



HAL
open science

**Comportement et étude des graves-émulsion.
Coopération public-privé: Caractérisation des liants
bitumineux des enrobés à froid**

Frédéric Delfosse, Vincent Gaudefroy, Bernard Eckmann, Lionel Odie,
Mathieu Garbay, Franck Le Cunff

► **To cite this version:**

Frédéric Delfosse, Vincent Gaudefroy, Bernard Eckmann, Lionel Odie, Mathieu Garbay, et al.. Comportement et étude des graves-émulsion. Coopération public-privé: Caractérisation des liants bitumineux des enrobés à froid. *Revue générale des routes*, 2012, 900, pp 89-94. hal-00850642

HAL Id: hal-00850642

<https://hal.science/hal-00850642>

Submitted on 7 Aug 2013

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.

AUTEURS

Frédéric Delfosse
Chargé d'affaires
Centre de recherche
Eurovia Management

Vincent Gaudefroy
Chargé de recherches
Institut français des sciences
et technologies des transports
de l'aménagement
et des réseaux
(IFSTTAR, Nantes)

Bernard Eckmann
Ingénieur
Direction technique
Eurovia Management

Lionel Odie
Responsable
Unité route durable et économe
Laboratoire régional
de Saint-Brieuc
CETE de l'Ouest

Mathieu Garbay
Technicien
Centre de recherche
Eurovia Management

Franck Le Cunff
Chargé d'études
Unité route durable et économe
Laboratoire régional
de Saint-Brieuc
CETE de l'Ouest



Extraction du liant d'un enrobé par le procédé Kumagawa
Binder recovery from a mix by the Kumagawa process

Comportement et étude des graves-émulsion Coopération public-privé

Caractérisation des liants bitumineux des enrobés à froid

Dans le cadre d'un groupe de travail RST/USIRF sur la « Méthodologie d'étude des matériaux à l'émulsion de bitume », une réflexion a été menée sur l'évaluation des procédés d'extraction du liant des enrobés à l'émulsion.

Cet article reprend les différents résultats obtenus et identifie les paramètres relatifs aux opérations de préparation, d'extraction et de distillation les plus influents sur les caractéristiques des liants.

Les résultats sont proposés en vue d'une adaptation des méthodes d'essais utilisées (qui sont celles dédiées aux enrobés à chaud) à la spécificité des enrobés à froid : nature des constituants (exemple : présence de fluxants volatils ou non) et évolution des propriétés mécaniques (phénomènes encore mal connus relatifs à l'oxydation du liant, aux interactions bitume/émulsifiants/granulats.).

Cet article est le 6^e de la série dédiée aux travaux du groupe constitué par l'IFSTTAR, le RST et les entreprises de l'USIRF.

Introduction

Les enrobés à l'émulsion sont caractérisés par un comportement évolutif à court et moyen termes, fortement tributaire des conditions de mûrissement. L'inadéquation des essais conventionnels des enrobés à chaud et le manque d'une méthodologie de formulation adaptée comptent parmi les facteurs freinant le développement de ces produits, plus particulièrement pour les applications structurantes [1 à 5]. La réalisation de nombreux chantiers et leurs suivis dans le temps ont amélioré la connaissance théorique et fait évoluer les méthodes d'essais nécessaires pour caractériser ces mélanges complexes [8]. Néanmoins, de multiples questions demeurent.

L'étude de la cinétique de mûrissement est l'un des thèmes majeurs de ces recherches et, dans ce contexte, il est pertinent de s'intéresser à l'évolution comparée des caractéristiques du liant lors d'essais de mûrissement accéléré en laboratoire et sur chantier. Les résultats de cette étude pourront se concrétiser dans la mise au point d'un mode opératoire pour l'extraction du liant dans les enrobés à froid, qui sera non seulement nécessaire dans le cadre des études de recherche mais aussi indispensable pour les opérations de contrôle et de suivi des chantiers.

Les divers essais d'extraction et de caractérisation ont mis en évidence des problèmes spécifiques liés à la nature particulière des enrobés à froid et

notamment à la présence d'eau et de fluxant. Il est en effet important de rappeler que les émulsions utilisées pour la formulation des enrobés à froid peuvent être à base de bitume pur ou de bitume fluxé par des fluxants pétroliers (volatils) ou des fluxants d'origine végétale (non volatils).

Cet article présente :

- les méthodes de préparation et d'essais pertinentes pour extraire, puis caractériser, les liants issus des enrobés à l'émulsion ;
- les résultats d'application de ces méthodes à différents mélanges, au travers de plusieurs campagnes d'essais inter-laboratoires ;
- l'évolution des caractéristiques de liants, obtenue dans le cadre du suivi de chantier.

