



**HAL**  
open science

**Comportement et étude des graves-émulsion.  
Coopération public-privé: Essais Duriez: teneurs en vides, performances mécaniques, sensibilité à l'eau et caractérisation des liants extraits**

Jean Pierre Triquigneaux, Louissette Wendling, Lionel Odie, Daniel Claudel,  
Vincent Gaudefroy

► **To cite this version:**

Jean Pierre Triquigneaux, Louissette Wendling, Lionel Odie, Daniel Claudel, Vincent Gaudefroy. Comportement et étude des graves-émulsion. Coopération public-privé: Essais Duriez: teneurs en vides, performances mécaniques, sensibilité à l'eau et caractérisation des liants extraits. Revue générale des routes, 2012, 901, pp 45-58. hal-00850886

**HAL Id: hal-00850886**

**<https://hal.science/hal-00850886>**

Submitted on 9 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

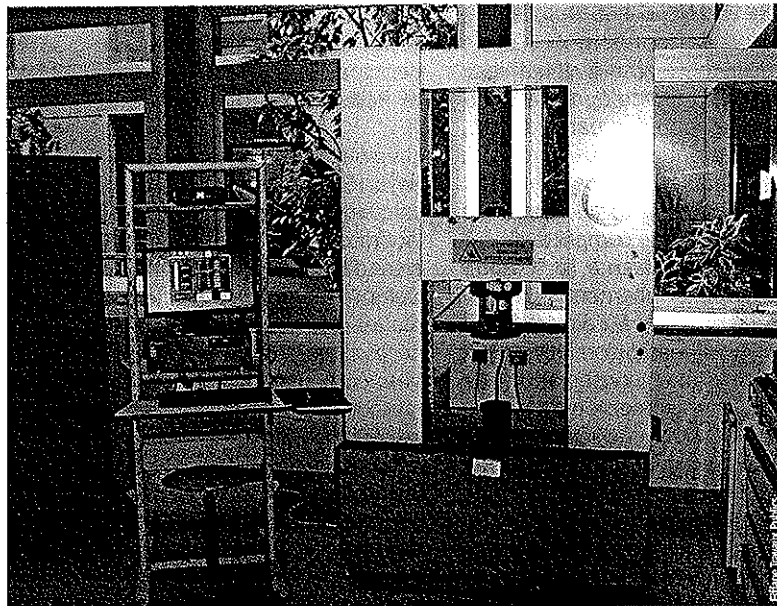
Jean-Pierre Triquigneaux  
Directeur du laboratoire central  
Centre d'études  
et de recherches de Corbas  
Eiffage Travaux Publics

Louissette Wendling  
Ingénieur de recherche  
Division Laboratoire d'Autun  
Centre d'études techniques  
de l'Équipement (CETE) de Lyon

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

Daniel Claude  
Assistant Section liant  
Laboratoire central  
Centre d'études et de recherches  
de Corbas  
Eiffage Travaux Publics

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



Presse électro-mécanique utilisée pour le moulage et l'écrasement des éprouvettes Duriez  
Electro-mechanical machine used for moulding and crushing Duriez test specimens

# Comportement et étude des graves-émulsion Coopération public-privé

## Essai Duriez : teneurs en vides, performances mécaniques, sensibilité à l'eau et caractérisation des liants extraits

Dans le cadre du groupe de travail IFSTTAR/RST/USIRF, sur la « Méthodologie d'étude des matériaux traités à l'émulsion de bitume », associé à la construction du chantier expérimental instrumenté faisant l'objet de collaborations entre l'USIRF, l'IFSTTAR et le conseil général d'Ille-et-Vilaine, l'essai Duriez aménagé a été pratiqué sur la grave-émulsion fabriquée en laboratoire à partir des constituants prélevés sur le chantier de la RD44. Les teneurs en vides ont été mesurées et comparées à celles obtenues sur chantier. L'influence des conditions de conservation des éprouvettes Duriez a été étudiée sur les résistances mécaniques et la tenue à l'eau. Enfin, les propriétés des liants extraits des éprouvettes Duriez ont été comparées à celles des liants récupérés des échantillons prélevés par sciage sur la chaussée.

*Cet article est le 9<sup>e</sup> de la série dédiée aux travaux du groupe constitué par l'IFSTTAR, le RST et les entreprises de l'USIRF.*

### Introduction

Les enrobés à froid à l'émulsion de bitume ont un comportement très différent de celui des enrobés à chaud du fait de leurs particularités liées à de nombreux paramètres : présence d'eau, réactivité chimique granulats-émulsion, taille des vides, caractère évolutif, etc.

