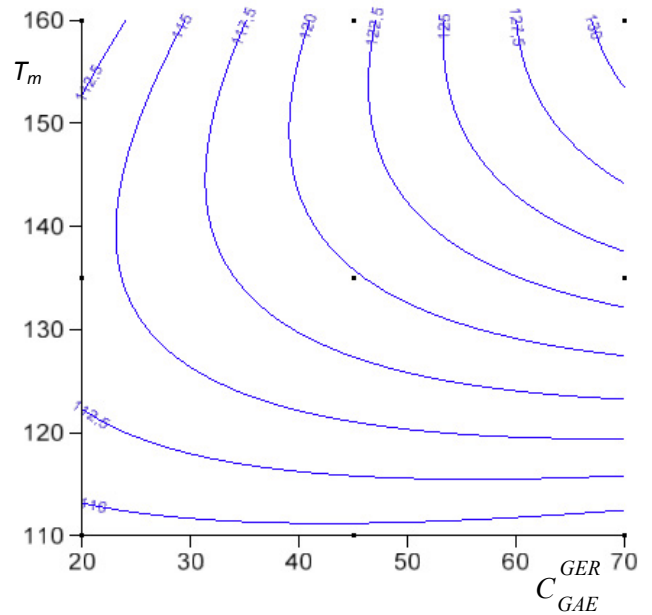
D - Module TD15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s



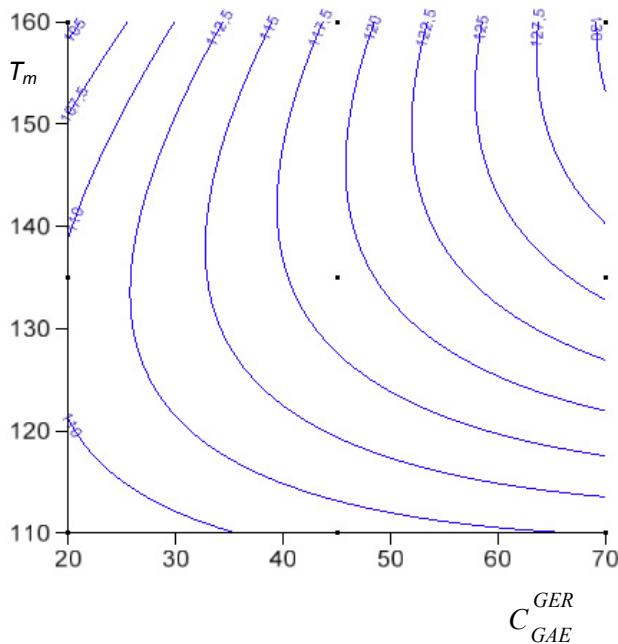
**Résistance à la fatigue en fonction de la température de malaxage, de la durée de malaxage et du pourcentage de recyclage de l'enrobé recyclé étudié**



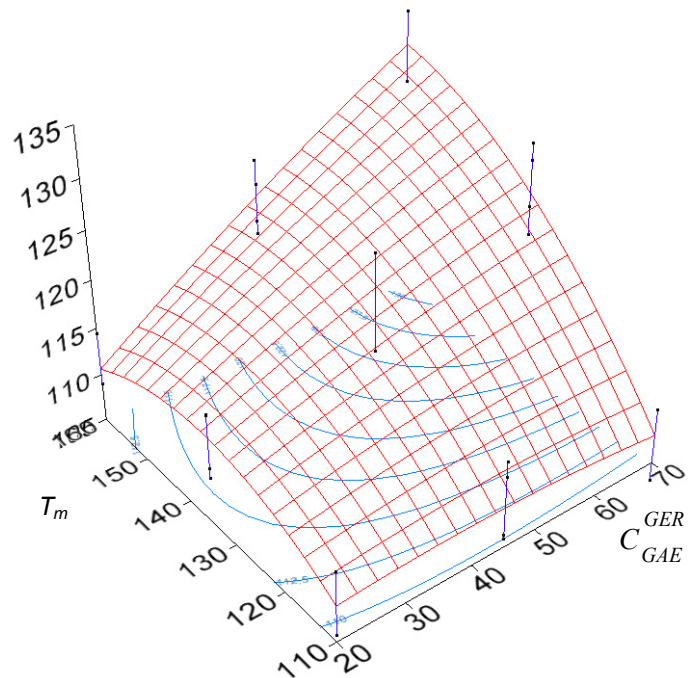
A - Courbes de niveau de la fatigue ( $\epsilon_6$ ) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage ( $^{\circ}C$ ) pour une durée de malaxage  $t_m = 40$  s



B - Courbes de niveau de la fatigue ( $\epsilon_6$ ) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage ( $^{\circ}C$ ) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s