Les méthodes d'extraction et de distillation

Compte tenu de la spécificité et de la multiplicité des liants utilisés pour la fabrication d'émulsion d'enrobage, l'application des méthodes classiquement dédiées à l'extraction et au dosage des liants des enrobés à chaud ne peut se faire simplement. Dans ses annexes, la norme NF EN 12697-1 [6] décrit plusieurs méthodes d'extraction et de séparation de la matière minérale, pour lesquelles il convient d'identifier les limites techniques, avant d'envisager une application aux enrobés à l'émulsion.

- Annexe B, paragraphe B.1.2 : méthode par extracteur à chaud (filtre à panier métallique) Autrement appelée *Asphalt analyzer* ou *Infratest* du nom de

Recherche Enrobés à l'émulsion

l'appareil utilisé (photo 1). Cette méthode permet d'obtenir la séparation liant/granulat au travers d'une succession de lavages à l'aide de solvant à haute température. La séparation de la matière minérale est réalisée par une centrifugeuse à flux continu (annexe B, paragraphe B.2.1).

- Annexe B, paragraphe B.1.3 : méthode par extracteur Soxhlet. Autrement appelée *Kumagawa*. Cette méthode permet l'extraction du liant d'un enrobé à froid sans séchage préalable (photo 2). Le bitume contenu dans l'enrobé est extrait par dissolution à chaud dans un solvant, au cours d'une distillation sous reflux. Le solvant formant avec l'eau un mélange azéotropique, celle-ci est entraînée et retenue dans un décanteur. La masse de liant contenue dans l'enrobé est obtenue par différence entre la masse initiale de l'enrobé et la masse de granulats en tenant compte de la masse d'eau.

Du fait de la nature de l'azéotrope utilisé (généralement le toluène), de nombreux laboratoires se sont orientés vers la méthode par extraction à chaud qui permet, par un fonctionnement en circuit fermé, de minimiser l'exposition au solvant. Néanmoins, il convient de rappeler que la pratique des essais de distillation azéotropique, sous hotte aspirante, par des agents munis d'équipement de protection individuel (masque, gants, ...) s'opère sans risques. La séparation de la partie minérale se fait, en règle générale, par papier filtre (annexe B, paragraphe B.1.1).

- Annexe B, paragraphe B.1.5 : méthode par centrifugeuse à flux continu.

Cette méthode est appelée *SMM (continuous flow centrifuge)* (photo 3). La partie minérale est séparée par centrifugeuse à flux continu (annexe B, paragraphe B.2.1).

- Annexe B, paragraphe B.1.6 : méthode par dissolution à froid d'un bitume d'un mélange par agitation.

Cette méthode est appelée méthode de Rouen [7]. La partie minérale est séparée par centrifugeuse à godets (annexe B, paragraphe B.2.3) ou par centrifugeuse à flux continu (annexe B, paragraphe B.2.1).

A l'exclusion de la méthode exploitant la distillation azéotropique, toutes les autres méthodes nécessitent un séchage préalable de l'enrobé à l'émulsion afin d'éliminer l'eau et permettre ainsi le dosage en liant. Cette étape de séchage, peu contraignante pour les enrobés à chaud (sous réserve de ne pas faire sécher l'enrobé à une trop haute température ou pendant un temps trop long), entraînera dans le cas des enrobés à l'émulsion, selon les formules, une évaporation d'une partie du fluxant volatil. Les conditions de séchage (température de l'essai, temps de séchage) sont donc susceptibles de générer des modifications des propriétés du liant au jeune âge et de fausser les conclusions.



Photo 3
Dispositif d'extraction type SMM
SMM - binder recovery equipment



Photo 1
Dispositif d'extraction type Infracast
Infracast - binder recovery equipment



Photo 2
Dispositif d'extraction type Kumagawa
Kumagawa - binder recovery equipment

Après l'extraction du liant de l'enrobé, il convient de récupérer le liant, en solution dans le solvant d'extraction, pour entamer sa caractérisation. Pour cette étape, comme pour la précédente, c'est une norme dédiée aux enrobés à chaud qui est pratiquée : NF EN 12697-3 [9] (photo 4) avec des limites techniques qu'il convient également d'identifier, notamment quand le liant bitumineux contient des fluxants potentiellement extractibles du mélange en même temps que le solvant.



Photo 4
Dispositif de distillation par évaporateur rotatif
Rotary evaporator - binder recovery equipment

La figure 1 présente le processus de distillation synthétisé dans le cas où le solvant est du perchloroéthylène (solvant le plus couramment utilisé par les laboratoires). Le tableau 1 rappelle les caractéristiques de pression et de température à fixer avec les différents solvants utilisés dans l'étude.