C'est pourquoi des méthodes d'essais spécifiques ont été mises en place dans le référentiel normatif français pour les mélanges hydrocarbonés à froid à l'émulsion de bitume.

C'est le cas de la propriété de tenue à l'eau des enrobés, appelée « Essai Duriez », qui est couverte par la norme française NF P 98-251-4 [1]. Cette norme remplace la version précédente d'octobre 1992, en introduisant une seconde modalité de compactage ce qui a conduit à l'appellation d'essai Duriez « aménagé ».

Cette évolution a fait suite aux travaux réalisés dans le cadre de la recherche commune direction des Routes-USIRF en 1997-1998 sur la méthodologie d'étude et de caractérisation des graves-émul-

sion structurantes [2]. Ils ont mis en évidence qu'il est nécessaire de réduire de deux tiers la pression de moulage des éprouvettes Duriez pour atteindre une teneur en vides proche de celle obtenue en fin de chantier.

D'autres recherches ont confirmé par la suite le bien-fondé de cette disposition.

Cet article présente les résultats obtenus par deux laboratoires du réseau scientifique et technique (RST) de l'administration et un laboratoire d'entreprise qui ont pratiqué l'essai Duriez aménagé sur la grave-émulsion

structurante (GES) 0/14 du chantier expérimental instrumenté de la RD 44 réalisé début juillet 2008 en Ille-et-Vilaine [3 à 5].

Des conditions de conservation différentes de celles de la norme ont été appliquées afin d'accélérer le mûrissement de la GE. Les résistances mécaniques et la tenue à l'eau ont été évaluées, les liants résiduels extraits des corps d'épreuve caractérisés et comparés à ceux extraits de carottes issues de plaques prélevées sur chantier à diverses échéances.

# Recherche Enrobés à l'émulsion

## Méthode d'essai

La méthode vise à déterminer, sur des corps d'épreuve cylindriques obtenus par moulage, deux propriétés des enrobés à l'émulsion de bitume :

- le pourcentage de vides pour deux forces de compactage ;
- la tenue à l'eau à 18 °C après un conditionnement commun de sept jours à l'air 18 °C et 50 % d'humidité relative (HR), suivi d'une conservation de 7 jours en immersion dans l'eau à 18 °C pour une série de corps d'épreuve et de 7 jours dans l'air à 18 °C et 50 % HR pour une seconde série.

Pour une GE 0/14, les corps d'épreuve ont un diamètre de 120 mm et une hauteur variable de 130 à 150 mm. Les forces de compactage sont de 120 kN pour la modalité 1 et de 40 kN pour la modalité 2.

Les grandeurs déduites sont :

- les pourcentages de vides à 120 kN et 40 kN ;
- la résistance à la compression (contrainte à la rupture) des éprouvettes conservées à l'air : R ;
- la résistance à la compression (contrainte à la rupture) des éprouvettes conservées dans l'eau : r ;
- le rapport immersion-compression r/R caractéristique de la tenue à l'eau.

La norme produit concernant la GE [6] précise les limites d'acceptabilité de ces grandeurs.

Une température et une hygrométrie différentes de celles de la norme d'essai [1] ont aussi été utilisées par un laboratoire pour accélérer le mûrissement de la GE : le choix s'est porté sur la combinaison 35 °C – 20 % HR déjà utilisée lors de recherches antérieures [7, 8].

## Fabrication de la GE et des éprouvettes

La méthode de fabrication en laboratoire tient compte de la procédure suivie à la centrale de fabrication dû parc du conseil général d'Ille-et-Vilaine : elle consiste à pré-humidifier les matériaux, séquencer l'enrobage et introduire l'émulsion en deux temps. Cette procédure est décrite en détail dans un précédent article de la série [9].

Deux types de malaxeur à arbre vertical ont été utilisés : deux de

type 1, dit « d'Angers » à palettes verticales et cuve mobile, et un de type 3 « Hobart » (norme NF P 98-250-1) [10].

Les courbes granulométriques de la GE, après désenrobage, sont très proches pour les trois laboratoires. Elles sont rassemblées dans le tableau 1.

Compte tenu de la capacité des malaxeurs, deux gâchées sont nécessaires pour la confection des corps d'épreuve. Après malaxage, la GE est laissée environ 20 minutes au repos avant remplissage des moules.