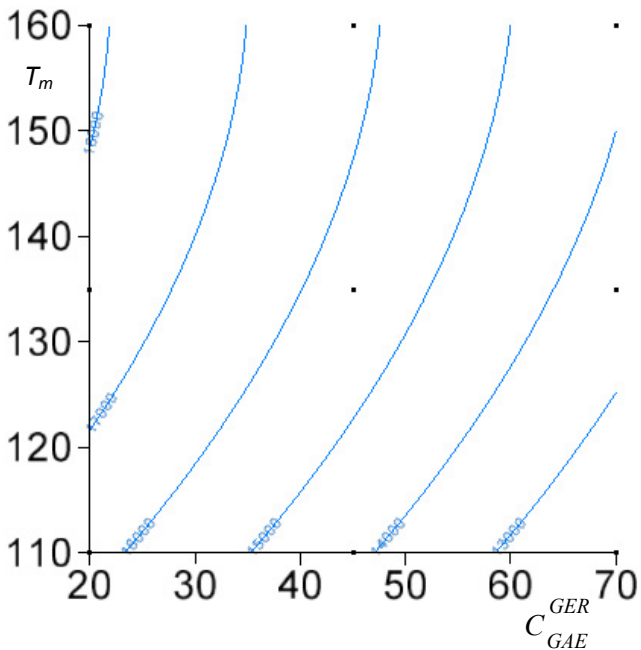


C - Courbes de niveau de la fatigue ( $\epsilon_6$ ) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage ( $^{\circ}C$ ) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s

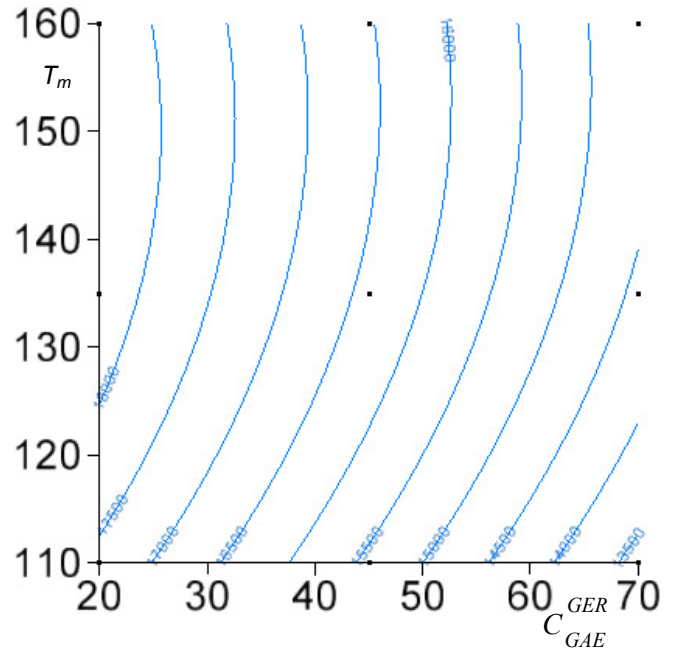


D - fatigue ( $\epsilon_6$ ) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage ( $^{\circ}C$ ) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s

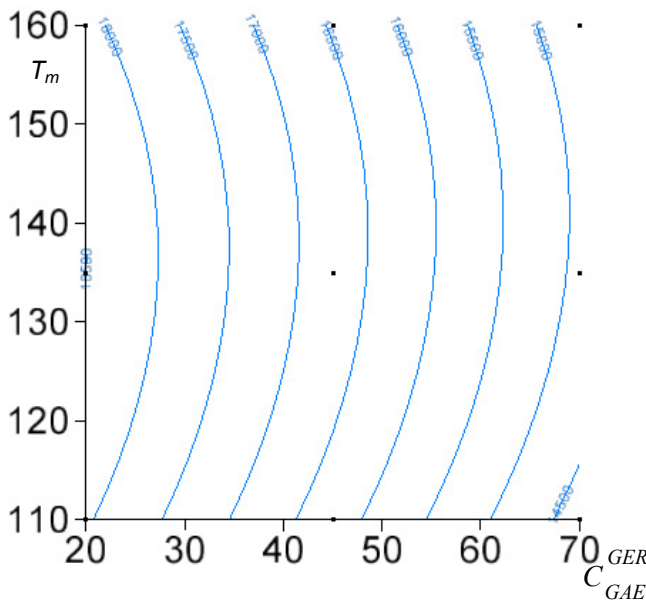
Annexe XXXIII : comparaison du module de rigidité à 10°C mesuré en traction directe et mesuré en flexion 2 points



