



Détermination de la présence et de l'efficacité de dope dans les bétons bitumineux

**Bestimmung der Anwesenheit und Wirksamkeit von
Haftmittel im Asphaltbeton**

**Determination of the presence and efficiency of
adhesion agent in asphalt concrete**

**École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)
Laboratoire des voies de circulation (LAVOC)**

**P. Rychen, Ing. civil dipl. EPF
M. Pittet, Techn. Chef de Laboratoire
A.-G. Dumont, professeur EPF**

**Mandat de recherche VSS 2005/402 sur demande de
l'Office Fédéral des Routes (OFROU)**

Der Inhalt dieses Berichtes verpflichtet nur den (die) vom Bundesamt für Strassen beauftragten Autor(en). Dies gilt nicht für das Formular 3 "Projektabschluss", welches die Meinung der Begleitkommission darstellt und deshalb nur diese verpflichtet.

Bezug: Schweizerischer Verband der Strassen- und Verkehrsfachleute (VSS)

Le contenu de ce rapport n'engage que l' (les) auteur(s) mandaté(s) par l'Office fédéral des routes. Cela ne s'applique pas au formulaire 3 "Clôture du projet", qui représente l'avis de la commission de suivi et qui n'engage que cette dernière.

Diffusion : Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

Il contenuto di questo rapporto impegna solamente l' (gli) autore(i) designato(i) dall'Ufficio federale delle strade. Ciò non vale per il modulo 3 «conclusione del progetto» che esprime l'opinione della commissione d'accompagnamento e pertanto impegna soltanto questa.

Ordinazione: Associazione svizzera dei professionisti della strada e dei trasporti (VSS)

The content of this report engages only the author(s) commissioned by the Federal Roads Office. This does not apply to Form 3 'Project Conclusion' which presents the view of the monitoring committee.

Distribution: Swiss Association of Road and Transportation Experts (VSS)

IMPRESSUM

Service de recherche et équipe de projet

Direction du projet

André-Gilles Dumont

Membres

Patrick Rychen

Michel Pittet

Commission d'experts responsable

Commission d'experts 4.04 : Bitumes et bitumes polymères

Commission de suivi

Président

Tony Bühler

Membres

Blaise Graf

Anders Nättorp

Auteur de la demande

Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

Source

Le présent document est téléchargeable gratuitement sur <http://partnershop.vss.ch>.

RÉSUMÉ

La contribution du phénomène de désenrobage dans l'apparition et la progression de plusieurs dégradations des revêtements est un fait reconnu. Ces dégradations se développent principalement au niveau de la surface de roulement. Néanmoins, les théories et mécanismes qui régissent le phénomène d'adhésion et de cohésion entre les granulats et le liant ne sont toujours pas unanimement décrits de nos jours et une théorie globale fait défaut. L'adhésivité entre liant et granulats fait référence à plusieurs phénomènes physico-chimiques complexes (réaction chimique, énergie de surface, réarrangement moléculaire, viscosité et mouillabilité, etc.) dont les mécanismes réels sont encore peu connus et mal maîtrisés. En ce qui concerne les méthodes d'évaluation de la sensibilité à l'humidité, la plupart de ces méthodes mesurent des propriétés générales telles que la résistance à la traction, au lieu des forces interfaciales réelles. De même, plusieurs essais sont encore en cours d'évaluation afin d'améliorer la capacité de prédire les performances à long terme, la reproductibilité et la corrélation entre les résultats de laboratoire et in situ.

L'objectif du projet a été de développer une méthodologie, d'abord à partir d'essais existants puis de proposer un nouvel essai, permettant de déterminer la présence de dopes dans les liants hydrocarbonés et d'en évaluer l'efficacité. Cet objectif a été considéré en tenant compte des différentes pratiques et méthodologies existantes. Le projet de recherche est divisé en plusieurs étapes. La première vise à faire un inventaire des dopes et des essais correspondants utilisés aujourd'hui, ainsi qu'un bilan de leurs interactions connues avec les granulats et liants routiers type. La deuxième étape consiste à effectuer une analyse détaillée de la présence et d'efficacité des dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés. Enfin, dans une troisième étape, une nouvelle méthodologie de caractérisation de la présence et de l'efficacité des dopes d'adhésivité est proposée.

Il n'existe pas actuellement de méthode faisant référence afin de déterminer la présence d'un dope d'adhésivité dans un liant hydrocarboné et d'en apprécier l'efficacité. Les essais utilisés en Suisse dans ce domaine sont peu nombreux et une comparaison directe entre les résultats des différentes méthodes reste délicate. Les différents essais effectués dans le cadre de cette recherche ont clairement montrés la difficulté à "mesurer" l'adhésivité entre les granulats minéraux et les liants hydrocarbonés. Les conditions d'essais et les caractéristiques mesurées peuvent fortement varier d'un essai à l'autre. Il a surtout été constaté que les essais mécaniques présentent un manque évident de sensibilité pour quantifier les phénomènes d'adhésivité d'un béton bitumineux.

La mise au point d'un essai novateur, l'essai d'efficacité d'un dope, a été effectué dans le cadre de cette recherche. Cet essai, basé sur un essai français développé par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), correspond, de par sa simplicité et sa rapidité, à une méthode pertinente de détection de l'efficacité de dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés et son application, très accessible, amènerait une réelle amélioration, en amont, de la connaissance de la qualité et d'efficacité des liants dopés. L'essai a démontré des résultats prometteurs et sa simplicité, sa rapidité et son coût faible en font un essai intéressant. La modification et l'amélioration du mode opératoire a permis de réaliser des résultats plus pertinents, pour autant que le mode opératoire soit suivi avec rigueur.

L'essai fonctionne correctement avec les liants testés (dopés ou non), mélangés au sable de Fontainebleau traité aux acides, mais n'a pas donné des résultats concluants lors du remplacement du sable de Fontainebleau par des sables provenant des granulats Suisses sélectionnés. L'essai est donc limité actuellement à relever la présence d'un dope d'adhésivité efficace dans un liant hydrocarboné. Au niveau des teneurs en dope, l'essai peut indiquer un surdosage de dope mais ne donne pas la teneur optimale ou minimale pour un granulat choisi. De même, l'essai ne permet pas de détecter la présence d'un dope ayant perdu ses capacités dopantes ou son efficacité dans un liant hydrocarbonés.

Deux études complémentaires ont également été menées, la première s'intéresse à l'impact de l'histoire thermique des liants hydrocarbonés sur l'efficacité des dopes d'adhésivité. Elle a montré une diminution de l'efficacité liée à l'augmentation de la température et des temps de stockage. Ces résultats, qui ont été validés par les fabricants de dopes, n'ont pas pu être confirmés avec suffisamment de précision lors d'essais de désenrobage ou d'essais mécaniques.

La deuxième étude complémentaire traite du développement d'une méthodologie de récupération du liant dopé d'un enrobé. La méthodologie de récupération développée dans le cadre de cette recherche fonctionne correctement pour des liants dopés mis en solution en laboratoire avec des concentrations liant-solvant adéquates. Néanmoins l'application de la méthodologie aux liants dopés récupérés d'enrobés mène à des résultats peu concluants.

Le projet de recherche a également permis de proposer des prescriptions et recommandations pour une meilleure évaluation des phénomènes d'adhésivité des enrobés bitumineux.

Mots clés : adhésivité, dope d'adhésivité, affinité, enrobage, désenrobage.

ZUSAMMENFASSUNG

Der Beitrag des Bindemittelablösungs-Phänomens zur Entstehung und Progression von mehreren Belagsschäden ist eine Tatsache. Diese Schäden entwickeln sich hauptsächlich auf der Fahrbahnoberfläche. Dennoch sind die Theorien und Mechanismen, die die Adhäsion- und Kohäsion-Phänomene zwischen den Gesteinskörnungen und dem Bindemittel bestimmen, heute noch nicht einstimmig beschrieben und eine umfassende Theorie fehlt noch. Das Haftvermögen zwischen Bindemittel und Gesteinskörnungen bezieht sich auf mehrere komplexe physikalisch-chemische Phänomene (chemische Reaktion, Oberflächenenergie, molekulare Umgestaltung, etc.), deren realen Mechanismen noch wenig bekannt und schlecht beherrscht sind. Im Bezug auf die Methoden für die Bewertung der Empfindlichkeit gegenüber von Feuchtigkeit, messen die meisten dieser Methoden allgemeine Eigenschaften wie zum Beispiel die Zugfestigkeit, anstelle der realen Grenzflächenkräfte. Ebenso sind mehrere Testmethoden noch in Untersuchungsphase, um die Fähigkeit der Vorhersage der langfristigen Leistungen, der Reproduzierbarkeit und der Korrelation zwischen den Ergebnissen der Labor- und Feldversuchen zu verbessern.