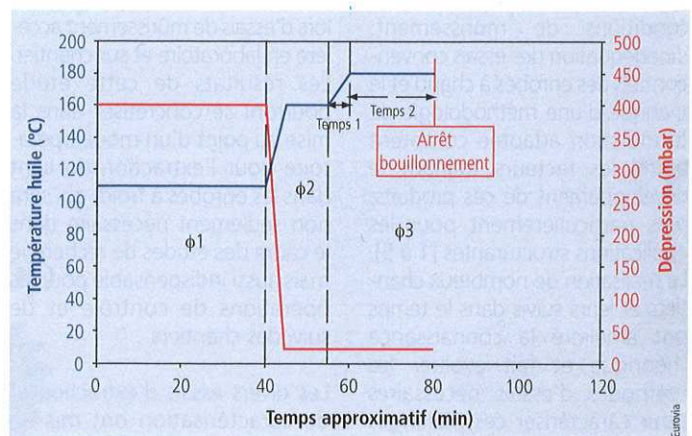


Figure 1
Procédure de distillation pour le perchloroéthylène
Distillation conditions with perchloroethylene

Température/Pression		T1, P1	T2, P2	T3 (P2 fixe)
Solvant	Perchloroéthylène	110 ± 5 °C, 400 ± 50 mbar	160 ± 5 °C, 20 ± 5 mbar	180 ± 5 °C
	Dichlorométhane	45 ± 5 °C, 850 ± 50 mbar	150 ± 5 °C, 13 ± 5 mbar	175 ± 5 °C
	Toluène	110 ± 5 °C, 400 ± 50 mbar	160 ± 5 °C, 20 ± 5 mbar	185 ± 5 °C

Tableau 1
Paramètres de température et de pression à appliquer pour la procédure de distillation (NF EN 12697-3) en fonction du solvant
Distillation conditions (NF EN 12697-3) according to the solvent nature: temperature, pressure

Durant cette étude, pour s'assurer de la distillation complète du solvant, des essais de spectrométrie infrarouge sont réalisés par certains laboratoires. Pour éviter toute étape de réchauffage du liant, les échantillons pour les essais de pénétrabilité [10] et de température bille et anneau (TBA) [11] sont coulés directement depuis le ballon évaporateur.

Les résultats des essais croisés

Par rapport aux limites techniques des méthodes d'essais dédiées aux enrobés à chaud précédemment évoquées, plusieurs séries d'essais croisés ont été réalisées en faisant varier les paramètres jugés importants des étapes de séchage/extraction (NF EN 12697-1) et de distillation (NF EN 12697-3) :

- conditions de séchage (température/durée),
- nature des enrobés : à froid (avec ou sans fluxant) ou à chaud (grave-bitume),
- nature des fluxants,
- conditions de distillation (nature du solvant).

Essais croisés sur GE à base d'émulsion de bitume fluxé (3 % dans le bitume)

Quatre laboratoires ont participé à des essais croisés à partir d'une seule et même fabrication issue du laboratoire 4. L'émulsion utilisée pour la GE contient un bitume 70/100 fluxé. Le fluxant est d'origine pétrolière volatil à une concentration de 3 % dans le bitume.

La procédure d'extraction retenue, la nature du solvant de chaque laboratoire et les résultats sont donnés dans le tableau 2. Les conditions de séchage et de distillation avaient été laissées libres aux différents laboratoires. La procédure de distillation suit les consignes de la norme NF EN 12697-3.

Laboratoire	Laboratoire 1	Laboratoire 2	Laboratoire 4	Laboratoire 3	Ecart max
Méthode NF EN 12697-1 (Annexe B)	paragraphe B.1.2 « Infratest »				paragraphe B1.5 « SMM »
Solvant	Perchloroéthylène				
Procédure de séchage	30 min. à 50 °C + 24 h température ambiante	48 h à température ambiante	24 h à température ambiante	24 h à température ambiante	
Analyse du liant					
Pénétrabilité (NF EN 1426)	76 1/10 mm	83 1/10 mm	66 1/10 mm	105 1/10 mm	49 1/10 mm
TBA (NF EN 1427)	47,4 °C	48,7 °C	49,2 °C	44,6 °C	4,6 °C

La température ambiante considérée dans la salle des essais est de 18 °C à 25 °C

Tableau 2
Analyse des liants après extraction de la GE fabriquée par le laboratoire 4
Analysis of the recovered binder from a grave-emulsion manufactured by the lab 4

Ces premiers essais ont été réalisés selon des procédures proches des habitudes des laboratoires. Des écarts importants entre les entreprises sont observés.