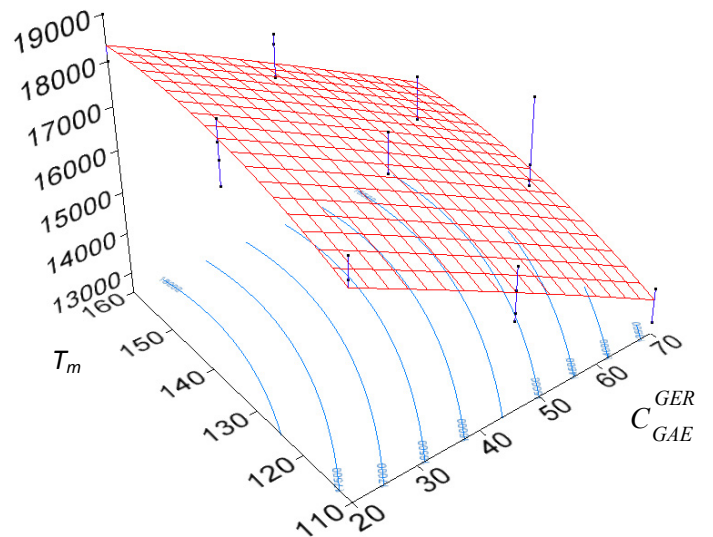
A - Courbes de niveau du module TD10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 40$  s



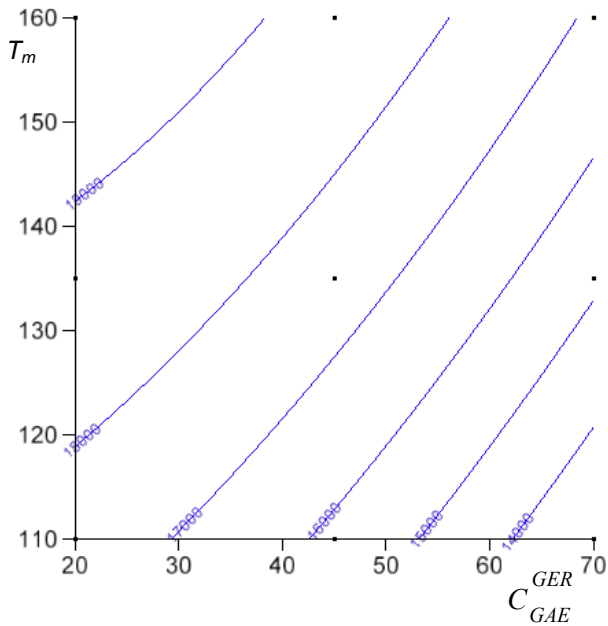
B - Courbes de niveau du module TD10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s



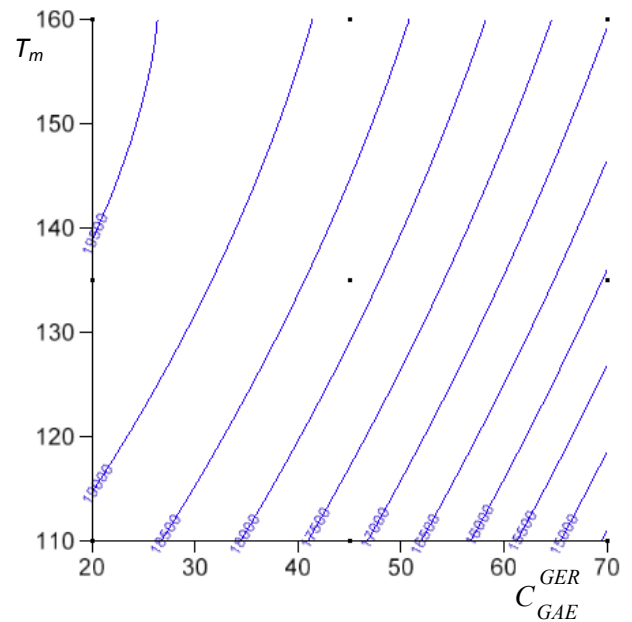
C - Courbes de niveau du module TD10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s



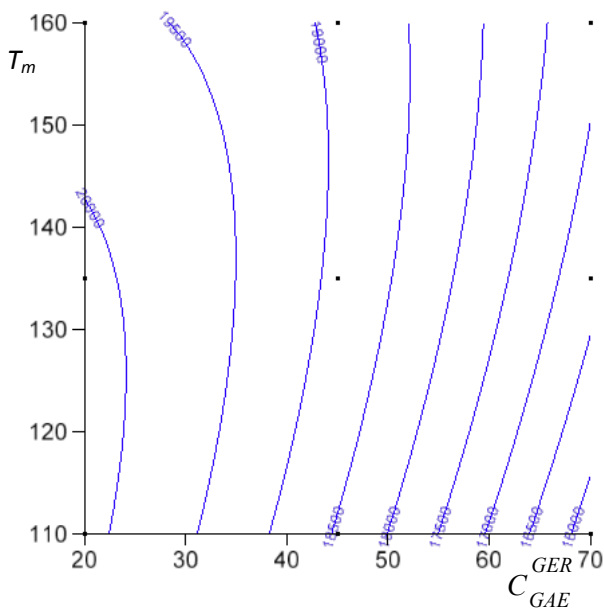
D - Module TD10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s



