



### **Science Arts & Métiers (SAM)**

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers Institute of Technology researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/6610>

#### **To cite this version :**

Julien NAVARO, Denis BRUNEAU, Ivan DROUADAINE, Johan COLIN, Anne DONY -  
Caractérisation d'un mélange de liants bitumineux par dissolution en couche mince d'un enrobé recyclé - 2010

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [scienceouverte@ensam.eu](mailto:scienceouverte@ensam.eu)



# Caractérisation d'un mélange de liants bitumineux par dissolution en couche mince d'un enrobé recyclé

Julien NAVARO<sup>1, 2, 3\*</sup>, Denis BRUNEAU<sup>1</sup>, Ivan DROUADAINE<sup>2</sup>, Johan COLIN<sup>3</sup>, Anne DONY<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire TREFLE (UMR 8508), Arts et Métiers ParisTech – Bordeaux, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence Cedex

<sup>2</sup>EUROVIA, Centre de Recherche de Mérignac, 22 rue Thierry Sabine, BP 20067, 33703 Mérignac Cedex

<sup>3</sup>FIT / ESTP / Constructibility Research Institute, 28 Avenue du président Wilson, 94234 Cachan

\* (auteur correspondant : julien.navaro@eurovia.com)

**Résumé** – L'évolution des techniques de fabrication des enrobés bitumineux permet à l'industrie routière de diminuer fortement la consommation en énergie et matière première. Cette évolution se traduit par une baisse des températures de fabrication et une augmentation du taux de recyclage dans ses enrobés. La maîtrise des performances des enrobés contenant des matériaux recyclés est essentielle pour garantir leur durabilité. Cet article présente un essai de lixiviation réalisé dans le but de caractériser l'homogénéité du mélange entre les matériaux neufs et les matériaux recyclés.

## Nomenclature

*EBR* enrobé bitumineux recyclés

*AE* agrégats d'enrobé

*LAE* liant d'agrégats d'enrobé

*GA* granulats d'apport

*LA* liant d'apport

*GAE* granulats d'agrégats d'enrobé

$\Delta X$  variation d'abscisse

$\Delta Y$  variation d'ordonnée

*T* température de fabrication, °C

*t* durée de malaxage, *s*

% pourcentage, -

*Indices et exposants*

*GAE* granulats d'agrégats d'enrobé

*LAE* liant d'agrégats d'enrobé

*REC* recyclage

## 1. Introduction

Les enrobés bitumineux constituent le principal matériau utilisé en construction routière avec une production nationale de 42 millions de tonnes en 2008. Le recyclage des enrobés bitumineux consiste à utiliser les produits de déconstruction des structures routières pour fabriquer des enrobés bitumineux qui prennent alors le nom d'enrobés bitumineux recyclés (*EBR*). Les produits de déconstruction routière se présentent sous la forme d'agglomérats noirs appelées *agrégats d'enrobé*. Ils sont composés de granulats et de liant bitumineux intimement mélangés. Les *enrobés bitumineux recyclés (EBR)* sont constitués d'*agrégats d'enrobé (AE)*, de granulats neufs ou *granulats d'apport (GA)*, et de bitume neuf ou *liant d'apport (LA)*. Le taux de recyclage caractérise la part massique des produits recyclés dans l'enrobé bitumineux recyclé.

Les propriétés des granulats d'agrégats d'enrobé (*GAE*) et du liant d'agrégats d'enrobé (*LAE*) ne sont pas identiques à celles des matériaux neufs. Le rabotage, procédé de déconstruction majoritairement utilisé, diminue le diamètre moyen des granulats et le bitume devient, sous l'effet de l'eau, de l'oxygène et du contact avec les granulats, plus rigide et fragile [1]. L'utilisation d'un *LA* capable de corriger l'effet du vieillissement permet d'obtenir, par mélange du *LAE* et du *LA*, un liant bitumineux possédant les propriétés nécessaires pour garantir la durabilité des *EBR* [2]. Ces propriétés conditionnent les

performances mécaniques des *EBR* [3]. Il est donc nécessaire de maîtriser les propriétés de ce mélange et l'influence, sur ces propriétés, de la baisse des températures de fabrication et de l'utilisation de fort taux de recyclage.