Das Ziel des Projektes war es, eine Methodik zur Feststellung des Vorhandenseins von Haftmittel in Bindemitteln und zur Bewertung deren Wirksamkeit, zunächst anhand vorhandener Testmethoden und dann mit Hilfe einer neuen Testmethode, zu entwickeln. Diese Zielsetzung wurde unter Berücksichtigung der bestehenden unterschiedlichen Praktiken und Methoden betrachtet. Das Forschungsprojekt ist in mehrere Etappen unterteilt. Als erstes werden die Haftmittel und entsprechenden Testmethoden, welche heutzutage verwendet werden, und ihr Zusammenhang mit Gesteinskörnungen und Bindemittel erhoben. Die zweite Etappe besteht darin, eine detaillierte Analyse des Vorhandenseins und der Wirksamkeit von Haftmittel in Bindemittel durchzuführen. Schlussendlich wird in der dritten Etappe eine neue Methodik zur Charakterisierung des Vorhandenseins und der Wirksamkeit von Haftmittel vorgeschlagen.

Es gibt zurzeit keine Referenzmethode, um das Vorhandensein eines Haftmittels im Bindemittel zu bestimmen, und um dessen Wirksamkeit zu messen. Die in der Schweiz verwendeten Testmethoden in diesem Bereich sind wenig zahlreich und ein direkter Vergleich zwischen den Ergebnissen dieser verschiedenen Methoden bleibt schwierig. Die im Rahmen dieser Forschung durchgeführten Testmethoden haben deutlich gezeigt, wie schwierig es ist, das Haftvermögen zwischen Gesteinskörnungen und Bindemittel zu "messen". Die Prüfbedingungen und die gemessenen Eigenschaften können sehr unterschiedlich sein von einer Methode zur anderen. Es wurde vor allem festgestellt, dass die mechanischen Prüfungen einen deutlichen Mangel an Sensibilität gegenüber dem Adhäsions-Phänomen im Asphaltbeton vorweisen.

Die Entwicklung einer neuartigen Testmethode ("essai d'efficacité d'un dope") wurde während dieser Forschung durchgeführt. Diese Methode beruht auf einer Testmethode, welche vom Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) entwickelt wurde. Sie entspricht, dank seiner Einfachheit und Schnelligkeit, einem interessanten Mittel zur Bewertung der Wirksamkeit von Haftmittel in Bindemittel, und seine zugängliche Anwendung würde eine reelle Verbesserung der Qualitäts- und der Wirksamkeitskontrolle der mit Haftmittel versehenen Bindemittel mit sich bringen. Der Test hat vielversprechende Ergebnisse vorgewiesen und seine Einfachheit, seine Schnelligkeit und seine niedrigen Kosten machen ihn zu einer interessanten Testmethode. Die Modifikation und die Verbesserung des Testverfahrens hat es erlaubt, aussagekräftigere Ergebnisse zu erzielen. Hierfür muss das Verfahren jedoch strengstens befolgt werden.

Das Testverfahren funktioniert einwandfrei mit den geprüften Bindemitteln (mit oder ohne Haftmittel), vermischt mit dem Sand "Sable de Fontainebleau", welcher mit Säure behandelt wurde. Jedoch konnten keine schlüssigen Ergebnisse mit den ausgewählten herkömmlichen Schweizer Sand-Typen erzielt werden. Daher kann der aktuelle Test nur zur Bestimmung des Vorhandenseins eines wirksamen Haftmittels im Bindemittel eingesetzt werden. Was den Haftmittelgehalt anbelangt, kann die Testmethode eine

Überdosierung von Haftmittel nachweisen, jedoch ergibt er keine Erkenntnisse über den optimalen oder minimalen Gehalt an Haftmittel für bestimmte Gesteinskörnungen. Ebenso kann der Test das Vorhandensein eines Haftmittels im Bindemittel, welches seine Haft-Kapazität oder seine Wirksamkeit verloren hat, nicht nachweisen.

Zwei ergänzende Untersuchungen wurden ebenfalls durchgeführt. Die erste gilt der Untersuchung der Auswirkung der thermischen Geschichte der Bindemittel auf die Wirksamkeit der Haftmittel. Sie hat eine Abnahme der Wirksamkeit der Haftmittel hervorgehoben, welche mit der zunehmenden Lagerungstemperaturen und -Zeiten zusammenhängt. Diese Ergebnisse, die von den Haftmittel-Herstellern bestätigt wurden, konnten nicht mit genügender Präzision anhand der Testmethoden zur Messung des Haftvermögens und den mechanischen Testmethoden bestätigt werden.

Die zweite ergänzende Untersuchung gilt der Entwicklung einer Methodik für die Rückgewinnung des mit Haftmittel hergestellten Bindemittels eines Mischgutes. Die in diesem Forschungsprojekt entwickelte Methodik funktioniert einwandfrei mit Bindemitteln, welche im Labor mit einer gewünschten Konzentration der Bindemittel-Lösungsmittel Mischung hergestellt wurden. Jedoch führt die Verwendung dieser Methodik bei rückgewonnenen Bindemitteln zu unschlüssigen Ergebnissen.

Das Forschungsprojekt hat es ebenfalls erlaubt, Anforderungen und Empfehlungen für eine bessere Beurteilung des Adhäsions-Phänomens von Asphaltbeton vorzuschlagen.

Kennwörter: Haftvermögen, Haftmittel, Affinität, Benetzung, Bindemittelablösung.

SUMMARY

The contribution of the stripping phenomenon in the emergence and progression of several degradations of pavements is a known fact. These degradations are noticed mainly at the road surface. Nevertheless, theories and mechanisms that determine the phenomena of adhesion and cohesion between the aggregates and the asphalt binder are still not universally described nowadays and a global theory is lacking. The adhesion between asphalt binder and aggregates refers to several complex physico-chemical phenomena (chemical reaction, surface energy, molecular rearrangement, viscosity and wettability, etc.) whose actual mechanisms are still little known and not completely mastered. Regarding test-methods for assessing the sensitivity to moisture, most of these methods measure overall properties such as tensile strength, instead of the real interfacial forces. Besides, several methods are still under investigation in order to improve the ability to predict long term performances, reproducibility and the correlation between the laboratory- and field-tests results.

The project objective was to develop a methodology, initially from existing test-methods and then using a new method, for determining the presence of adhesion agents in the asphalt binders and for evaluating their efficiency. This objective has been considered taking into account existing practices and methodologies. The research project is divided into several tasks. The first is about making an inventory of adhesion agents and relevant test-methods used today, as well as a summary of their known interactions with aggregates and asphalt binder types. The second task is about conducting a detailed analysis of the presence and efficiency of adhesion agents in asphalt binders. Finally, a new methodology for the characterisation of the presence and efficiency of adhesion agents is proposed.

There is currently no reference method to determine the presence of an adhesion agent in an asphalt binder and to evaluate its efficiency. The test-methods used in Switzerland in this field are few and a direct comparison between the results of the different methods remains difficult. The various methods carried out as part of this research have clearly shown the difficulty to "measure" adhesion between mineral aggregates and asphalt binders. The test conditions and measured characteristics can vary widely from one test to another. It has mainly been found that the mechanical tests show a clear lack of sensitivity to quantify the phenomena of adhesion of asphalt concrete.

The development of an innovative test-method ("essai d'efficacité d'un dope") was performed in this research. This test is based on a test-method developed by the Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC). It corresponds to a simple, fast and interesting way of determining the efficiency of adhesion agents in asphalt binders, and its application would be an amelioration of existing knowledge. The test has shown promising results and its simplicity, rapidity and low cost make it an interesting test-method. The modification and improvement of the testing procedure has enabled to provide more relevant results. Therefore, the procedure has to be followed rigorously.