A ce stade, il est essentiel de prendre en compte la reproductibilité des essais de pénétrabilité et de TBA. Lors des essais croisés BNP (Bureau national du pétrole) en 2010, la reproductibilité de l'essai de pénétrabilité en semi-automatique (sur un 70/100) à 25 °C était de 12 1/10 de mm et la reproductibilité de l'essai de TBA était de 1,5 °C.

Suite à ces résultats, des essais identiques complémentaires ont été organisés, avec 5 laboratoires, sur la même formule à partir d'une fabrication réalisée au laboratoire 5 et en imposant, aux cinq laboratoires, de respecter rigoureusement la procédure de distillation NF EN 12697-3. La procédure d'extraction retenue, la nature du solvant de chaque laboratoire et les résultats sont donnés dans le tableau 3.

- Les deux procédures de séchage adoptées par les laboratoires 1 et 2 n'ont pas conduit à des différences significatives.
- L'utilisation du dichlorométhane (laboratoire 5), en revanche, conduit à un liant très significativement plus mou.

Ces deux séries de résultats (tableaux 2 et 3) suggèrent donc que, dans le cas d'utilisation d'émulsions de bitume fluxé, la nature du solvant utilisé est susceptible d'avoir un impact important sur les caractéristiques (pénétrabilité/TBA) du liant extrait. Dans le cas des procédures adoptées, cet impact est prépondérant sur celui éventuellement attribuable au procédé (Infratest ou SMM) ou à la procédure de séchage.

Laboratoire	Laboratoire 1	Laboratoire 5	Laboratoire 4	Laboratoire 3	Laboratoire 2	Ecart max (Perchloroéthylène)
Méthode NF EN 12697-1 (Annexe B)	paragraphe B.1.2 « Infratest »				paragraphe B1.5 « SMM »	paragraphe B.1.2 « Infratest »
Solvant	Perchloroéthylène	Dichlorométhane	Perchloroéthylène			
Analyse du liant						
Pénétrabilité (NF EN 1426)	65 1/10 mm	140 1/10 mm	85 1/10 mm	91 1/10 mm	66 1/10 mm	26 1/10 mm
TBA (NF EN 1427)	48,6 °C	39,9 °C	46,4 °C	45,6 °C	49 °C	3,4 °C
Procédure de séchage	30 min. à 50 °C + 24 h ambiante				48 h à T° ambiante	

Tableau 3
Analyse des liants après extraction de la GE fabriquée par le laboratoire 5
Analysis of the recovered binder from a grave-emulsion manufactured by the lab 5

On peut alors relever que :

- Les écarts, bien que significatifs pour la pénétrabilité, restent proches des écarts de reproductibilité dans le cas des résultats obtenus sur les liants extraits avec l'appareillage Infratest.
- A procédure de séchage identique, le liant résiduel obtenu après l'extraction avec l'appareillage SMM (solvant froid) est significativement plus mou que celui obtenu avec l'appareillage Infratest (solvant chaud).

L'examen des résultats obtenus met à nouveau en évidence des différences significatives que l'on peut commenter comme suit :

- A procédure de séchage et solvant identiques, les écarts observés entre les procédés SMM (laboratoire 3) et le procédé Infratest (laboratoires 1 et 4) se réduisent.
- Les résultats des laboratoires 3 et 4 ne sont plus significativement différents, mais s'écartent de ceux obtenus par le laboratoire 1.

Essais d'extraction sur une grave-bitume fabriquée au laboratoire 3

Suite à ces premiers résultats, des essais d'extraction sur une grave-bitume ont été réalisés par les mêmes laboratoires pour s'affranchir des contraintes de séchage liées à la présence d'eau et de fluxant.

La procédure d'extraction retenue, la nature du solvant et les résultats de chaque laboratoire sont présentés dans le tableau 4.

Recherche Enrobés à l'émulsion

Laboratoire	Laboratoire 1	Laboratoire 2	Laboratoire 3	Laboratoire 4	Laboratoire 5	Ecart max (perchloroéthylène)
Méthode NF EN 12697-1 (Annexe B)	paragraphe B.1.2 « <i>Infratest</i> »		paragraphe B.1.5 «SMM»	paragraphe B.1.2 « <i>Infratest</i> »		
Solvant	Perchloroéthylène				Dichlorométhane	
Analyse du liant après extraction						
Pénétrabilité (NF EN 1426)	57 $\frac{1}{10}$ mm	55 $\frac{1}{10}$ mm	64 $\frac{1}{10}$ mm	51 $\frac{1}{10}$ mm	66 $\frac{1}{10}$ mm	13 $\frac{1}{10}$ mm
TBA (NF EN 1427)	48,4 °C	50,2 °C	48,4 °C	50,2 °C	49 °C	0,8 °C

Tableau 4

Analyse des liants après extraction sur une grave-bitume
Analysis of the recovered binder from a grave-bitumen

Les résultats obtenus entre les différents laboratoires sont proches et en phase avec la reproductibilité des essais, ce qui semble bien conforter les hypothèses relatives à l'incidence de la nature du solvant en présence de fluxant.