Dans le but de caractériser les propriétés du mélange entre le *LA* et le *LAE*, nous avons développé un essai de lixiviation progressive du liant présent dans un échantillon d'*EBR*. Certaines expériences de laboratoire utilisent des solvants du bitume pour lixivier progressivement le liant d'*EBR* [4] [5] [6]. Elles caractérisent les propriétés du mélange entre le *LA* et le *LAE* et indiquent que dans le cas d'un mélange hétérogène, une couche de *LA* est présente autour des *AE*, comme représenté dans la figure 1.

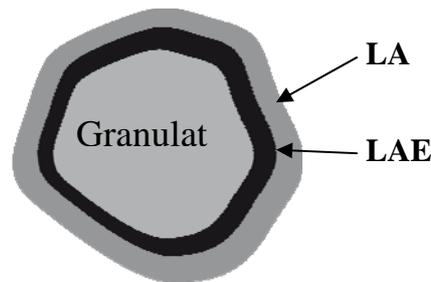


Figure 1 : Représentation schématique du phénomène de double enrobage

Ces expériences ne sont pas opérationnelles pour le contrôle industriel des fabrications, car elles nécessitent d'évaporer le solvant pour récupérer le liant. Cette étape peut être supprimée par l'analyse directe des produits issus de la lixiviation. Dans ce but, nous avons identifié une différence chimique entre le *LA* et le *LAE* et mis au point une méthode permettant de déterminer le pourcentage de *LAE* présent dans les produits de lixiviation.

## 2. Caractérisation par lixiviation d'un mélange de *LA* et de *LAE*

### 2.1. Identification de traceurs internes aux *LAE*

Pendant son vieillissement un bitume s'oxyde [1,7]. La technique de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet de suivre cette évolution chimique. En mesurant, par la transmission d'un rayonnement infrarouge à travers la solution à analyser, les fréquences et l'énergie absorbées par la solution, on détermine, au moyen de la loi de Beer-Lambert, la concentration des fonctions chimiques identifiées [8]. Cette mesure différencie les *LAE* et les *LA* en considérant les liaisons carboxyles (C=O) et sulfoxydes (S=O), comme indiqué dans la figure 2 qui représente l'absorbance de la solution en fonction de la fréquence du rayonnement infrarouge.

La fonction sulfoxyde, que l'on peut observer dans la figure 2 de 980 à 1070  $\text{cm}^{-1}$ , permet de différencier le *LA* du *LAE*. Cependant, la présence de particules de silice provenant des granulats de l'*EBR*, induit un pic large à environ 1000  $\text{cm}^{-1}$  qui masque le pic de la liaison sulfoxyde [8,9]. Nous utiliserons par la suite la fonction carboxyle, observable sur la figure 2 de 1690  $\text{cm}^{-1}$  à 1720  $\text{cm}^{-1}$ , afin de quantifier le *LA* dans les solutions issues de la lixiviation.