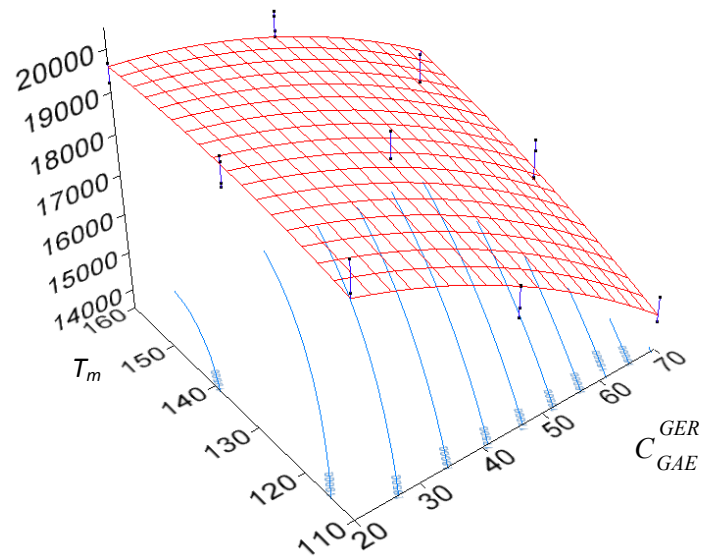
A - Courbes de niveau du module flexion 2 points à 10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 40$  s



B - Courbes de niveau du module flexion 2 points à 10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s

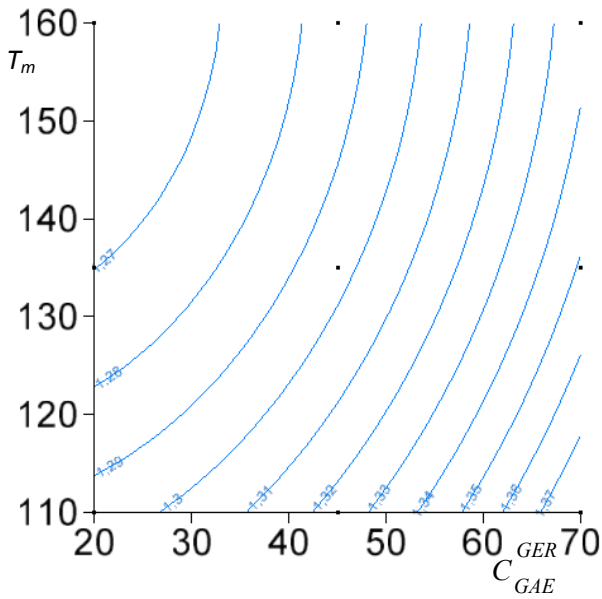


C - Courbes de niveau du module flexion 2 points à 10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s

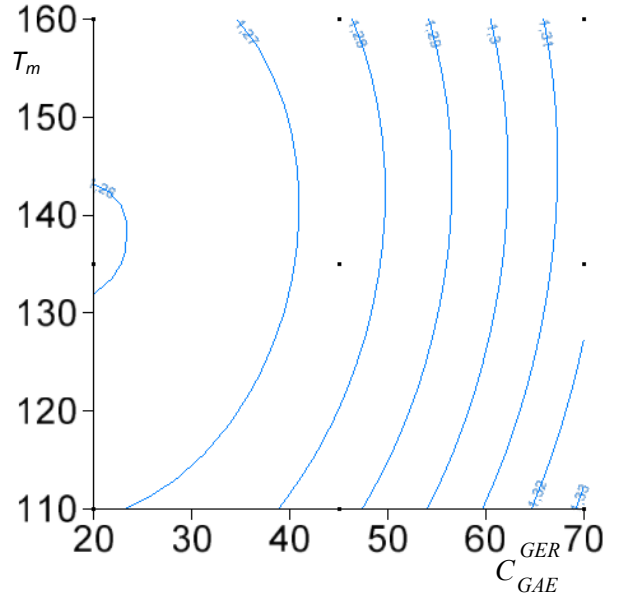


D - Module flexion 2 points à 10°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s