Les modes opératoires appliqués par les trois laboratoires pour la réalisation des éprouvettes sont très proches et sont conformes à la procédure décrite dans la norme d'essai Duriez [1].

Dans le cadre de cette étude, les deux modalités de moulage des corps d'épreuve sont testées : modalité 1 pour les trois laboratoires et modalité 2 pour deux d'entre eux.

## Résultats de l'essai Duriez aménagé

### Teneur en vides et résistances mécaniques

#### Procédure de mûrissement normalisé (18 °C – 50 % HR)

Dans le tableau 2 sont rassemblées les teneurs en vides, les teneurs en eau à la fabrication et après conservation des éprouvettes dans l'air ainsi que les résistances mécaniques obtenues avec les deux modalités de compactage et les conditions de conservation classiques normalisées de l'essai Duriez [1].

On notera la bonne concordance entre laboratoires :

- des teneurs en vides, modalités de compactage 1 et 2, ainsi que l'écart important de teneur en vides entre les deux modalités ;
- des rapports immersion-compression.

La norme « grave-émulsion » [6] impose, pour celle de type S avec la modalité 1 de compactage :

- un pourcentage de vides inférieur à 13 %,

- une résistance en compression à 18 °C supérieure ou égale à 3,5 MPa, pour le bitume de base de l'émulsion de grade 70/100,
  - un rapport immersion-compression r/R, traduisant la sensibilité à l'eau, supérieur ou égal à 0,55.
- La GE mise en œuvre sur le chantier expérimental instrumenté de la RD44 présente des performances mécaniques conformes à l'essai Duriez [1].

La sensibilité à l'eau, mesurée par le rapport immersion-compression r/R, n'est pas affectée par l'augmentation de teneur en vides lorsque l'on passe de la modalité 1 à la modalité 2, ce qui confirme une constatation faite lors d'études antérieures [11] : elle semble être plus un indica-

teur de l'affinité granulat-émulsion que de la teneur en vides.

#### Procédure de mûrissement accéléré (35 °C – 20 % HR et 50 °C)

Deux types de conservation ont été choisis :

- conservation pendant 14 jours à 35 °C et 20 % d'humidité relative ;
- conservation pendant 7 jours à 35 °C et 20 % d'humidité relative, suivie de 7 jours à 50 °C.

Ces deux variantes de conditionnement sont appliquées à des lots de corps d'épreuves moulés suivant les modalités de compactage 2.

Les essais réalisés par un laboratoire sont présentés dans le tableau 3.

Laboratoire	1	2	3
Passant à :			
16 mm	100	100	100
14 mm	98	98	98
10 mm	83	80	83
6,3 mm	68	67	69
2 mm	40	39	38
0,5 mm	23	22	21
0,063 mm	10,3	9,7	9,5

Tableau 1  
Courbes granulométriques de la grave-émulsion  
Gradation curves of the grave-emulsion

Modalité	1 - 120 kN			2 - 40 kN	
	1	2	3	2	3
Teneur en vides (%)					
• mesure géométrique	-	11,2 %	10,7	16,1	16,9
• mesure hydrostatique	-	9,8 %	10,4		
Teneur en eau : (%)					
• à la fabrication	6,6 %	6,5 %	6,6 %		
• après 7 j à 18 °C 50 % HR	0,6 %	0,44 %	0,3 %		0,6 %
• après 14 j à 18 °C 50 % HR	0,12 %	0,28 %	0,6 %		0,3 %
Résistance à la compression (MPa)					
• R	4,37	4,90	4,67	2,41	2,70
• r	2,62	2,92	2,90		1,64
• r/R	0,60	0,64	0,62		0,61

Tableau 2  
Résultats de l'essai Duriez selon la procédure de conservation de la norme Duriez results according to the standard conservation protocol

Laboratoire	3	
Conditionnement	14 j 35 °C 20 % HR + 7 j 18 °C 50 % HR	7 j 35 °C 20 % HR + 7 j 50 °C + 7 j 18 °C 50 % HR
Résistances en compression (R et r en MPa) et tenue à l'eau		
• R (14 j 35 °C 20 % HR + 7 j 18 °C 50 % HR)	3,45	
• R (7 j 35 °C 20 % HR + 7 j 50 °C + 7 j 18 °C 50 % HR)		3,86
• r (14 j 35 °C 20 % HR + 7 j 18 °C dans l'eau)	2,30	
• r (7 j 35 °C 20 % HR + 7 j 50 °C + 7 j 18 °C dans l'eau)		3,12
• r/R	0,67	0,81

Tableau 3  
Résultats de l'essai Duriez pour deux types de conditionnement des corps d'épreuve Duriez results for two accelerated curing procedures

Dans tous les cas, l'écrasement des éprouvettes en compression s'effectue à la température amenée ou ramenée à 18 °C.