The test-method works correctly with the binders tested (with or without adhesion agent), mixed with the acid treated "sable de Fontainebleau" sand, but did not give conclusive results when replacing the "sable de Fontainebleau" sand by selected Swiss sand aggregates. The test-method is currently limited to detect the presence of an effective adhesion agent in an asphalt binder. The test-method may indicate an overdose of adhesion agent but does not give the optimal or minimum adhesion agent content for a chosen aggregate. Similarly, the test-method does not detect the presence of an adhesion agent that lost his adhesion capacity or efficiency in an asphalt binder.

Two additional studies have been conducted; the former focuses on the impact of the thermal history of asphalt binders on the efficiency of adhesion agents. It indicated a decrease in the efficiency of adhesion agents for increasing storage temperature and storage time. These results, which were validated by the manufacturers of dopes, have not been confirmed with enough accuracy by the stripping or mechanical tests.

The second additional study consists in developing a methodology for recovery of binder produced with adhesion agents from an asphalt mixture. The methodology developed in this research works well with binders produced in the laboratory with an appropriate binder-solvent concentration. However, the use of this methodology with recovered binders shows inconclusive results.

The research project has also allowed proposing requirements and recommendations for a better assessment of the phenomena of adhesion of asphalt concrete.

Key words: Adhesion, adhesion agent, affinity, coating, stripping of binder.

TABLE DES MATIERES

IMPRESSUM.....	I
RÉSUMÉ	III
ZUSAMMENFASSUNG	V
SUMMARY	VII
TABLE DES MATIERES	IX
LISTE DES FIGURES	XII
LISTE DES TABLEAUX	XIII
1 INTRODUCTION	1
1.1 Problématique.....	1
1.2 Objectifs du projet de recherche.....	1
1.3 Méthodologie – Programme	1
1.3.1 Etape 1 – Etat de l’art : bilan des dopes utilisés aujourd’hui	3
1.3.2 Etape 2 – Analyse approfondie de la présence et de l’efficacité des dopes d’adhésivité.....	3
1.3.3 Etape 3 – Mise au point d’une nouvelle méthodologie de caractérisation de la présence et de l’efficacité des dopes d’adhésivité.....	4
1.3.4 Etape 4 – Rapport final	4
1.4 Changements effectués par rapport à l’appel d’offre	5
1.5 Implications pour la pratique	5
1.6 Effet sur la normalisation.....	5
2 THÉORIES ET MÉCANISMES D’ADHÉSIVITÉ DES ENROBÉS BITUMINEUX.....	7
2.1 Termes et définitions.....	7
2.2 Mécanismes d’adhésivité des enrobés bitumineux	8
2.2.1 Forces d’adhésion et mécanismes d’adhésivité	9
2.2.2 Particularité des enrobés bitumineux	11
2.2.3 Paramètres intervenant dans les mécanismes d’adhésivité granulat/liant	12
2.2.4 Mécanisme d’auto-réparation (healing process).....	18
2.3 Dégradations des enrobés bitumineux dues à la présence d’humidité	18
2.3.1 Dégradations dues à la présence d’humidité	19
2.3.2 Mécanismes de désenrobage (stripping of binder).....	19
2.3.3 Paramètres intervenant dans les mécanismes de désenrobage	21

2.4 Techniques d'amélioration de l'adhésivité des enrobés bitumineux	25
2.4.1 Techniques d'amélioration de l'adhésivité granulat/liant	26
2.4.2 Utilisation d'un dope d'adhésivité	28
3 ÉTAT DE L'ART	33
3.1 Essais	33
3.1.1 Aperçu des essais utilisés au niveau international	34
3.1.2 Aperçu des essais utilisés au niveau suisse et européen	40
3.1.3 Aperçu et typologie des essais retenus	42
3.1.4 Limites des essais actuels et recherche en cours	43
3.2 Enquête auprès des utilisateurs de dopes d'adhésivité	44
3.2.1 Aperçu des réponses à l'enquête	45
3.2.2 Inventaire des dopes utilisés selon l'enquête	45
3.2.3 Cas de compatibilité/incompatibilité avérés	46
3.2.4 Essais de vérification	46
3.2.5 Remarques	47
3.3 Conditions d'utilisation des dopes d'adhésivité	47
3.3.1 Caractéristiques des dopes d'adhésivité employés en Suisse	47
3.3.2 Influence des granulats minéraux sur l'affinité granulats-liant	47
3.3.3 Influence des liants hydrocarbonés sur l'affinité granulats-liant	48
3.3.4 Type et teneur en dope d'adhésivité selon l'enrobé fabriqué	48
3.4 Choix des matériaux	49
3.4.1 Granulats minéraux	49
3.4.2 Liants hydrocarbonés	51
3.4.3 Dopes d'adhésivité	52
4 ÉTUDE SUR LA PRÉSENCE ET L'EFFICACITÉ DES DOPES D'ADHÉSIVITÉ	53
4.1 Étude fondamentale	55
4.1.1 Essais préliminaires	55
4.1.2 Essai de désenrobage	56
4.2 Étude d'investigation	60
4.2.1 Essai de sensibilité à l'eau	60
4.2.2 Essai de traction indirecte	62
4.2.3 Essai Cantabro	64
4.2.4 Essai micro-Deval modifié	64
4.2.5 Remarques	66
4.3 Essai d'efficacité d'un dope	67
4.3.1 Description et fonctionnement de l'essai de présence et d'efficacité d'un dope	67
4.3.2 Etude paramétrique	69
4.3.3 Essai d'efficacité d'un dope	78

4.4	Influence de l'histoire thermique sur l'efficacité des dopes d'adhésivité	78
4.4.1	Essai d'efficacité d'un dope	78
4.4.2	Essai de désenrobage	80
4.4.3	Essai de sensibilité à l'eau.....	81
4.4.4	Remarques.....	82
4.5	Etude sur la récupération du liant d'un enrobé dopé	82
4.5.1	Description et fonctionnement de la méthode de récupération du liant	82
4.5.2	Essai d'efficacité d'un dope	84
4.5.3	Remarques.....	84
4.6	Remarques générales	85
5	NOUVELLE MÉTHODOLOGIE DE CARACTÉRISATION DE LA PRÉSENCE ET DE L'EFFICACITÉ DES DOPES D'ADHÉSIVITÉ	87
5.1	Considérations lors du choix des matériaux	87
5.1.1	Choix des granulats minéraux.....	87
5.1.2	Choix du liant hydrocarboné	87
5.2	Nécessité de dopage et choix du dope d'adhésivité	89
5.2.1	Nécessité de dopage.....	89
5.2.2	Choix du dope d'adhésivité et des caractéristiques de dopage	89
5.2.3	Dopage du liant hydrocarboné	89
5.3	Contrôle de la présence et de l'efficacité du dope d'adhésivité	89
5.3.1	Utilisation sans délai du liant hydrocarboné dopé	89
5.3.2	Stockage du liant hydrocarboné dopé.....	90
5.3.3	Utilisation d'un liant hydrocarboné dopé par le fabricant	90
5.3.4	Essai d'efficacité d'un dope	90
6	CONCLUSIONS GÉNÉRALES	91
6.1	Propositions pratiques.....	92
6.2	Propositions pour l'adaptation des normes	93
6.3	Propositions pour des recherches ultérieures	94
7	BIBLIOGRAPHIE	95
8	ANNEXES	99
8.1	Essai d'efficacité d'un dope – Mode opératoire adapté.....	99
8.2	Procédure de récupération du liant	107
8.3	Descriptifs des dopes d'adhésivité	109
8.4	Résultats des essais	112
	CLÔTURE DU PROJET	123
	INDEX DES RAPPORTS DE RECHERCHE EN MATIÈRE DE ROUTE	125