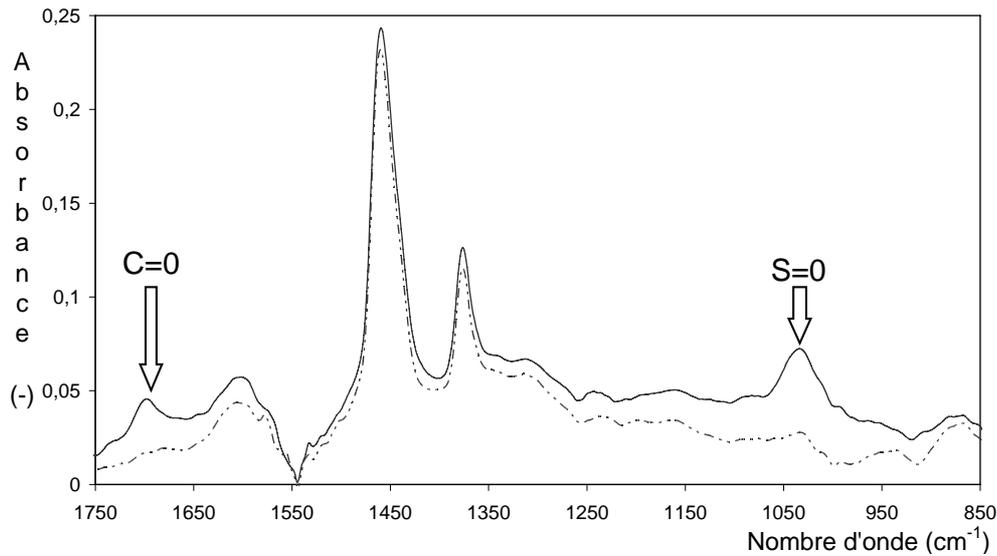


Figure 2 : Comparaison du spectre infrarouge d'un LA (en trait pointillé) avec le spectre d'un LAE (en trait plein) mettant en évidence l'oxydation du LAE par rapport à un LA.

## 2.2. Description de l'essai de lixiviation

Cette lixiviation consiste en la pulvérisation de tétrachloroéthylène sur un échantillon d'*EBR* disposé en couche mince. Dans la figure 3, le dispositif de lixiviation se décompose en trois parties. L'échantillon d'*EBR* à analyser est disposé dans la partie centrale, lieu de la lixiviation. En amont de celle-ci, une pompe doseuse garantit le débit de solvant pulvérisé. Les produits de lixiviation sont récupérés en aval de la zone de lixiviation dans une série de fioles qui constituent l'ensemble des échantillons à analyser.

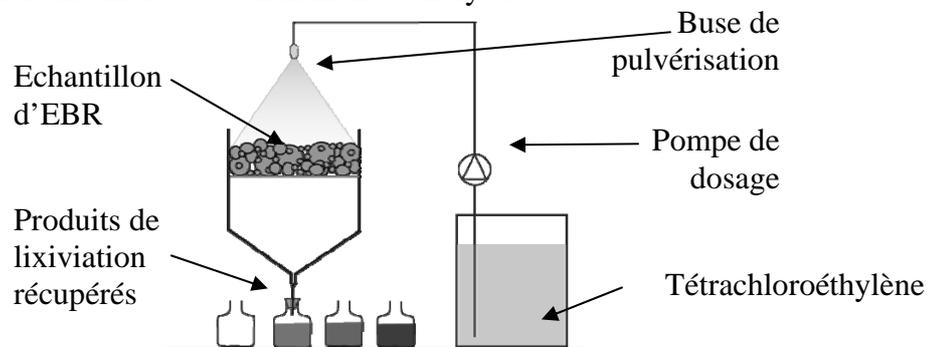


Figure 3 : Représentation schématique du montage expérimental de lixiviation utilisé pour étudier l'état de mélange des liants dans les enrobés bitumineux recyclés

## 2.3. Composition et méthode de préparation des échantillons d'*EBR*

Dans le but de comparer l'impact des conditions de fabrication sur les *EBR*, nous avons réalisé des fabrications en laboratoire en variant la température  $T$  et la durée du malaxage  $t$ . Les dénominations correspondantes aux conditions de fabrication sont précisées dans le tableau 1.

	$T = 160^{\circ}\text{C}$	$T = 130^{\circ}\text{C}$
$t = 45 \text{ s.}$	F1	F3
$t = 300 \text{ s.}$	F2	F4

Tableau 1 : Conditions de fabrication en laboratoire pour les fabrications F1, F2, F3 et F4

A l'instar de la définition faite en introduction, on peut définir un taux de recyclage pour les granulats  $\%_{Rec}^{GAE}$  et un taux de recyclage pour le liant  $\%_{Rec}^{LAE}$ . Ces taux de recyclage sont respectivement de 70% et de 56,3%. A leur sortie du malaxeur, les *EBR* des fabrications *F1*, *F2*, *F3* et *F4* sont étalés en couche mince puis décohesionnés manuellement après refroidissement. Les amas dont la taille est comprise entre 10 et 14 mm constituent les échantillons lixiviés dont l'analyse est présentée par la suite. Les échantillons ainsi obtenus sont donc une partie de l'*EBR*, et contiennent les plus gros granulats de celui-ci.