Les résistances obtenues sont logiquement plus élevées que celles mesurées après la conservation à 18 °C (tableau 2). Cette évolution est attribuée à l'augmentation simultanée de la durée de maturation et de la température de conservation. La tenue à l'eau semble légèrement améliorée après 14 jours à 35 °C plus nettement après 7 jours à 35 °C 20 % HR suivis de 7 jours supplémentaires de conservation à 50 °C car la valeur de *r* a fortement augmenté.

## Caractéristiques des liants résiduels

Les liants résiduels sont extraits, par le même laboratoire, des éprouvettes de GE conservées dans l'air à différents temps et conditions de température selon la norme NF EN 12697-3 [12] avec comme solvant le perchloréthylène et selon le protocole défini dans un précédent article de cette série [13]. L'extraction des liants est effectuée après écrasement des éprouvettes. Leurs caractéristiques retenues comme indicateurs sont la pénétrabilité à 25 °C et la température de ramollissement bille et anneau (normes NF EN 1426 et NF EN 1427).

Elles sont présentées dans le tableau 4.

Les caractéristiques du liant résiduel de la GE fabriquée en laboratoire à partir des constituants du chantier sont proches de celles du bitume de grade 70/100 contenu dans le liant de base fluxé de l'émulsion.

Elles correspondent aussi à celles du liant stabilisé de l'émulsion selon NF EN 14895 (pénétrabilité à 25 °C, 79 1/10 mm, Bille et Anneau 44,6 °C) dont le liant de base contenait un fluxant volatil d'origine pétrolière [13].

La conservation à 18 °C et 50 % HR des éprouvettes Duriez de la GE pendant 14 jours ne durcit pas significativement le liant résiduel qui reste de classe équivalente à celle d'un bitume de grade 70/100 : avec cette procédure de mûrissement, on est

donc bien en présence d'un état "frais" du matériau même si l'on observe une légère différence entre les modalités 1 et 2 du fait d'une teneur en vides plus élevée pour la modalité 2.

En revanche, après 14 jours 35 °C et 20 % HR le liant durcit très sensiblement : il correspond à un bitume de grade 35/50, conférant à la GE un état que l'on peut effectivement qualifier de « mûri ». Remplacer les 14 jours de conservation à 35 °C et 20 % HR par 7 jours à 35 °C et 20 % HR, suivis de 7 jours à 50 °C a peu d'incidence sur le durcissement du liant.

## Comparaison laboratoire - chantier

### Teneurs en vides

Sur chantier, le pourcentage de vides moyen relevé à la mise en œuvre après compactage de la GE est de 16,8 % hors zone instrumentée, soit très proche des valeurs trouvées sur les éprouvettes moulées selon la modalité 2 (c.f. tableau 2).

Ce résultat confirme le bien-fondé de la réduction (de 2/3) de la pression de moulage des éprouvettes Duriez pour atteindre un niveau de teneur en vides du même ordre de grandeur que celui obtenu sur chantier en fin de compactage.

## Caractéristiques des liants résiduels

Conformément à la méthodologie de suivi des sections de référence [3], des prélèvements de GE permettent de suivre son évolution *in situ*. Deux laboratoires ont extrait et caractérisé les liants à partir d'échantillons issus de plaques de GE prélevées sur chantier à diverses échéances (10, 15, 23 et 29 mois).

Leurs caractéristiques, pénétrabilité à 25 °C et température de ramollissement bille et anneau, sont regroupées dans le tableau 5 où figurent aussi celles du liant résiduel extrait de la GE prélevée en sortie de fabrication à la centrale d'enrobage du chantier.

L'on constate un durcissement du liant résiduel dès la fabrication en centrale, similaire à celui observé pour la fabrication en laboratoire.

Il devient nettement plus significatif à 10 mois et continue d'évoluer, mais plus faiblement au-delà.

Si l'on retient la température de ramollissement Bille et Anneau (TBA) comme indicateur du vieillissement, essai plus répétable et reproductible que la pénétrabilité à 25 °C, on remarque que dès 10 mois sur site sa valeur correspond à celle d'un bitume de grade 35/50 (50 °C à 58 °C) et ce pour les deux laboratoires impliqués.