Essais croisés sur GE à base d'émulsion de bitume pur (70/100)

Des essais complémentaires en respectant plus strictement les procédures de prélèvement (sachets fermés), de conservation (ouverture des sachets juste avant utilisation), de séchage (30 min. à 50 °C puis 24 h à température ambiante) et d'extraction ont été réalisés sur une GE (fabrication laboratoire 2).

Six laboratoires ont participé à ces essais. La procédure d'extraction retenue, la nature du solvant de chaque laboratoire et les résultats sont présentés dans le tableau 5.

Les écarts entre laboratoires, bien que plus importants que dans le cas des essais sur la grave-bitume, sont plutôt inférieurs à ceux observés dans le cas de la grave-émulsion fluxée (tableaux 2 et 3). Il est cependant difficile de se prononcer quant à une influence éventuelle de la nature du solvant (laboratoire 5) ou du procédé (laboratoires 3 et 6).

Essais croisés sur GE à base d'émulsion de bitume fluxé (3 % dans le bitume)

Afin d'évaluer l'incidence des conditions de séchage sur l'analyse du liant extrait, des essais complémentaires ont été réalisés avec le procédé *Kumagawa* (l'enrobé n'est pas séché avant l'extraction) et le procédé *Infratest* (séchage pendant 30 min. à 50 °C puis 24 h à température ambiante). Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 6.

Les analyses du liant extrait selon la procédure *Kumagawa* donnent des résultats très similaires entre les laboratoires (proches de la reproductibilité liée aux essais d'analyse du liant). L'analyse du liant après le procédé d'extraction avec l'*Infratest* par le laboratoire 1 présente des caractéristiques équivalentes à celles du liant extrait par le procédé *Kumagawa* du même laboratoire. Le procédé *Kumagawa* permet également de retrouver la teneur en liant théorique de l'enrobé.

En revanche, la procédure de séchage suivie (pour éviter le départ de fluxant), ne permet pas d'éliminer la totalité de l'eau avant de procéder à l'extraction avec l'*Infratest* et un excès de liant est mesuré (4,8 pour 4 ppc).

Pour les procédés d'extraction nécessitant une étape de séchage et dans le cas d'enrobés à base d'émulsion de bitume fluxé, il semble difficile, à ce jour, de définir une procédure pour récupérer l'intégralité du liant sans affecter les propriétés du liant extrait et pour assurer un contrôle de la teneur en liant (bitume + fluxant) rigoureux.

Impact du solvant

Suite à ces différents essais, une réflexion complémentaire s'est portée sur l'influence de la nature du solvant vis-à-vis de la nature du fluxant et des risques potentiels d'extraction d'une fraction du fluxant lors de la distillation du liant.

Quatre liants ont été étudiés :

- Liant 1 : 70/100,
- Liant 2 : 97 % 70/100 + 3 % fluxant pétrolier 1,
- Liant 3 : 97 % 70/100 + 3 % fluxant pétrolier 2 (fluxant utilisé pour les essais entre les laboratoires),
- Liant 4 : 97 % 70/100 + 3 % fluxant végétal.

Ces quatre liants ont été caractérisés, dans un premier temps, par les essais de pénétrabilité et de TBA avant d'être dissous soit dans du toluène, soit dans du perchloroéthylène, soit dans du dichlorométhane, avant de subir la procédure de distillation (NF EN 12697-3). Les résultats sont présentés dans le tableau 7.

Laboratoire	Laboratoire 1	Laboratoire 1	Laboratoire 2	Laboratoire 4
Méthode NF EN 12697-1 (Annexe B)	Paragraphe B.1.2 « <i>Infratest</i> »	Paragraphe B.1.3 « <i>Kumagawa</i> »		
Solvant	Perchloroéthylène	Toluène		
Pénétrabilité (NF EN 1426)	83 $\frac{1}{10}$ mm	89 $\frac{1}{10}$ mm	86 $\frac{1}{10}$ mm	72 $\frac{1}{10}$ mm
TBA (NF EN 1427)	45,8 °C	45,2 °C	47,4 °C	47,6 °C

Tableau 6

Analyse des liants après extraction d'une GE à base de bitume fluxé
Analysis of the recovered binder from a grave-emulsion (with a flux bitumen)