## 2.4. Quantification du LAE en solution

Lors des mesures de spectroscopie infrarouge, les spectres sont décalés verticalement par une constante inhérente à la mesure appelée ligne de base. Celle-ci rend impossible l'utilisation directe de la loi de Beer-Lambert. Il existe plusieurs méthodes de quantification comparative par spectrométrie infrarouge utilisant la hauteur des pics ou les aires sous ces derniers afin de, par soustraction, éliminer cette ligne de base. Cependant, nous ne pouvons pas utiliser la première méthode car la ligne de base n'est pas identique pour toutes les mesures, ni la seconde car elle implique de définir des bornes d'intégration (à gauche et à droite du pic considéré) qui restent à l'estimation de l'expérimentateur. Nous avons donc défini un nouvel indicateur dont les composantes présentées dans la figure 4 permettent de résoudre ces problèmes. Ce nouvel indice, l'*I.P.A.D* (Indice de Pente À Droite) présente les avantages suivant :

- En considérant les points d'inflexions du spectre de *LAE*, les abscisses  $X_M$  et  $X_m$  sont définies automatiquement, sans intervention de l'opérateur.
- Des hauteurs caractéristiques  $\Delta Y$  sont définies, pour chaque spectre, par soustraction des ordonnées correspondantes aux abscisses  $X_M$  et  $X_m$ , permettant ainsi de supprimer l'influence de la ligne de base propre à chaque mesure.

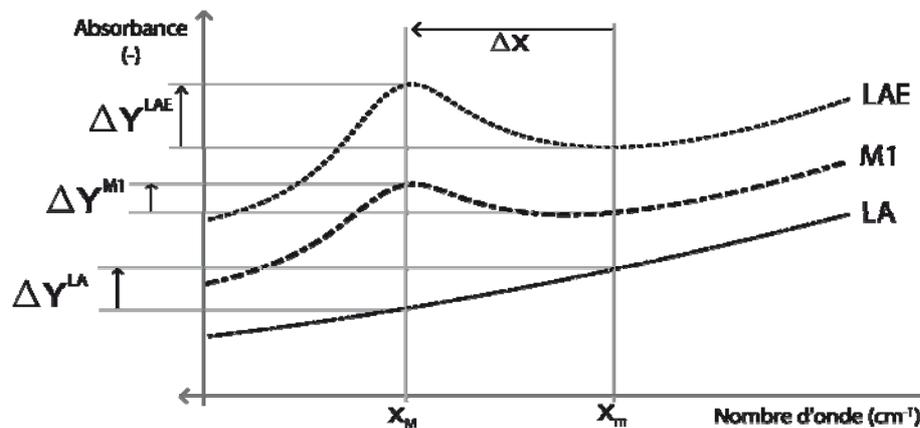


Figure 4 : Construction de l'indice de pente à droite définissant le spectre du mélange *MI*

A partir de ces hauteurs, caractéristiques de chaque spectre, nous calculons, comme indiqué dans l'équation 1, le rapport entre la pente de la solution *M1* corrigée de la pente du *LA* et la pente de la solution de *LAE* corrigée de la pente du *LA*.

$$I.P.A.D. = \frac{(\Delta Y^{M1} - \Delta Y^{LA}) / \Delta X}{(\Delta Y^{LAE} - \Delta Y^{LA}) / \Delta X} = \frac{(\Delta Y^{M1} - \Delta Y^{LA})}{(\Delta Y^{LAE} - \Delta Y^{LA})} \quad (1)$$

Afin de valider cet indice, nous avons étudié les spectres infrarouges de 5 échantillons de liants bitumineux de concentration en *LAE* connue. L'utilisation de l'*I.P.A.D* a permis de déterminer une relation entre la quantité de *LAE* connue et mesurée ayant un coefficient de

corrélation  $R^2$  égal à 0,9996. Cet indice sera utilisé pour quantifier la concentration en *LAE* des produits de lixiviation.