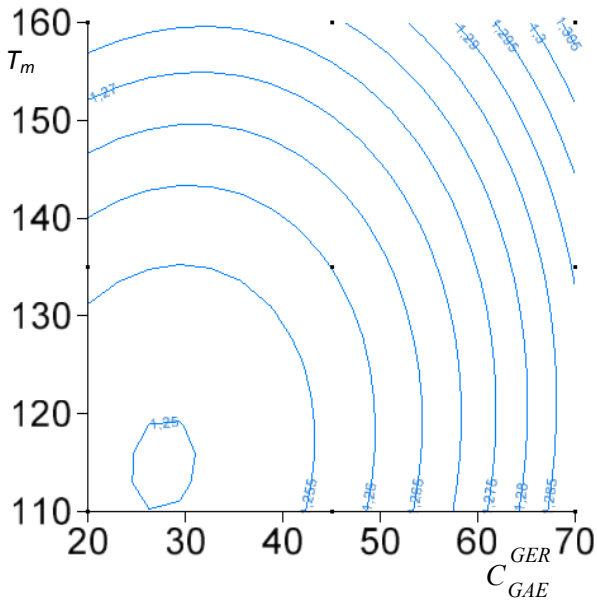
Annexe XXXIV : sensibilité à la température par comparaison des modules en traction directe à 15°C et 10°C



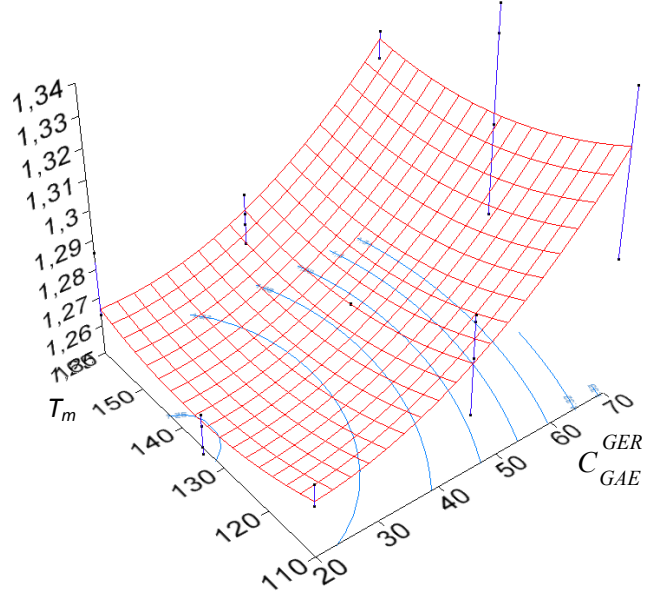
A - Courbes de niveau du rapport des modules en traction directe à 10°C et 15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 40$  s



B - Courbes de niveau du rapport des modules en traction directe à 10°C et 15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s



C - Courbes de niveau du rapport des modules en traction directe à 10°C et 15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 240$  s



D - Rapport des modules en traction directe à 10°C et 15°C (MPa) en fonction du pourcentage de recyclage  $C_{GAE}^{GER}$  (%) et de  $T_m$  la température de malaxage (°C) pour une durée de malaxage  $t_m = 140$  s

## Annexe XXXV : calcul de l'incertitude sur la composition d'un enrobé recyclé à fort taux (70% - cas le plus défavorable)

Dans cette annexe, selon le besoin, les 3 fractions des granulats d'apport et les 3 fractions des agrégats d'enrobé sont identifiés par leur diamètre minimal et maximal soit respectivement 0/4, 4/6, 6/10 et 0/2, 2/6, 6/10. Les applications numériques sont réalisées à partir des données de composition d'un enrobé recyclé à un taux de 70% et pour la fabrication d'une masse de 27 kg correspondante à la masse nécessaire à la réalisation d'une plaque d'ornièrage pour la mesure de module et de 5 kg d'enrobé recyclé nécessaire pour la mise en forme d'un échantillon de lixiviation. Il sera ici fait référence à ces données par le terme « fabrication ». Le cas de 70 % de recyclage a été choisi du fait que l'incertitude la plus importante est la conséquence de la variabilité de la composition des agrégats d'enrobé. Les masses de granulats et d'agrégats d'enrobé ont été pesées avec une précision de 3 grammes. La masse de liant d'apport a été pesée avec une précision de 5 grammes. Ces précisions sont indépendantes de la masse pesée ainsi lors de la fabrication d'une masse plus importante (80 kg - plaque de fatigue), l'incertitude relative des granulats d'apport et du liant d'apport sera proportionnelle à la masse fabriquée et ira donc en se réduisant. Les calculs réalisés ici pour définir les marges d'erreur admissibles lors de l'étude peuvent être réalisés à l'échelle des centrales de fabrication et adaptés à l'aptitude de chacune à la pesée précise les constituants.