Laboratoire	Laboratoire 1	Laboratoire 2	Laboratoire 3	Laboratoire 4	Laboratoire 6	Laboratoire 5	Ecart max (Perchloroéthylène)
Méthode NF EN 12697-1 (Annexe B)	paragraphe B.1.2 « <i>Infratest</i> »		paragraphe B.1.6 «Méthode de Rouen»	paragraphe B.1.2 « <i>Infratest</i> »	paragraphe B.1.6 «Méthode de Rouen»	paragraphe B.1.2 « <i>Infratest</i> »	
Solvant	Perchloroéthylène				Dichlorométhane		
Analyse du liant							
Pénétrabilité (NF EN 1426)	63 $\frac{1}{10}$ mm	57 $\frac{1}{10}$ mm	64 $\frac{1}{10}$ mm	59 $\frac{1}{10}$ mm	75 $\frac{1}{10}$ mm	79 $\frac{1}{10}$ mm	16 $\frac{1}{10}$ mm
TBA (NF EN 1427)	48,2 °C	51,6 °C	48,4 °C	49 °C	46,4 °C	48 °C	5,2 °C

Tableau 5

Analyse des liants après extraction d'une GE (sans fluxant)
Analysis of the recovered binder from a grave-emulsion (without flux)

	Liant 1		Liant 2		Liant 3		Liant 4	
	pénétrabilité à 25 °C (NF EN 1426)	TBA (NF EN 1427)	pénétrabilité à 25 °C (NF EN 1426)	TBA (NF EN 1427)	pénétrabilité à 25 °C (NF EN 1426)	TBA (NF EN 1427)	pénétrabilité à 25 °C (NF EN 1426)	TBA (NF EN 1427)
liant initial	79 1/10 mm	45,4 °C	185 1/10 mm	38,8 °C	215 1/10 mm	37,8 °C	229 1/10 mm	37,6 °C
après extraction toluène	78 1/10 mm	45,4 °C	153 1/10 mm	41,0 °C	168 1/10 mm	40,4 °C	209 1/10 mm	37,4 °C
après extraction perchloroéthylène	82 1/10 mm	44,6 °C	174 1/10 mm	39,4 °C	206 1/10 mm	38,0 °C	222 1/10 mm	42,4 °C
après extraction dichlorométhane	81 1/10 mm	47,6 °C	167 1/10 mm	40,2 °C	159 1/10 mm	40,4 °C	194 1/10 mm	39,0 °C

Tableau 7
Impact de la nature du solvant en fonction de la nature du fluxant
Impact of the solvent nature according to the flux nature

L'analyse de ces résultats amène les commentaires suivants :

- Sans fluxant, les liants obtenus après distillation ont des caractéristiques équivalentes à celles du liant initial.

- Le toluène et le dichlorométhane présentent une solubilité a priori plus importante avec les fluxants pétroliers (volatils) étudiés, entraînant des différences plus ou moins marquées selon la nature du solvant. Les résultats obtenus avec le perchloroéthylène sont proches de ceux obtenus avant extraction.

Ces résultats n'expliquent pas ceux précédemment décrits, obtenus par le laboratoire 5 (ramollissement du liant !).

Compte tenu du nombre d'essais réalisés avec le dichlorométhane (un seul laboratoire a utilisé ce solvant) et le nombre important de paramètres pouvant impacter les propriétés d'un liant extrait d'un enrobé (prélèvement, conditions de séchage, ...), il est difficile de conclure catégoriquement sur l'impact de ce solvant.

- Sur le liant à base de fluxant végétal (fluxant non volatil), les résultats obtenus, quel que soit le solvant, sont proches du liant initial.

Evolution des caractéristiques de liants en suivi de chantier

Un suivi de l'évolution des liants a été réalisé dans le cadre du chantier en grave-émulsion de la RD44 (Goven) réalisé en partenariat entre le conseil général d'Ille-et-Vilaine, l'IFSTTAR (opération OPTIMIRR) et l'USIRF.

Ce suivi a mis en parallèle la consistance du liant stabilisé de l'émulsion et celle des liants extraits de l'enrobé à diverses échéances. Les résultats, présentés dans le tableau 8, traduisent, au travers de la caractéristique la plus répétable (température de ramollissement bille anneau), la capacité de l'essai de stabilisation (NF EN 14895 [13]) à évacuer la

totalité du fluxant volatil contenu dans le liant mis en émulsion.

Toujours sur la base de la température de ramollissement bille-anneau, le liant extrait du mélange le jour du chantier présente une consistance proche de celle du liant stabilisé. Un an après la mise en œuvre de la GE, la consistance du liant a évolué de façon significative traduisant ainsi l'existence de phénomènes complexes encore mal connus relatifs à l'oxydation du liant, aux interactions bitume/émulsifiants/granulats.