### 3. Analyse des solutions obtenues par lixiviation des échantillons d'enrobé bitumineux recyclé et interprétation des résultats

La figure 5 représente la fraction massique de *LAE* dans le mélange *LA* et *LAE* récupéré, calculée en utilisant l'indice *I.P.A.D.* et exprimé en pourcent, en fonction de l'avancement de la dissolution défini comme le rapport massique, exprimé en pourcent, de liant récupéré (*LA* et *LAE*) et de liant *LA* et *LAE* initialement présent dans l'échantillon. Seul le point moyen des différents échantillons est représenté. La première moitié du bitume récupéré a été obtenue par l'essai de lixiviation. Les points correspondants et les droites associées sont représentés. A partir de 50% de bitume récupéré, les analyses par infrarouge ne sont plus possibles. Les points représentés à droite ont été obtenus par un long trempage des échantillons dans le solvant. Les barres d'erreurs caractérisent la mesure réalisée.

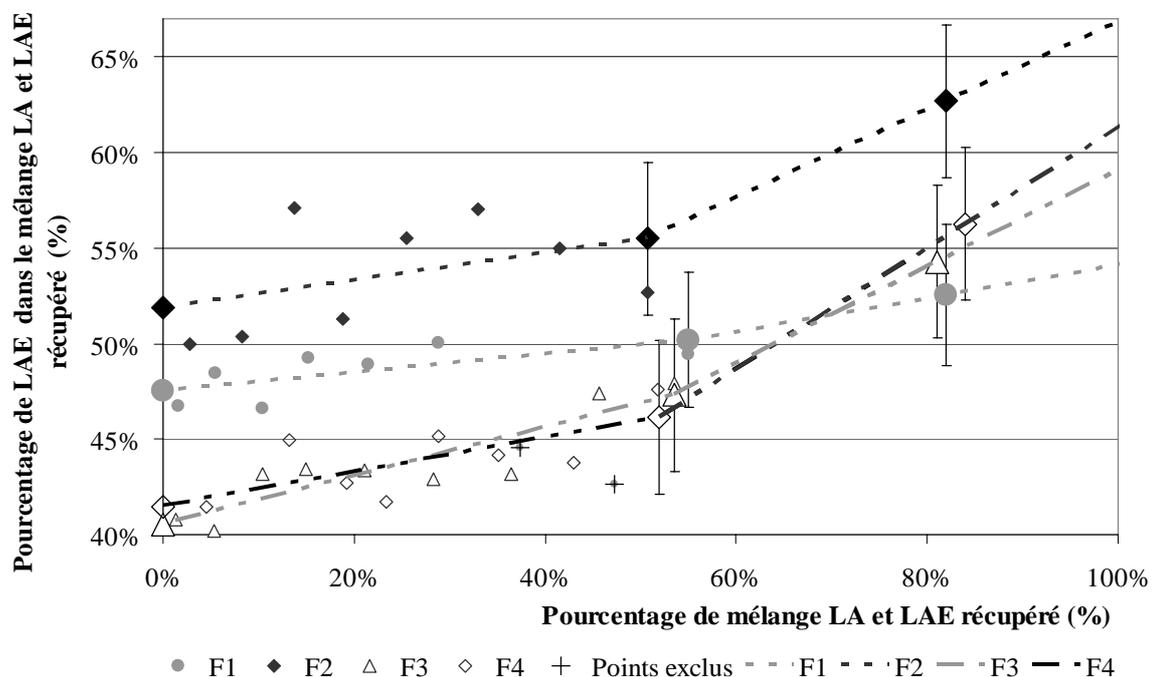


Figure 5 : Graphique représentant la variation de l'I.P.A.D. pour les fabrications F1, F2, F3 et F4, ainsi que les droites de régressions associées

Au regard des incertitudes, aucune différence n'est faite entre les courbes F3 et F4. L'homogénéisation des liants par malaxage, lors des fabrications à 130°C, n'est donc pas constatable par cet essai.

Nous nous attendions à observer une augmentation de la part de *LAE* en fonction de l'avancée de la lixiviation ; a fortiori dans les cas supposés de mélanges non homogènes (faible température et/ou faible durée de malaxage). Ces augmentations de la part de *LAE* se traduisent par les pentes des droites de régressions associées aux points caractérisant F1, F2, F3 et F4. Cependant, l'incertitude de mesure rend leur exploitation difficile.