- Incertitude élargie (95%) de la teneur en liant extérieure des fractions d'AE :  $\frac{\Delta TL_{AE^{d/D}}}{TL_{AE^{d/D}}}$

$$\frac{\Delta TL_{AE^{0/4}}}{TL_{AE^{0/4}}} = \frac{0,26}{7,74}, \quad \frac{\Delta TL_{AE^{4/6}}}{TL_{AE^{4/6}}} = \frac{0,02}{4,42}, \quad \frac{\Delta TL_{AE^{6/10}}}{TL_{AE^{6/10}}} = \frac{0,12}{3,27}$$

- Incertitude sur la masse de LAE lors de la fabrication :  $\frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}}$

$$m_{AE^{d/D}} = m_{LAE^{d/D}} \cdot \left( 1 + \frac{1}{TL_{AE^{d/D}}} \right)$$

$$\frac{\Delta m_{AE^{d/D}}}{m_{AE^{d/D}}} = 2 \cdot \frac{\Delta m_{LAE^{d/D}}}{m_{LAE^{d/D}}} + \frac{\Delta TL_{AE^{d/D}}}{TL_{AE^{d/D}}}$$

$$\frac{\Delta m_{LAE^{d/D}}}{m_{LAE^{d/D}}} = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{\Delta m_{AE^{d/D}}}{m_{AE^{d/D}}} + \frac{\Delta TL_{AE^{d/D}}}{TL_{AE^{d/D}}} \right)$$

$$\frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}} = \sum \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{\Delta m_{AE^{d/D}}}{m_{AE^{d/D}}} + \frac{\Delta TL_{AE^{d/D}}}{TL_{AE^{d/D}}} \right)$$

$$\text{A.N. : } \frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}} = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{3}{8531} + \frac{3}{3467} + \frac{3}{6858} + \frac{0,26}{7,74} + \frac{0,02}{4,42} + \frac{0,12}{3,27} \right) = 0,0382$$

$$\boxed{m_{LAE} = 976 \pm 37 \text{ g}}$$

- Incertitude de la part massique de liant d'agrégat d'enrobé dans le liant de l'enrobé recyclé

$$\text{fabriqué : } \frac{\Delta C_{LAE}^{LER}}{C_{LAE}^{LER}}$$

$$C_{LAE}^{LER} = \frac{m_{LAE}}{m_{LAE} + m_{LA}}$$

$$\frac{\Delta C_{LAE}^{LER}}{C_{LAE}^{LER}} = \frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}} + \frac{\Delta m_{LAE} + \Delta m_{LA}}{m_{LAE} + m_{LA}}$$

$$\text{A.N. : } \frac{\Delta C_{LAE}^{LER}}{C_{LAE}^{LER}} = 0,0382 + \frac{37+5}{976+481} = 0,067$$

$$\boxed{C_{LAE}^{LER} = 0,67 \pm 0,04 \text{ g / g}}$$

- Incertitude de la part massique de liant d'agrégats d'enrobé dans les agrégats d'enrobé (teneur en liant

$$\text{intérieure) : } \frac{\Delta C_{LAE}^{AE}}{C_{LAE}^{AE}}$$

$$C_{LAE}^{AE} = \frac{m_{LAE}}{m_{AE}}$$

$$\frac{\Delta C_{LAE}^{AE}}{C_{LAE}^{AE}} = \frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}} + \frac{\Delta m_{AE}}{m_{AE}}$$

$$\text{A.N. : } \frac{\Delta C_{LAE}^{AE}}{C_{LAE}^{AE}} = 0,0382 + \frac{3}{8531} + \frac{3}{3467} + \frac{3}{6858} = 0,0398544$$

$$\boxed{C_{LAE}^{AE} = 0,052 \pm 0,002 \text{ g / g}}$$

- Incertitude de la part massique de liant d'enrobé recyclé dans l'enrobé recyclé (teneur en liant

$$\text{intérieure) : } \frac{\Delta C_{LER}^{ER}}{C_{LER}^{ER}}$$

$$C_{LER}^{ER} = \frac{m_{LAE} + m_{LA}}{m_{AE} + m_{GA} + m_{LA}}$$

$$\frac{\Delta C_{LER}^{ER}}{C_{LER}^{ER}} = \frac{\Delta m_{LAE} + \Delta m_{LA}}{m_{LAE} + m_{LA}} + \frac{\Delta m_{AE} + \Delta m_{GA} + \Delta m_{LA}}{m_{AE} + m_{GA} + m_{LA}}$$

$$\text{A.N. : } \frac{\Delta C_{LER}^{ER}}{C_{LER}^{ER}} = \frac{37+5}{976+481} + \frac{3 \cdot 3 + 3 \cdot 3 + 5}{18856 + 7663 + 481} = 0,02985$$