Ces résultats mettent en évidence l'intérêt de la mise en place d'un essai de laboratoire de mûrissement sur les éprouvettes afin de simuler les interactions bitume/émulsifiants/granulats corrélé avec des essais d'analyses sur le liant après extraction. Ce sujet a été étudié dans le cadre du groupe de travail et fera l'objet d'un article dans un numéro de la RGRA à venir.

Conclusion

Les essais réalisés durant ce programme de travail ont mis en évidence la difficulté de transposer, pour la caractérisation des liants extraits des enrobés à l'émulsion, les méthodes développées initialement pour les enrobés à chaud. Cette transposition est d'autant plus complexe que l'émulsion est composée d'un bitume fluxé (volatil).

La méthode d'extraction classiquement pratiquée en France pour déterminer la teneur en liant à l'émulsion (NF EN 12697-1 annexe B, paragraphe B.1.2 (*Infratest*)) nécessite une opération préalable de séchage de façon à quantifier la teneur en eau du mélange. En dépit de cette opération, qu'il conviendrait d'harmoniser au travers d'une norme (30 min. à 50 °C + 24 h à température ambiante), les essais pratiqués sur une GE (dont le bitume est légèrement fluxé) ont montré des résultats

Laboratoire	Caractéristiques	Références	Bitume 70/100 de départ	Liant issu de l'émulsion		méthode d'extraction (solvant)	Liant issu de la GE			
				liant récupéré (24h / ambiante + 24h / 50 °C - NF EN 13074)*	liant stabilisé (24h / amb. + 24h / 50 °C + 24h / 85 °C - NF EN 14895)		juil. 2008 (chantier)	oct. 2009	mai 2010	nov. 2010
6	pénétrabilité (1/10 mm)	NF EN 1426	82	141	79	NF EN 12697-1 ann. B.1.6 (perchlo.)	71	39	40	33
	point de ramollissement (°C)	NF EN 1427	44,6	39,6	44,6		46,8	52,4	53,8	55,8
	point de fragilité FRAASS (°C)	NF EN 12593	-	-13	-9		-9	-7	-7	-9
7	pénétrabilité (1/10 mm)	NF EN 1426	-	138	-	NF EN 12697-1 ann. B.1.5 (perchlo.)	57	-	-	-
	point de ramollissement (°C)	NF EN 1427	-	40,8	-		48,4	-	-	-
	point de fragilité FRAASS (°C)	NF EN 12593	-	-12	-		-6,5	-	-	-
3	pénétrabilité (1/10 mm)	NF EN 1426	82	188	92	-	-	-	-	-
	point de ramollissement (°C)	NF EN 1427	47,8	42,2	44,8		-	-	-	-
	point de fragilité FRAASS (°C)	NF EN 12593	-	-	-9		-	-	-	-
1	pénétrabilité (1/10 mm)	NF EN 1426	93	144	123	-	-	-	-	-
	point de ramollissement (°C)	NF EN 1427	46,0	41,0	42,2		-	-	-	-
	point de fragilité FRAASS (°C)	NF EN 12593	-	-	-		-	-	-	-
8	pénétrabilité (1/10 mm)	NF EN 1426	-	-	-	NF EN 12697-1 ann. B.1.5 (perchlo.)	75	-	-	-
	point de ramollissement (°C)	NF EN 1427	-	-	-		48,6	-	-	-
	point de fragilité FRAASS (°C)	NF EN 12593	-	-	-		-	-	-	-
	teneur en asphaltènes (%)	NFT 60 115	-	-	-	14	-	-	-	

* les normes NF EN 13074 et NF EN 14895 sont remplacées depuis avril 2011 par les normes NF EN 13074-1 et NF EN 13074-2 [12, 13]

Tableau 8
Caractéristiques des liants issus du chantier de GE de la RD44 (Goven/CG35)
Analysis of the recovered binder from the grave-emulsion RD 44 (Goven/CG35)

de consistance de liant comparables à ceux obtenus avec la méthode de distillation azéotrope *Kumagawa* (NF EN 12697-1 annexe B, paragraphe B.1.3).

Cette dernière méthode, qui pourrait constituer une référence, pour les enrobés à l'émulsion, permet en effet de s'affranchir des risques de présence d'eau et des phénomènes d'évaporation du fluxant (utilisation de l'échantillon dès sa réception sans séchage).