Elle évolue ensuite faiblement jusqu'à 29 mois tout en restant dans l'intervalle de spécification pour un bitume de grade 35/50 (figure 1).

Avec la procédure de mûrissement accéléré (14 jours - 35 °C - 50 % HR), on fait le même constat : la température de ramollissement Bille et Anneau (TBA) est équivalente à celle d'un bitume de grade 35/50.

Compactage	Modalité 1		Modalité 2		
Conditionnement à la fabrication	14 j 18 °C 50 % HR	14 j 18 °C 50 % HR	14 j 35 °C 20 % HR + 7 j 18 °C 50 % HR	à 7 j 35 °C 20 % HR + 7 j 50 °C + 7 j 18 °C 50 % HR	
<b>Liant résiduel extrait de la GE fabriquée en laboratoire</b>					
• Pénétrabilité à 25 °C (1/10 <sup>e</sup> mm)	83	77	69	44	41
• Température, Bille et Anneau (°C)	46,0	47,0	48,2	54,0	54,6

Tableau 4  
Caractérisation des liants résiduels extraits de la GE fabriquée en laboratoire et mûrie  
Grave-emulsion binder characteristics manufactured and cured in laboratory

Laboratoire	2	3	2	3	2	3	2	3		
Liant résiduel extrait de la grave émulsion chantier	à la fabrication en centrale		10 mois		15 mois		23 mois		29 mois	
• Pénétrabilité à 25 °C (1/10 <sup>e</sup> mm)	71	35	39	31	40	28	33	26		
• Bille et anneau (°C)	46,8	55,0	52,4	55,8	53,8	57,8	55,8	58,0		

Tableau 5  
Caractérisation des liants résiduels extraits de la GE prélevée *in situ* à différents âges  
On-site grave-emulsion binder characteristics at different ages

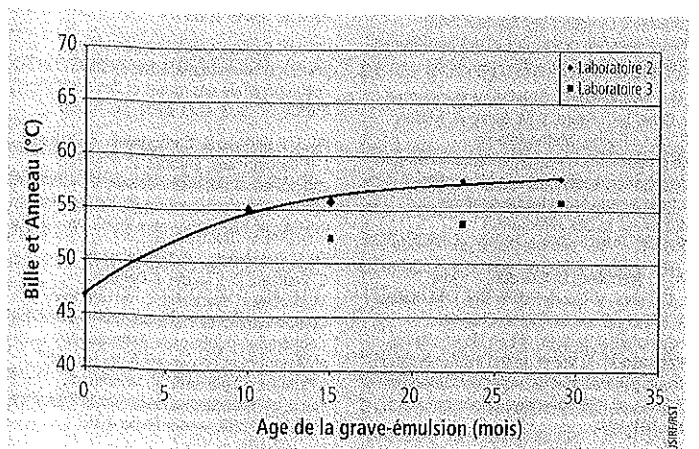


Figure 1  
Bille et Anneau des liants résiduels extraits de la GE du chantier à différents âges  
Ring and Ball of on site grave-emulsion extracted binders at different ages

# Recherche Enrobés à l'émulsion

## Conclusions et perspectives

La GE mise en œuvre sur le chantier expérimental d'Ille-et-Vilaine respecte les prescriptions imposées par la norme produit en ce qui concerne sa propriété de tenue à l'eau.

L'essai Duriez aménagé sur les mélanges hydrocarbonés à froid à l'émulsion de bitume, appliqué à la GE, apporte également d'autres enseignements. Il permet d'estimer l'ordre de grandeur de la teneur en vides de la GE dès la fin de sa mise en œuvre, ce qui a déjà été mis en évidence lors d'études antérieures [2 et 11].

Toutefois, comme pour les corps d'épreuve confectionnés à partir d'éprouvettes PCG, il reste à vérifier que la répartition et la taille des vides des éprouvettes Duriez sont proches de celles de la GE sur site.

Appliquer une procédure de « mûrissement » plus sévère correspondant à 14 jours 35 °C et 20 % HR en lieu et place de celle de 7 jours à 18 °C à l'air après moulage augmente la rigidité des corps d'épreuve de façon significative. Cet accroissement s'observe sur les propriétés de consistance des liants extraits des carottes conservées à l'air qu'il serait intéressant de compléter par des analyses physico-chimiques et rhéologiques.