LISTE DES FIGURES

Figure 1 – Méthodologie générale	2
Figure 2 – Enquête – Utilisation et chronologie de l'ajout des dopes d'adhésivité	45
Figure 3 – Enquête – Fournisseurs et teneur en dopes d'adhésivité	46
Figure 4 – Enquête – Vérification de l'efficacité des dopes d'adhésivité et essais appliqués.....	46
Figure 5 – Première identification de cas particuliers.....	49
Figure 6 – Carte géologique avec emplacement des carrières/gravières sélectionnées	51
Figure 7 – Tableau synoptique de l'étude de présence et d'efficacité des dopes d'adhésivité.....	54
Figure 8 – Exemple d'un essai de désenrobage SN 670 460 [70] pour les granulats Farrisola	59
Figure 9 – Exemple d'un essai de sensibilité à l'eau EN 12697-12 [65].....	62
Figure 10 – Exemple d'un essai de traction indirecte EN 12697-23 [67]	63
Figure 11 – Proposition d'une échelle de sensibilité.....	68
Figure 12 – Schéma de l'étude paramétrique	69
Figure 13 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai standard non dopé.....	70
Figure 14 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai standard dopé.....	71
Figure 15 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai standard dopé avec différents dosages	72
Figure 16 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé avec granulats sélectionnés.....	73
Figure 17 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé avec granulométrie adaptée.....	74
Figure 18 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai dopé avec granulats sélectionnés	75
Figure 19 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé (solvant : toluène).....	76
Figure 20 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé (solvant : perchloréthylène).....	76
Figure 21 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai dopé (solvant : toluène)	77
Figure 22 – Essai d'efficacité d'un dope – Essai avec différentes histoires thermiques (Liant : 70/100 Reichstett ; Dope : BITHAFTIN-BIT ; Solvant : Toluène)	79
Figure 23 – Méthode de récupération – Evaluation de différents procédés	83
Figure 24 – Essai d'efficacité d'un dope – Essai sur liant récupéré	84
Figure 25 – Méthodologie de caractérisation	88
Figure 26 – Courbe granulométrique du sable de Fontainebleau.....	99
Figure 27 – Interprétation des résultats de l'essai d'efficacité d'un dope	106
Figure 28 – Courbe d'évaporation du toluène d'une solution liant-toluène	108

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 – Synthèse des paramètres pouvant intervenir dans les mécanismes d'adhésivité liant-granulat	13
Tableau 2 – Synthèse des mécanismes de désenrobage	20
Tableau 3 – Synthèse des paramètres pouvant intervenir dans les mécanismes de désenrobage.....	22
Tableau 4 – Synthèse des techniques d'amélioration de l'adhésivité granulat/liant	26
Tableau 5 – Synthèse des essais d'adhésivité principaux	35
Tableau 6 – Synthèse des techniques de mesure directe des caractéristiques d'adhésivité	37
Tableau 7 – Type et nombre de contrôles à effectuer sur les matériaux	40
Tableau 8 – Type et nombre de contrôles à effectuer sur les bétons bitumineux	40
Tableau 9 – Essais retenus pour le projet de recherche	42
Tableau 10 – Granulats minéraux sélectionnés – Première identification de cas particuliers	50
Tableau 11 – Liants hydrocarbonés sélectionnés – Première identification de cas particuliers	51
Tableau 12 – Dopes d'adhésivité sélectionnés – Première identification de cas particuliers	52
Tableau 13 – Caractéristiques des liants sélectionnés.....	56
Tableau 14 – Taux d'enrobage [%] selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70] (sans dope d'adhésivité)	57
Tableau 15 – Taux d'enrobage selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70] (avec dope d'adhésivité)	58
Tableau 16 – Ratio ITSR selon l'essai de sensibilité à l'eau [65].....	61
Tableau 17 – ITS selon l'essai de traction indirecte [67]	63
Tableau 18 – Perte de matériaux [%] selon l'essai Cantabro [66]	64
Tableau 19 – Perte de masse [%] selon l'essai micro-Deval modifié [57]	65
Tableau 20 – ITSR selon l'essai de sensibilité à l'eau pour l'enrobé drainant [65]	65
Tableau 21 – Comparaison essai de désenrobage – essai de sensibilité à l'eau.....	66
Tableau 22 – Essai d'efficacité d'un dope – Résultats de l'essai avec différentes histoires thermiques.....	80
Tableau 23 – Taux d'enrobage [%] sur liant vieilli thermiquement selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70].....	80
Tableau 24 – ITSR selon l'essai de sensibilité à l'eau [65] avec liant vieilli thermiquement	81

1 INTRODUCTION

1.1 Problématique

L'utilisation de dopes d'adhésivité comme ajout dans les liants hydrocarbonés est à ce jour couramment pratiquée. Cependant, de nombreuses questions restent posées en ce qui concerne le rôle et l'évolution de l'efficacité liée à l'altération de ces ajouts. En effet, le terme d'adhésivité entre liant et granulat fait référence à plusieurs phénomènes physico-chimiques complexes (réaction chimique, énergie de surface, réarrangement moléculaire, viscosité et mouillabilité) mais le mécanisme réel est encore peu connu et mal maîtrisé.

De plus, il n'existe pas actuellement de méthode faisant référence permettant d'apprécier l'efficacité des dopes utilisés dans les enrobés. Une méthode développée à cet effet permettrait de mieux appréhender l'influence de divers paramètres (température, vieillissement, compatibilité, etc.) sur le comportement des dopes.

1.2 Objectifs du projet de recherche

L'objectif du projet est de développer une méthodologie, d'une part à partir d'essais existants et d'autre part au moyen d'un nouvel essai, permettant de déterminer la présence de dopes dans les liants hydrocarbonés et d'en évaluer l'efficacité. Les différentes pratiques et méthodologies existantes ont été intégrées au projet.

1.3 Méthodologie – Programme

Le projet de recherche est divisé en quatre étapes. La première vise à faire un inventaire des dopes et des essais correspondants utilisés aujourd'hui ainsi qu'un bilan de leurs interactions connues avec les granulats et liants routiers type. La deuxième étape consiste à effectuer une analyse détaillée de la présence et l'efficacité des dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés. Dans une troisième étape, une nouvelle méthodologie de caractérisation de la présence et de l'efficacité des dopes d'adhésivité a été développée et proposée. Enfin l'étape finale traite de la synthèse et de la rédaction du rapport final.

La méthodologie utilisée pour ce projet de recherche est schématisée dans la figure ci-après (Figure 1).