Les derniers essais réalisés ont également permis d'identifier la sensibilité de la méthode de distillation (NF EN 12697-3) à la nature du solvant utilisé ainsi qu'à celle de l'éventuel fluxant contenu dans le liant. En effet, en fonction des paramètres de solubilité du mélange solvant/fluxant/bitume lors de la distillation, le solvant pourra entraîner le fluxant et modifier les propriétés du liant. Au vu des essais réalisés, la distillation avec le perchloroéthylène qui semble être la méthode qui affecte le moins les caractéristiques du liant distillé.

Les méthodes d'extraction et de distillation destinées aux enrobés à chaud devront faire l'objet d'amendement pour intégrer toute la spécificité des enrobés à l'émulsion et de leurs constituants. L'harmonisation de ces méthodes est nécessaire pour

poursuivre dans l'amélioration des connaissances théoriques de ces mélanges complexes et évolutifs au travers de phénomènes encore mal connus relatifs à l'oxydation du liant, aux interactions bitume/émulsifiants/granulats.

La personnalisation des méthodes de caractérisation des enrobés à l'émulsion est également nécessaire pour faciliter les relations sur chantier entre les producteurs et les représentants de la maîtrise d'ouvrage. La récente parution (avril 2011) de la NF P 98-150-2 (enrobés hydrocarbonés à froid – constituants, formulation, fabrication, transport, mise en œuvre et contrôle sur chantier) imposera de définir précisément les essais relatifs aux contrôles, notamment de la teneur en bitume... à défaut de pouvoir mesurer de façon toujours indiscutable la teneur en liant (bitume + fluxant) du mélange. ■

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.-P. Serfass, X. Carbonneau, F. Delfosse, J.-P. Triquigneaux, « Enrobés à l'émulsion (1^{re} partie) : comportement et méthodologie d'évaluation », Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA) n° 887, septembre 2010, pp. 18-24
- [2] J.-P. Serfass, X. Carbonneau, F. Delfosse, J.-P. Triquigneaux, « Enrobés à l'émulsion (2^e partie) : comportement et évaluation de graves émulsion », Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA) n° 889, novembre 2010, pp. 69-75
- [3] J.-P. Serfass, X. Carbonneau, F. Delfosse, J.-P. Triquigneaux, « Enrobés à l'émulsion (3^e partie) : comportement et évaluation de bétons bitumineux à l'émulsion », Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA) n° 890, décembre 2010 – janvier 2011, pp. 36-40
- [4] J.-P. Serfass, C. Leroy, L. Maison, Suites proposées aux recherches des entreprises, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA) n° 890, décembre 2010 – janvier 2011, pp. 41-42
- [5] Série bilingue français, anglais Enrobés à l'émulsion : vers une méthode complète de formulation, éditions Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), avril 2011
- [6] NF EN 12697-1: Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Teneur en liant soluble, avril 2006
- [7] Contrôles de composition des enrobés bitumineux – Mode opératoire LCPC - novembre 1974
- [8] J.-P. Serfass, C. de La Roche, L. Wendling, L. Odie, V. Gaudéfroy, An extensive research on the design methodology and site performance of bitumen emulsion-treated materials – Actes world congress on emulsion 2010
- [9] NF EN 12697-3 : Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud, - récupération des bitumes : Evaporateur rotatif, juin 2005
- [10] NF EN 1426 : Bitumes et liants bitumineux - détermination de la pénétrabilité à l'aiguille, juin 2007
- [11] NF EN 1427 : Bitumes et liants bitumineux - détermination du point de ramollissement, juin 2007
- [12] NF EN 13074-1 : Bitumes et liants bitumineux – Récupération du liant d'une émulsion de bitume ou d'un bitume fluidifié ou fluxé - Partie 1 : Récupération par évaporation (remplace la NF EN 13074), avril 2011
- [13] NF EN 13074-2 : Bitumes et liants bitumineux – Récupération du liant d'une émulsion de bitume ou d'un bitume fluidifié ou fluxé - Partie 2 : Stabilisation après récupération par évaporation (remplace la NF EN 14895), avril 2011



Behaviour and design of grave-emulsion Public-private cooperation Characterisation of the bituminous binders in emulsified asphalt mixes

As part of a RST USIRF working group on "Methodology for the design of materials with bitumen emulsion", a study has focused on the evaluation of the methodology of extraction of the binder of asphalt concrete with emulsion. This document shows the different results obtained in this working group and identifies the parameters for the operations of preparation, extraction and distillation of the most influential on the characteristics of the binders. These results are proposed for adapting the test methods used (which are those dedicated to hot mixes) the specificity of cold mixes: nature of the constituents (eg presence of volatile flux or not) and changing mechanical properties (still poorly understood phenomena related to oxidation of the binder, to interactions bitumen/emulsifiers/aggregates).