En tenant compte de la quantité de *LAE* présente dans les solutions obtenues en début de lixiviation, on constate une différence entre les fabrications réalisées à 130°C et à 160°C. En début de lixiviation, le liant des fabrications F3 et F4 est constitué de 40% de *LAE*, quand celui des fabrications F1 et F2 est en moyenne constitué de 50% de *LAE*. Cette observation indique que la température facilite l'homogénéisation du liant des EBR. Le liant d'agrégats

d'enrobé, majoritairement présent sur les *GAE* de petites tailles, se transfère sous l'effet de la chaleur sur les granulats de plus grande taille présents dans l'échantillon. Cette même remarque permet, en considérant les fabrications *F1* et *F2*, d'observer que la durée de malaxage homogénéise le mélange entre le *LAE* et le *LA* dans le cas des fabrications réalisées à 160°C. La teneur moyenne en *LAE* pour les fabrications *F1*, *F2* et *F3* est respectivement de 50, 48 et 48%. Dans le cas d'une bonne homogénéité, cette valeur doit être égale au pourcentage de recyclage en liant qui est de 56,3%. On observe que seule la fabrication *F2* possède une teneur moyenne en *LAE* de 57%. Ceci indique que le *LAE* est transféré progressivement sur les granulats qui constituent les échantillons lixiviés sous l'action de la température puis du malaxage.

Cet essai de lixiviation indique que la température de mélange prédomine sur la durée du malaxage dans le mécanisme d'homogénéisation des liants *LAE* et *LA*. Cette conclusion doit être confortée par des analyses complémentaires montrant que la même quantité de *LA* et de *LAE* est initialement présente dans les échantillons lixiviés.

#### 4. Conclusion et perspectives :

L'utilisation de la lixiviation dans le but de qualifier le mélange de deux liants bitumineux est concluante. Cet essai s'avère discriminant pour différencier l'effet de la température sur la qualité du mélange de liant. Il est cependant nécessaire de continuer son développement pour le rendre compatible avec l'exigence des contrôles de fabrication. De plus, les critères d'homogénéité obtenus par lixiviation seront corrélés avec la mesure des performances mécaniques des *EBR* pour en confirmer l'intérêt. Bien que connaissant un développement depuis les années 1970, la technologie du recyclage à fort taux n'est pas pleinement développée. Cette étude s'attache à augmenter la compréhension nécessaire à la généralisation de la technique.

#### Références

- [1] I. Walczak, *Détermination des produits organiques d'altérations chimiques et radiochimiques du bitume. Application aux enrobés bitumés*, Thèse 2000isa10008 (2000).
- [2] G. Bicheron et F. Migliori, Bitume régénéré ou bitume plus régénérant ?, *B.L.P.C.*, 182 (1992), 83-88.
- [3] P. Renken, Reuse of higher amounts of reclaimed asphalt in the surface course-Basics to processing techniques and mechanicals properties, *Proceedings of the 3rd Euroasphalt and Eurobitume Congress* (Vienne, 12-14 mai 2004), 172.
- [4] L. J. Zearley, Penetration characteristics of asphalt in a recycled mixture, *Iowa DOT Report*, MLR 79 3 (1979), 17p.
- [5] S. H. Carpenter et J. R. Wolosick, Modifier influence in the characterization of hot-mix recycled materials, *Transportation research record*, 777 (1980), 15-22.
- [6] B. Huang et G. Li, Laboratory investigation of mixing hot-mix asphalt with reclaimed asphalt pavement, *Transportation Research Record*, 1929 (2005), 37-45.
- [7] J. Lamontagne, P. Dumas et V. Mouillet, Comparison by FTIR of different ageing techniques: Application to road bitumen, *Fuel*, 80 (2001), 483-488.
- [8] G. Dana, *K 1010 - Constantes des spectres infrarouges*, Les techniques de l'ingénieur, (1999), 19p.
- [9] F. Farcas et P. Touze, La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier – Une technologie intéressante pour la caractérisation des ciments, *B.L.P.C.*, 230 (2001), 77-88.