Ce travail a été effectué dans le cadre du chantier 2008 de GE 0/14 de renforcement de la RD 44 en Ille-et-Vilaine ; il a été prolongé à l'occasion de l'étude et du suivi de la GE 0/14 d'un autre chantier similaire, réalisé fin juin 2011 sur la RD 26 en Haute-Loire, et pourra servir de base de données pour la révision en cours de la norme grave-émulsion [6]. ■



## Behaviour and study of emulsified asphalt mixes Public-private cooperation

### Duriez test: voids content, mechanical performance, sensitivity to water and characterisation of extracted binders

*Within the framework of the IFSTTAR/RST/USIRF task group on the mix design methodology for emulsified asphalt mixes, involved in the construction of the experimental instrumented section, in the collaboration with the Ille-et-Vilaine General Council, the modified Duriez test was performed on the grave-emulsion manufactured in laboratory with the components taken from the RD44 work site. Its voids contents were measured and compared with those obtained on site. The impact of the curing conditions on the mechanical strength and water sensitivity has been assessed. Lastly, the properties of the binders extracted from Duriez test specimens were compared to those of the binder extracted from slabs sawed from the grave-emulsion course.*

## Remerciements

Les auteurs remercient le personnel de l'IFSTTAR, des laboratoires régionaux (Autun, Saint-Brieuc et Toulouse) et des entreprises (Colas, Eiffage Travaux Publics, Eurovia et Malet) qui ont participé à cette étude.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] Norme, NF P98-251-4, Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés - Essais relatifs aux chaussées - Partie 4 : essai DURIEZ aménagé sur mélanges hydrocarbonés à froid à l'émulsion de bitume - AFNOR - août 2004
- [2] J.-P. Triquigneaux, Y. Brosseau, Méthodologie d'étude des graves-émulsion structurantes - Bilan de la recherche commune Direction des Routes/USIRF, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA) n° 808, août 2002, pp. 72-83
- [3] L. Wendling, D. Guedon, V. Gaudefroy, L. Odie, J.-C. Fabre, J.-M. Balay, A. Millien, C. de La Roche, Méthodologie de préparation, d'instrumentation et de suivi de chantiers expérimentaux d'enrobés à froid à l'émulsion, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 897 octobre 2011, pp. 75-80
- [4] L. Wendling, D. Guedon, L. Odie, J.-C. Fabre, V. Gaudefroy, J. Siry, J.-M. Balay, A. Millien, C. de La Roche, Chantier expérimental de la RD 44 en Ille-et-Vilaine, Présentation du site et de son instrumentation, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 898 novembre-décembre 2011, pp. 101-107
- [5] L. Wendling, D. Guedon, L. Odie, J.-C. Fabre, V. Gaudefroy, J. Siry, J.-M. Balay, A. Millien, C. de La Roche, Chantier expérimental de la RD 44 en Ille-et-Vilaine, Suivi du comportement dans le temps, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 899 janvier-février 2012, pp. 98-105
- [6] Norme, XP P98-121, Assises de chaussées en grave-émulsion - définition - classification - caractéristiques - fabrication - mise en œuvre, AFNOR, février 2005
- [7] J.-P. Serfass, Enrobés à l'émulsion : pour une nouvelle méthode d'étude, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 808, août 2002, pp. 85-96
- [8] J.-P. Serfass, X. Carboneau, F. Delfosse, J.-P. Triquigneaux, Enrobés à l'émulsion : comportement et méthodologie d'évaluation, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 887, septembre 2010, pp. 18-25
- [9] V. Gaudefroy, J.-P. Triquigneaux, C. Petiteau, D. Claudel, F. Delfosse, M. Garbay, L. Wendling, C. de La Roche, Comportement et étude des graves-émulsion Coopération public-privé, Fabrication, prélèvement et conservation des enrobés à l'émulsion de bitume en laboratoire, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 899, janvier-février 2012, pp. 102-105
- [10] Norme, NF P98-250-1 « Préparations des mélanges hydrocarbonés - partie 1 : fabrication d'un enrobé en laboratoire », AFNOR, février 1992
- [11] J.-P. Serfass, X. Carboneau, F. Delfosse, J.-P. Triquigneaux, Enrobés à l'émulsion : comportement et évaluation de graves-émulsion, Revue générale des routes et des aérodromes (RGRA), n° 889, novembre 2010, pp. 66-76
- [12] ERLPC « état des connaissances du RST sur les matériaux traités à l'émulsion de bitume » - IFSTTAR à paraître
- [13] Caractérisation des liants bitumineux des enrobés à froid, Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA) n° 900, mars-avril 2012, pp. 89-94