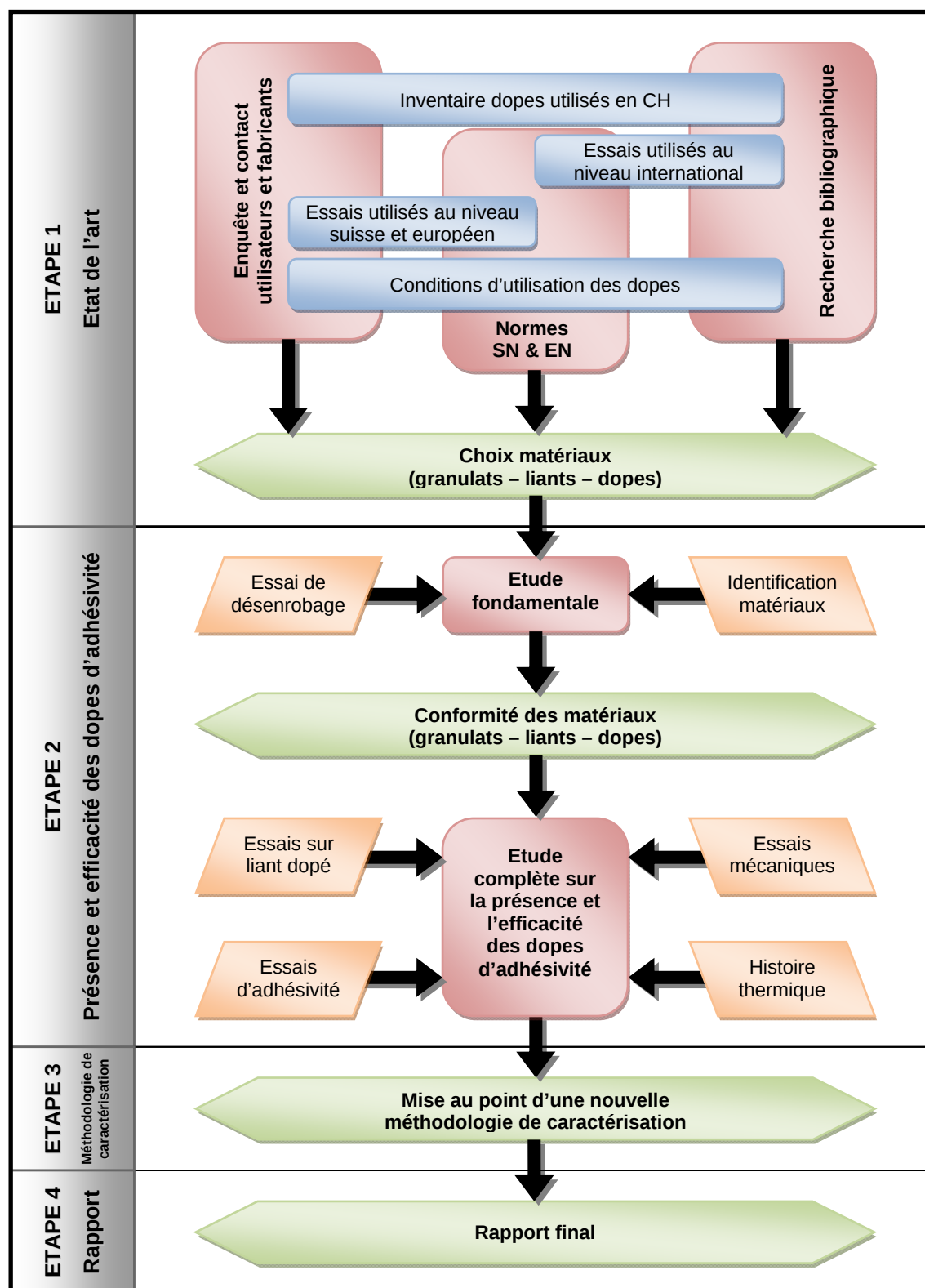


Figure 1 – Méthodologie générale

1.3.1 Etape 1 – Etat de l'art : bilan des dopes utilisés aujourd'hui

La première étape vise à établir un bilan complet des dopes et des essais correspondant utilisés aujourd'hui au niveau international ainsi qu'en Suisse. Les cas de compatibilités et incompatibilités avérés ont été analysés, ainsi que les conditions d'utilisations actuelles. A la fin de cette étape, un premier choix a été effectué par rapport aux matériaux (granulats, liants, dopes) utilisés pour la suite du projet.

a) Analyse du phénomène d'adhésivité

Une analyse détaillée du phénomène de l'adhésivité liant-granat a été effectuée afin de décrire les théories et mécanismes d'adhésivité des enrobés bitumineux. Une partie importante de cette étape a traitée du problème de présence d'humidité dans les enrobés avec ses dégradations qui en résultent et des techniques d'amélioration de l'adhésivité.

b) Analyse des essais d'adhésivité

Une analyse poussée des essais sur l'adhésivité liant-granat a été menée afin d'établir un aperçu des essais utilisés et existants au niveau international ainsi qu'en Suisse. L'efficacité et la sensibilité de ces essais ainsi que les essais retenus pour la suite du projet ont également été abordés.

c) Enquête et contact avec les utilisateurs et les fabricants de dopes

Une enquête menée auprès des utilisateurs de dopes d'adhésivité et des contacts avec les fabricants de dopes a permis d'identifier les dopes utilisés aujourd'hui ainsi que les essais réalisés pour la mise au point de ces produits et leur contrôle. De même, les cas de compatibilités/incompatibilités et les conditions d'utilisation des dopes ont été abordés dans le questionnaire envoyé à des utilisateurs Suisse et à des fabricants internationaux et nationaux.

d) Première identification de cas particuliers (granulats-liant-dope)

Une étude exhaustive de l'efficacité de tous les dopes existants en combinaison avec des granulats et des liants représentatifs n'est pas réaliste. Cette première phase a donc conduit à identifier plusieurs cas représentatifs du rôle (positif ou au contraire discutable) des dopes. Ces cas particuliers ont par la suite servis de cas de référence pour les étapes suivantes traitant d'une étude précise de l'efficacité des dopes en fonction de divers paramètres.

1.3.2 Etape 2 – Analyse approfondie de la présence et de l'efficacité des dopes d'adhésivité

L'objectif de cette deuxième partie consiste à déterminer, à partir d'essais existants, la présence et l'efficacité des dopes à différentes étapes en amont et en aval de la fabrication. Pour les formulations identifiées dans la première étape, une démarche systématique de mesures de performance a été suivie. Cette étude s'est appuyée aussi bien sur des essais retenus dans le cadre de la normalisation européenne que sur des essais spécifiques. La problématique de la présence et de l'efficacité des dopes d'adhésivité pendant la durée de vie des enrobés a été brièvement abordée, mais ne faisait pas partie des objectifs de ce projet de recherche.

a) Essais préliminaires sur l'identification des matériaux (granulats-liant-dope)

Des essais préliminaires sur l'identification des matériaux ont été réalisés afin de juger de la conformité des matériaux choisis dans la première étape et de déterminer les cas particuliers (granulats-liant-dope). Les essais retenus sont les essais standard de conformité des matériaux : Analyse granulométrique par tamisage (EN 933-1 [56]), teneur en fines (EN 933-1 [56]), teneur en eau (EN 17892-1 [69]), point de ramollissement (EN 1427 [59]), pénétration à 25°C (EN 1426 [58]) et viscosité dynamique (SN 671 722 [71]).

b) Caractérisation de l'adhésivité – 2^{ème} identification de cas particuliers (granulats-liant-dope)

L'essai d'adhésivité passive (essai d'adhésivité des liants bitumineux aux granulats minéraux – essai de désenrobage ; SN 670 460 [70] (anciennement SN 671 960)) a été utilisé pour vérifier l'affinité des couples granulats-liant dans un premier temps, et pour l'analyse de la compatibilité granulats-liant-dope dans un deuxième temps. L'objectif étant de vérifier la conformité des matériaux et de détecter tout biais pouvant se présenter dans les matériaux livrés ainsi que de disposer de résultats permettant une comparaison avec les essais à suivre.

Une sélection plus stricte des matériaux a ensuite été appliquée pour finalement arriver au choix de matériaux représentatifs.

c) Essais sur enrobé bitumineux avec liant dopé – Essais mécaniques

L'objectif de ces essais était d'analyser les matériaux sélectionnés à l'aide d'une étude mécanique afin de déterminer l'influence d'un dope d'adhésivité sur les performances mécaniques des enrobés. Dans un premier temps, deux essais normalisés SN/EN ont été employés : Essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]) et essai de traction indirecte (EN 12697-23 [67]). Puis des essais supplémentaires ont été effectués (Essai Cantabro (EN 12697-17 [66]) et Essai micro-Deval modifié (EN 1097-1 [57] – modifié)). Une caractérisation mécanique des matériaux testés a ainsi pu être obtenue.

d) Essais sur liant dopé – Essai d'efficacité d'un liant dopé

L'essai d'efficacité d'un dope (basé sur l'essai développé par le LCPC) a été évalué, adapté et amélioré pour aboutir à la mise au point d'un essai simple, rapide et peu coûteux permettant d'indiquer l'efficacité d'un dope d'adhésivité dans un liant hydrocarboné.

e) Influence de l'histoire thermique sur l'efficacité d'un liant dopé

Une analyse a été menée à l'aide de l'essai d'efficacité d'un dope, de l'essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]) et de l'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]), dans le but d'identifier l'influence de différentes histoires thermiques sur l'efficacité d'un liant dopé.

f) Récupération du liant d'un enrobé dopé

Une étude complémentaire a été menée dans le but de mettre au point une méthode de récupération du liant dopé d'un enrobé afin de disposer d'un liant dans les conditions requises pour l'essai d'efficacité d'un dope. Cette étude a pour objectif d'évaluer le comportement des dopes d'adhésivité après fabrication et/ou pose de l'enrobé.

1.3.3 Etape 3 – Mise au point d'une nouvelle méthodologie de caractérisation de la présence et de l'efficacité des dopes d'adhésivité

La troisième étape consiste à mettre au point une nouvelle méthodologie de caractérisation, dont l'objectif est de proposer une démarche pour le contrôle de la présence et de l'efficacité des dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés. Cette méthodologie repose sur les résultats de l'analyse menée lors de l'étape précédente.

1.3.4 Etape 4 – Rapport final

L'analyse et l'interprétation des résultats issus de cette recherche ont finalement conduit à la rédaction d'un rapport de synthèse complète.

1.4 Changements effectués par rapport à l'appel d'offre

Les essais mécaniques ayant présentés des résultats peu convaincants pour mesurer des différences de performances suffisamment significatives, notre attention s'est portée sur un autre type d'essai, l'essai d'efficacité d'un liant dopé.

L'abandon des essais mécaniques tels que proposés dans l'appel d'offre a donc été compensé par une étude approfondie de la méthode choisie par le LAVOC.

1.5 Implications pour la pratique

L'implication directe de ce travail de recherche a été à court terme d'établir un bilan précis des produits utilisés actuellement en Suisse et l'identification des systèmes (granulats-liant-dope) qui fonctionnent de ceux qui posent problèmes. De même un aperçu des essais sur l'adhésivité utilisés actuellement et leurs avantages/inconvénients permet de cibler les essais à effectuer selon les objectifs recherchés de l'étude.