$$C_{LER}^{ER} = 0,0540 \pm 0,002 \text{ g / g}$$

- Incertitude de la part massique de granulat de l'enrobé recyclé dans l'enrobé recyclé :  $\frac{\Delta C_{GER}^{ER}}{C_{GER}^{ER}}$

$$C_{GER}^{ER} = \frac{m_{GA} + m_{AE} - m_{LAE}}{m_{AE} + m_{GA} + m_{LA}}$$

$$\frac{\Delta C_{GER}^{ER}}{C_{GER}^{ER}} = \frac{\Delta m_{GA} + \Delta m_{AE} + \Delta m_{LAE}}{m_{GA} + m_{AE} + m_{LAE}} + \frac{\Delta m_{AE} + \Delta m_{GA} + \Delta m_{LA}}{m_{AE} + m_{GA} + m_{LA}}$$

$$\text{A.N. : } \frac{\Delta C_{GER}^{ER}}{C_{GER}^{ER}} = \frac{3 \cdot 3 + 3 \cdot 3 + 37}{7663 + 18856 + 976} + \frac{3 \cdot 3 + 3 \cdot 3 + 5}{7663 + 18856 + 481} = 0,00285$$

$$C_{GER}^{ER} = 0,946 \pm 0,003 \text{ g / g}$$

- Incertitude sur la pénétrabilité  $P_{LER}$  caractéristique du mélange de LA et de LAE :  $\frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}}$

$$m_{LER} = m_{LA} + m_{LAE}$$

$$\frac{\Delta m_{LER}}{m_{LER}} = \frac{\Delta m_{LA}}{m_{LA}} + \frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}}$$

$$m_{LA} = 481 \pm 5 \text{ g}$$

$$\text{A.N. : } \frac{\Delta m_{LER}}{m_{LER}} = \frac{5}{481} + \frac{37}{976} = 0,0483$$

$$m_{LER} = 1457 \pm 70 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{Log}(Pen_{LER}) &= \frac{m_{LAE}}{m_{LAE} + m_{LA}} \cdot \text{Log}(Pen_{LAE}) + \frac{m_{LA}}{m_{LAE} + m_{LA}} \cdot \text{Log}(Pen_{LA}) \\ \frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}} &= \frac{\left( \frac{\Delta m_{LAE}}{m_{LAE}} \cdot \text{Log}(Pen_{LAE}) + m_{LAE} \cdot \frac{\Delta Pen_{LAE}}{Pen_{LAE}} \right) \cdot m_{LER} + \frac{\Delta m_{LER}}{m_{LER}} \cdot m_{LAE} \cdot \text{Log}(Pen_{LAE})}{m_{LER}^2} + \\ &\quad \frac{\left( \frac{\Delta m_{LA}}{m_{LA}} \cdot \text{Log}(Pen_{LA}) + m_{LA} \cdot \frac{\Delta Pen_{LA}}{Pen_{LA}} \right) \cdot m_{LER} + \frac{\Delta m_{LER}}{m_{LER}} \cdot m_{LA} \cdot \text{Log}(Pen_{LA})}{m_{LER}^2} \end{aligned}$$

A.N. :

$$\boxed{Pen_{LAE} = 13,8 \pm 0,2^{1/10} \text{ mm}}$$

Donnée, selon la norme NF EN 1426 - tableau 3 :  $\frac{\Delta Pen_{LAE}}{Pen_{LAE}} = \frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}} = 0,02$  et  $\frac{\Delta Pen_{LA}}{Pen_{LA}} = 0,04$

Estimation de  $Pen_{LA}$  selon la norme :  $Pen_{LA} = 167 \pm 7^{1/10} \text{ mm}$

Ainsi, si l'on considère le cas le plus défavorable, on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}} &= \frac{\left( \frac{37}{976} \cdot \log(13,8) + 976 \cdot \frac{0,2}{13,8} \right) \cdot 1457 + \frac{70}{1457} \cdot 976 \cdot \log(13,8)}{1457^2} + \\ &\quad \frac{\left( \frac{5}{481} \cdot \log(167) + 481 \cdot \frac{7}{167} \right) \cdot 1457 + \frac{70}{1457} \cdot 481 \cdot \log(167)}{1457^2} \end{aligned}$$

$$\frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}} = \frac{20672 + 53 + 20409 + 51}{1457^2} = 0,01970008147$$

Dans le cas le plus défavorable, les incertitudes de mesures conduisent à :

$$\boxed{Pen_{LER} = 31,4 \pm 0,6^{1/10} \text{ mm}}$$

La répétabilité de la norme d'essai de pénétrabilité permet d'estimer  $Pen_{LER}$  à  $31,4 \pm 0,6^{1/10} \text{ mm}$ . Cette estimation est identique à la valeur obtenue par le calcul ( $31,4 \pm 0,6^{1/10} \text{ mm}$ ).