Ensuite, la nouvelle méthodologie de caractérisation de l'efficacité des dopes d'adhésivité proposée permet de simplifier les procédures pour tester la compatibilité entre différents matériaux (granulats-liant-dope). Ceci a été réalisé principalement au moyen d'un essai simple et rapide.

La validation de cet essai devra ensuite conduire à un programme de recherche plus large permettant à la fois de caractériser l'efficacité instantanée mais également les performances à plus long terme de tels agents d'adhésivité.

1.6 Effet sur la normalisation

Ce travail permet à la VSS de mettre en place des recommandations ou des directives définissant les conditions d'utilisation de dopes et la caractérisation de l'efficacité de nouveaux agents d'adhésivité. De même, le travail propose un essai novateur permettant d'évaluer l'efficacité d'un dope d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés.

2 THÉORIES ET MÉCANISMES D'ADHÉSIVITÉ DES ENROBÉS BITUMINEUX

Déjà au début des années 1920, la contribution du phénomène de désenrobage dans l'apparition et la progression de plusieurs dégradations des revêtements a été reconnue. Ces dégradations se développent principalement au niveau de la surface de roulement. C'est également à ce moment-là que les premiers essais en laboratoire ont vu le jour (Chapitre 3.1). Néanmoins, les théories et mécanismes qui régissent le phénomène d'adhésion et de cohésion entre les granulats et le liant ne sont toujours pas unanimement décrits de nos jours. En effet, même si les mécanismes d'adhésion les plus importants sont connus, leur interaction n'est pas encore établie de manière solide.

Dans ce chapitre un aperçu des différentes théories et mécanismes d'adhésivité est donné. Pour faire ceci, on se limite au cas des enrobés bitumineux. Les points fondamentaux concernant les mécanismes d'adhésivité entre les granulats et le liant avec leurs paramètres principaux sont expliqués de manière plus succincte. Par la suite, les dégradations des enrobés bitumineux résultantes de la présence d'humidité sont discutées, avec comme thème principale le phénomène de désenrobage. Les mécanismes de désenrobage, avec leurs paramètres qui jouent un rôle important dans l'apparition et la progression du phénomène, sont décrits plus en détail, et puis un bref inventaire des techniques d'amélioration de l'adhésivité granulat/liant est exposé. Finalement, parmi ces techniques d'amélioration, la technique des dopes d'adhésivité est analysée de manière plus précise.

2.1 Termes et définitions

Les termes techniques concernant de manière générale les phénomènes d'adhésivité et de cohésivité sont définis par la suite.

Adhésivité – Haftvermögen/Adhäsion – Adhesion

Affinité d'un matériau par rapport à un autre. Dans le cas des enrobés bitumineux, on parle d'affinité d'un liant bitumineux par rapport aux granulats minéraux, ou d'adhérence d'un liant hydrocarboné aux granulats minéraux. Il convient de distinguer entre l'adhésivité active (« aptitude d'un liant à se fixer sur un granulat, qu'il soit sec ou humide » [11]) et l'adhésivité passive (« aptitude d'un liant vis-à-vis d'un granulat à résister au désenrobage sous l'action de l'eau ou d'un autre élément physique ou chimique » [11]).

L'adhésivité peut être caractérisée par les forces d'adhésion qui correspondent aux forces reliant les molécules d'un corps 1 aux molécules d'un corps 2. Le terme d'« adhésion mécanique », qui décrit la force (par unité de surface) nécessaire pour rompre l'assemblage liant-granulat, est utilisé plus couramment.

L'adhésivité en soi n'est pas une caractéristique spécifique d'un matériau, en effet, elle n'est reconnaissable que lorsque deux matériaux sont mis en contact.

Cohésivité – Bindekraft/Kohäsion – Cohesivity/Cohesion

Caractéristique complexe d'un matériau décrivant son aptitude à se casser ou se rompre. Elle peut être mesurée par le travail de cohésion qui correspond au travail nécessaire pour séparer en deux une colonne de liquide de 1 cm² de section. Dans le cas des enrobés bitumineux, on utilise le terme de « cohésivité » pour décrire les défaillances se produisant par une cassure du liant.

Enrobage – Benetzung – Coating/Mixing

Opération qui consiste à envelopper un granulat minéral par un mince film de liant hydrocarboné. Il convient de distinguer entre l'enrobage actif (enrobage qui peut être atteint en présence d'eau) et l'enrobage passif (enrobage persistant après un entreposage dans l'eau).

L'enrobage peut être caractérisé par le taux (ou degré) d'enrobage. Celui-ci équivaut au pourcentage de la surface effectivement enrobée des granulats minéraux.

Désenrobage – Bindemittelablösung – Stripping of binder

Opération qui consiste à décoller un mince film de liant hydrocarboné d'un granulat minéral en présence d'eau. Les mécanismes de désenrobage permettent d'apprécier l'adhésivité liant-granulat (Chapitre 2.3.2).

Dope (d'adhésivité)/Agent d'adhésivité/Dope d'interface – Haftmittel – Adhesion agent/Anti-stripping agent

Produit chimique qui permet de favoriser l'adhésivité entre deux matériaux. Dans le cas des enrobés bitumineux, les dopes d'adhésivité permettent déjà en petite quantité d'améliorer l'affinité des granulats, notamment quand ceux-ci sont humides, par rapport au liant hydrocarboné. Les dopes sont pour la plupart du temps des produits tensio-actifs qui modifient l'enrobage des granulats par le liant et qui améliorent les liaisons entre ceux-ci.

L'utilisation de dope d'adhésivité permet une amélioration importante de l'adhésivité, principalement lorsque le couple liant/granulat est peu ou pas compatible, par exemple dans le cas des granulats de type siliceux.

2.2 Mécanismes d'adhésivité des enrobés bitumineux

L'adhérence des liants bitumineux sur les granulats est un facteur qui a une influence prépondérante sur la durée de vie d'un béton bitumineux. Une bonne affinité du couple liant/granulat favorise l'adhésivité (mouillabilité) avec pour effet une diminution du risque de désenrobage par l'eau et une réduction du risque d'arrachement des grains. A contrario, une déficience de compatibilité liant/granulat mène à une sensibilité plus élevée au désenrobage avec pour effet la diminution significative de la durée de vie du revêtement ainsi qu'un risque accru d'arrachement de grains.

Avant de s'intéresser plus en détail au phénomène de désenrobage des enrobés bitumineux, un bref rappel des théories générales sur l'adhésivité est donné dans ce chapitre. Tout d'abord les forces d'adhésion fondamentales et les mécanismes expliquant le phénomène d'adhésivité entre le liant hydrocarboné et les granulats sont décrits. Ensuite, les paramètres intervenant dans ces mécanismes d'adhésivité sont énumérés et expliqués. A la fin du chapitre, le phénomène d'autoréparation est abordée, car celui-ci joue un rôle important dans la progression d'une défaillance dans les enrobés bitumineux.

2.2.1 Forces d'adhésion et mécanismes d'adhésivité

Les forces d'adhésion ainsi que les mécanismes d'adhésivité ont fait, et font toujours, office de sujets de recherche pour beaucoup d'études menées dans le passé, ou à venir. A l'heure actuelle, aucune théorie générale décrivant les phénomènes d'adhésivité et de cohésivité n'est acceptée unanimement par le domaine scientifique. Par conséquent, dans ce chapitre ne sont décrites que les théories et mécanismes d'adhésivité actuellement reconnus et démontrés.

Comme décrit dans le chapitre précédent (Chapitre 2.1), l'adhésivité entre deux corps peut être caractérisée par les forces d'adhésion. Celles-ci correspondent aux forces qui relient les molécules du premier matériau aux molécules du deuxième. Ces forces, qui sont de natures très diverses, évaluent les liens existants et apprécient donc l'interaction intermoléculaire entre ces deux corps.

Les principales forces d'adhésion présentes aux interfaces de deux corps en contact direct sont de type électrostatique (forces électrostatiques entre deux charges séparées – Forces de Coulomb) et électrodynamique (forces électrodynamiques – p. ex. Forces de Van der Waals). Les forces de Coulomb jouent un rôle prépondérant dans la formation de liens ioniques. Un lien idéal se produit lorsqu'un ion positif (cation) et un ion négatif (anion) se trouvent face-à-face et s'attirent selon la loi de Coulomb. Ces forces électrostatiques correspondent aux forces d'interaction les plus fortes dans la formation d'un lien ionique. Les forces de Van der Waals décrivent les réactions intermoléculaires et se composent de plusieurs forces d'interaction : forces de London (effets de dispersion), forces de Keeson (effets d'orientation) et forces de Debye (effets d'induction).

2.2.1.1 Mécanismes d'adhésivité

Les théories décrivant les mécanismes d'adhésivité sont nombreuses. Celles qui sont le plus décrites et le plus utilisées dans la pratique sont au nombre de quatre : Réaction chimique, énergie de surface, orientation moléculaire et adhésivité mécanique. Aucun de ces mécanismes n'arrive à expliquer à lui tout seul le phénomène d'adhésivité, il est donc fort probable qu'une combinaison de plusieurs de ces mécanismes se produit lorsque un corps solide est mouillé par un liquide. Les phénomènes qui décrivent l'adhésivité sont donc aussi bien d'origines chimiques que physiques. De même ils sont affectés par un nombre important de paramètres, touchant aussi bien les caractéristiques des matériaux que des facteurs environnementaux (Chapitre 2.2.3).

Réaction chimique (Rice 1958, Maupin 1982)

Le mécanisme de réaction chimique décrit le principe suivant : les composants acides et basiques de deux matériaux en contact réagissent ensemble pour former des composants insolubles et résistants à l'action de l'eau. Etant donné que les tensions superficielles varient fortement d'un matériau à l'autre, et que cette tension est dépendante du milieu environnant, les liens formés peuvent être plus ou moins forts. Une grande affinité entre les deux matériaux est obtenue lorsque l'un des matériaux est acide alors que l'autre est basique, et que les corps solide est sec. Par contre, la présence d'eau à l'interface des deux matériaux peut entraîner un décollement du liquide en fonction des tensions superficielles présentes à l'interface. Il existe plusieurs variantes de la théorie décrivant la réaction chimique qui ne sont pas toujours équivalentes.

Energie de surface (Thelen 1958, Ishai and Craus 1977)

Le mécanisme d'énergie de surface décrit l'adhésivité en termes d'énergie présente sur la surface de séparation entre deux phases. Lorsqu'un corps solide est en contact avec un liquide ou un corps visqueux (p. ex. pour les enrobés bitumineux), l'énergie de surface décrit le phénomène de mouillage du matériau solide par le matériau visqueux et la diminution de l'énergie de surface qui en suit. En présence d'eau, ce mouillage peut devenir plus difficile car l'eau est généralement moins visqueuse et peut posséder une affinité plus grande envers le corps solide que les matériaux visqueux tels que les liants.

Le mécanisme d'énergie de surface peut être utilisée pour mesurer certains facteurs (p. ex. angle de contact) permettant de quantifier l'adhésivité entre un liquide et un solide (Chapitre 3.1).

Orientation moléculaire (McBain and Lee 1932, Mack 1957)

Le mécanisme d'orientation moléculaire est couplé avec le mécanisme d'énergie de surface. En effet, les deux mécanismes admettent qu'une meilleure affinité est obtenue si l'énergie de surface du corps solide est diminuée par l'adsorption sur sa surface des molécules du corps visqueux. L'orientation moléculaire considère en plus un réarrangement et une restructuration des molécules au droit de l'interface des deux phases afin d'atteindre un nouveau équilibre énergétique.

Les mécanismes d'orientation moléculaire et d'énergie de surface sont généralement considérés comme étant des processus synergiques.

Adhésivité mécanique (Knight 1938, Lee and Nicholas 1954, Rice 1958)

Le mécanisme d'adhésivité mécanique décrit le phénomène d'adhésivité d'un point de vue physique. Il repose sur des propriétés physiques telles que la texture de surface, la porosité, etc. Une affinité importante est atteinte par la formation de liens mécaniques forts entre un corps visqueux et les aspérités et les pores se trouvant à la surface du corps solide.

2.2.1.2 Lois décrivant les mécanismes d'adhésivité

Les mécanismes d'adhésivité découlent de certains phénomènes chimiques ou physiques. Ici aussi, diverses lois existent et une combinaison de plusieurs de ces lois semble être responsable de l'adhésivité entre deux corps quelconques.

Loi mécanique

La loi mécanique décrit l'adhésivité mécanique entre deux corps. Elle implique la formation, à une échelle macroscopique, de liens mécaniques entre le corps visqueux et les aspérités et pores du corps solide. Le « premier occupant » a l'avantage d'un accrochage mécanique lorsque deux corps visqueux sont en contact avec un corps solide.

Loi sur les liens chimiques

La loi sur les liens chimiques décrit les interactions caractéristiques typiques qui se présentent lorsqu'un corps solide est enveloppé par un corps visqueux. Des liens chimiques se forment à l'interface des deux corps par réaction chimique entre les molécules des surfaces en contact et par création de nouveaux composants.

Loi thermodynamique

La loi thermodynamique, aussi appelée loi d'adsorption, considère que l'adhésivité entre deux corps est due aux forces intermoléculaires à l'interface des surfaces en contact. Cette loi reprend donc le principe d'énergie de surface. Un mouillage ou un démouillage du corps solide par le corps visqueux est provoqué par des changements de l'énergie libre du système et les liens formés sont affectés par l'introduction de matériaux étrangers dans ce système (p. ex. eau, air).

Loi sur les couches limites

La loi sur les couches limites considère que les défaillances au niveau des liens entre deux corps se produisent au niveau d'une phase intermédiaire avec une faible cohésivité.

Loi électrostatique

La loi électrostatique décrit les liens créés entre la surface d'un corps solide et un corps visqueux ou un liquide au niveau des molécules de charges opposées.

Actuellement, la meilleure façon d'expliquer l'adhésivité est obtenue en combinant les lois mécaniques, chimiques et thermodynamiques.

2.2.1.3 Mécanismes de cohésivité

Les problèmes de cohésion des enrobés bitumineux se soldent par des pertes de rigidité de la structure en place. Les défaillances se situent au niveau de la matrice du liant, alors que les défaillances liées aux problèmes d'adhésivité se forment à l'interface liant-granulat.

Les mécanismes de cohésivité se développent dans la matrice du liant et font intervenir les paramètres rhéologiques du liant ainsi que les propriétés du filler. Par contre, les caractéristiques des granulats n'ont pas d'influence sur la cohésion d'un enrobé. C'est pourquoi les problèmes de cohésion ne sont pas pris en considération pour cette recherche.

2.2.2 Particularité des enrobés bitumineux

Les mécanismes généraux d'adhésivité, tels que décrit dans le chapitre précédent (Chapitre 2.2.1.1), peuvent être utilisés pour le cas des enrobés bitumineux. Il est néanmoins important de décrire certaines particularités du système liant hydrocarboné-granulats minéraux.

Le but d'un liant hydrocarboné est de relier les granulats, qui sont les principaux responsables de la résistance d'une superstructure routière, entre eux. Le mélange ainsi obtenu, l'enrobé bitumineux, résiste aux défaillances par plusieurs mécanismes, dont le mécanisme d'adhésivité. L'adhésivité peut se faire à sec (granulats secs, pas d'humidité, etc.) ou alors en présence d'eau (granulats humides, ou enrobage sous eau, etc.). Dans la pratique il est presque impossible de retrouver des conditions idéales, sans présence d'humidité. C'est pourquoi le phénomène d'adhésivité doit être analysé dans un système à trois composants : liant hydrocarboné-granulats minéraux-eau.

Les granulats peuvent être de nature très diverse. En règle générale les granulats basiques sont hydrophobes (non miscibles dans l'eau) et les granulats acides hydrophiles (miscibles dans l'eau). Le liant hydrocarboné de son côté est généralement hydrophobe et lipophile (miscibles dans l'huile). Lorsqu'un granulat acide est donc en contact avec un liant et qu'il y a présence d'eau, l'affinité eau-granulat peut être plus grande que l'affinité liant-granulat. C'est pourquoi les roches acides et fortement hydrophiles présentent le degré d'enrobage le plus faible, alors que les roches basiques et faiblement hydrophiles ont la meilleure affinité envers le liant.