La fabrication des liants d'apport conduit à une incertitude de  $Pen_{LA}$  supérieure à celle estimée au moyen de la norme et telle que :



$$Pen_{LA} = 167 \pm 10^{1/10} mm$$

Cette incertitude est déterminée à partir de la mesure de la pénétrabilité caractérisant trois fabrications de liant d'apport (mélange de liant 35/50 et de liant 160/220). Cette incertitude est élargie à 95%.

Si l'on calcule l'incertitude de la pénétrabilité du liant de l'enrobé recyclé en utilisant cette nouvelle incertitude, on obtient :

$$\frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}} = \frac{\left( \frac{37}{976} \cdot \log(13,8) + 976 \cdot \frac{0,2}{13,8} \right) \cdot 1457 + \frac{70}{1457} \cdot 976 \cdot \log(13,8)}{1457^2} +$$

$$\frac{\left( \frac{5}{481} \cdot \log(167) + 481 \cdot \frac{10}{167} \right) \cdot 1457 + \frac{70}{1457} \cdot 481 \cdot \log(167)}{1457^2}$$

$$\frac{\Delta Pen_{LER}}{Pen_{LER}} = \frac{20672 + 53 + 41999 + 51}{1457^2} = 0,0205711094$$

$$Pen_{LER} = 31,4 \pm 0,9^{1/10} mm$$

La fabrication des liants d'apport influence faiblement l'incertitude sur les caractéristiques du liant de l'enrobé de recyclage.







## **CINÉTIQUE DE MÉLANGE DES ENROBÉS RECYCLÉS ET INFLUENCE SUR LES PERFORMANCES MÉCANIQUES**

**RESUME :** Les acteurs du domaine des travaux publics participent techniquement au développement durable, en diminuant les consommations de matériaux et d'énergie lors de la fabrication à chaud d'enrobés bitumineux. Le recours accru aux agrégats d'enrobé, matériaux provenant de la déconstruction des chaussées, est une solution qui permettra d'atteindre une pleine capacité de recyclage dans le secteur de la construction routière. La concomitance de l'augmentation du niveau de recyclage avec l'abaissement des températures de fabrication, avec le même objectif de réduction de la consommation énergétique, suscite une interrogation engageant la qualité des enrobés recyclés ainsi produits. Leur caractérisation qualitative passe par la validation de leurs propriétés mécaniques et une connaissance de l'état physicochimique des constituants. À cette fin, des études mécaniques et des observations microscopiques se complétant sont réalisées. La mise en parallèle de ces résultats avec un essai pratique de contrôle validera la qualité de l'enrobé recyclé produit lors d'une fabrication industrielle. La maîtrise des performances des enrobés recyclés permettra leur développement industriel dans le respect des engagements environnementaux contemporains.

**Mots clés :** développement durable, enrobés bitumineux, agrégats, recyclage, mélanges, homogénéité, performances mécaniques, observations microscopiques, enrobage, extraction progressive

## **MIXING KINETIC OF RECLAIMED ASPHALT CONCRETE AND INFLUENCE ON MECHANICALS PROPERTIES**

**ABSTRACT :** Leading actors in civil engineering engage technical researches on sustainable development in order to reduce raw material and energy consumption in hot mix asphalt production. Increasing the reuse of road demolition products (RAP - Reclaimed Asphalt Pavement) is a major way to meet full recycling capacity in road construction field. Concomitance of recycling increase and asphalt production temperature lowering cuts back on the use of virgin materials and energy. Nevertheless, these techniques involve questions about asphalt concrete so-produced. A bibliographic research indicates the need to understand how RAP and virgin added materials are blended during the mixing process. It's important to know what level of blending is reached and its influence on asphalt mix performances and durability. In order to answer this question, a microscopic observation technique has been developed, which allows the identification of head laboratory parameters (duration and temperature of the mixing) and the understanding of the way the mixing is occurring. Reclaimed asphalt concrete mechanical performances are supposed to be highly influenced by these parameters. In conjunction with the increase of the recycling rate, the outcome of duration and temperature of the mixing is estimated through usual mechanicals tests. At the same time, an experimental test measuring the mixing level in the reclaimed asphalt has been built. The results will enable a control of recycling process and an adjustment as appropriate of added materials in order to reach technical mastery and development of high rate asphalt recycling process.

**Keywords :** sustainable development, asphalt concrete, reclaimed asphalt pavement, recycling process, mixing, mechanical performances, microscopic observations, blending, progressive extraction