2.2.2.1 Adhésivité à sec

En règle générale, le mouillage d'un granulat minéral sec par un liant hydrocarboné s'effectue sans difficulté. Plusieurs paramètres peuvent accentuer ou alors atténuer le mécanisme d'adhésivité, tels que la viscosité du liant ou la minéralogie et la morphologie des granulats (Chapitre 2.2.3). Ce cas ne se présente malheureusement que très rarement en pratique, car une certaine humidité est toujours présente lors de l'enrobage (granulats pas tout à fait sec, humidité de l'air, pluie juste après la pose du revêtement, etc.).

2.2.2.2 Adhésivité en présence d'eau

En règle générale, le mouillage d'un granulat minéral par un liant hydrocarboné (non dopé) en présence d'eau est impossible. Même si le mécanisme semble en certaines conditions thermodynamiquement possible, le mouillage est contrarié par la présence de l'eau qui bénéficie du privilège du premier occupant. Ce privilège lui permet de bénéficier d'une affinité supplémentaire, qui est encore accentuée par le fait que la tension superficielle de l'eau est toujours supérieure à celle des liants courants.

La mauvaise adhésivité liant-granulat a comme conséquence que le liant enveloppe les granulats sans être vraiment en contact direct, car une mince couche d'eau l'en empêche. Sous l'action répétée du trafic, cet enrobé peut présenter certaines dégradations typiques (pelage, nid de poules, etc. ; Chapitre 2.3) qui peuvent aller jusqu'à la nécessité de rénovation totale de la chaussée. Il existe néanmoins des techniques d'amélioration de l'adhésivité générale entre les granulats minéraux et le liant hydrocarboné, tels que le séchage des granulats ou l'ajout de dope d'adhésivité. Ceux-ci sont décrits plus en détail au chapitre 2.4.

Lorsqu'un enrobé bitumineux final, dont l'enrobage s'est fait à l'état sec, est mis en présence d'eau, il se peut que l'eau arrive à déplacer les films de liant en place (désenrobage ; Chapitre 2.3.2).

2.2.3 Paramètres intervenant dans les mécanismes d'adhésivité granulat/liant

Les paramètres intervenant dans les mécanismes d'adhésivité granulat-liant sont nombreux et l'implication de chacun de ces paramètres n'a pas encore pu être établie de manière universelle. Il convient de distinguer entre plusieurs familles de paramètres qui touchent soit les matériaux, soit les conditions extérieures lors de la fabrication, du stockage, du transport ou de la mise en place de l'enrobé. Un aperçu des paramètres connus à nos jours est donné dans ce chapitre, puis chaque famille est décrite plus en détail.

2.2.3.1 Aperçu des paramètres

L'affinité entre un liant hydrocarboné et un granulat minéral est un mécanisme très complexe qui fait intervenir des caractéristiques des granulats, du liant et de leur mélange, ainsi que des paramètres externes. De manière générale, les propriétés des granulats jouent un rôle plus grand que celles des liants, ce qui a été prouvé à maintes reprises.

Les paramètres, classés par familles, qui interviennent dans les mécanismes d'adhésivité sont énumérés dans le tableau ci-après (Tableau 1). Cette liste, non exhaustive, reprend les paramètres prépondérants.

	Famille de paramètres	Paramètres
Granulats minéraux	Péetrographie	Caractères structuraux, minéralogiques et chimiques : acidité-alcalinité, hydrophiles-hydrophobes, charges à la surface, polarité, etc.
	Granularité	Courbe granulométrique continue-discontinue, taille des granulats, etc.
	Rugosité de surface	Surface de contact-surface réelle, porosité (teneur en pores, taille et profondeur des pores et aspérités), angularité, etc.
	Constituants externes adsorbés à la surface	Constituants chimiques, saletés adsorbées, poussière, humidité, etc.
Liants hydrocarbonés / formulation	Type de liant / Charges à la surface	Type de liant, composition chimique, charges à la surface, polarité, etc.
	Viscosité	Viscosité du liant, température, etc.
	Formulation	Dosage (teneur en liant), teneur en air (vides), humidité, filler, etc.
Fabrication, stockage, transport, mise en place	Fabrication	Concassage des granulats, température du liant, traitement des granulats, etc.
	Stockage	Temps de stockage, température, processus de vieillissement, effets environnementaux, etc.
	Transport	Temps de transport, température, etc.
	Mise en place	Température de mise en place, effets environnementaux, etc.
Autres	Dopage	Type de dope, teneur, chronologie du dopage, efficacité, etc.
	Additifs	Types d'additifs, dosage, etc.
	Humidité	Humidité relative de l'air, présence d'eau, vapeur d'eau, pH de l'eau, composants chimiques dans l'eau, etc.
	...	...

Tableau 1 – Synthèse des paramètres pouvant intervenir dans les mécanismes d'adhésivité liant-granulat

2.2.3.2 Paramètres des granulats minéraux

L'adhésivité entre un liant hydrocarboné et des granulats minéraux est fortement dépendant des caractéristiques des granulats. La nature pétrographique joue un rôle prépondérant dans les mécanismes d'adhésivité. De même, d'autres paramètres interviennent tels que la granularité des matériaux utilisés, la texture de la surface des granulats et la présence de constituants adsorbés par le matériau.

Péetrographie

La pétrographie est un des paramètres dominant dans l'affinité liant-granulat. Elle indique les caractères structuraux, minéralogiques et chimiques d'un granulat. Les propriétés structurales décrivent les arrangements des minéraux au sein du matériel, les caractéristiques minéralogiques indiquent les types de minéraux présents dans le granulat et les propriétés chimiques donnent des indications sur les composants chimiques formant les minéraux.

De par le passé, il a souvent été admis que les granulats acides (p.ex. granite, quartzite, grès – teneur en silice élevée) aient un faible degré d'enrobage, alors que l'enrobage des granulats basiques (p.ex. calcaire, basalte – teneur en silice faible) soit plus aisé. Cette idée a néanmoins été révélée inexacte à plusieurs reprises, même si en règle générale elle est conforme. Il existe des exceptions aussi bien parmi les granulats acides que basiques qui ne suivent pas cette idée ancienne.

La même constatation peut être faite par rapport aux propriétés hydrophobes ou hydrophiles des granulats et par rapport à la teneur en carbonates de calcium (famille de minéraux à base de calcium et de carbonates (CaCO_3)) et en silicates (famille de minéraux à base de tétraèdre de silicium et d'oxygène (SiO_4)). Même si en règle générale les matériaux basiques soient hydrophobes et présentent un meilleur enrobage, et que les matériaux acides soient hydrophiles avec un enrobage moins bon, il existe des exceptions qui contredisent cette idée. De même, une teneur en carbonates élevée équivaut pour la plupart du temps à un bon enrobage, alors qu'une teneur en silicates élevée se solde le plus souvent par un faible enrobage. Mais ici aussi, la corrélation n'est pas parfaite et des exceptions existent.

La pétrographie détermine aussi les composants chimiques se rencontrant sur la surface des granulats. Ces composants peuvent avoir une grande influence sur l'adhésivité entre les granulats et un liant. Ils définissent les charges à la surface du matériau qui peuvent réagir avec les molécules des liants hydrocarbonés. Les charges à la surface peuvent avoir des valeurs très différentes d'un type de granulat à un autre. Les composants chimiques déterminent de même la polarité des granulats. Celle-ci joue un rôle prépondérant dans la formation de liens de type électrostatique comme décrit ci-dessus.

Granularité

La granularité des matériaux utilisés, à travers la courbe granulométrique employée, intervient aussi dans les mécanismes d'adhésivité. Le fait d'utiliser une courbe continue ou discontinue, avec des dimensions maximales et minimales définies, peut faciliter l'enrobage des granulats par le liant ou alors compliquer ce mécanisme. Surtout la présence de fines en quantités importantes peut avoir des conséquences néfastes sur l'adhésivité comme pour le cas des poussières et saletés présentes à la surface des granulats (voir ci-après).

Rugosité de surface

La rugosité de surface des granulats intervient principalement dans le mécanisme d'adhésivité mécanique. Elle est définie par sa teneur en pores ou aspérités, par la taille et la profondeur de ces pores et par l'augmentation de la surface de contact qui en résulte. Les granulats ayant des surfaces avec une rugosité marquée permettent de tisser des liens plus performants par intrusion du liant dans les aspérités. Par contre, de l'air et de l'humidité peut être piégé à l'intérieure de ces aspérités au moment de l'enrobage si les pores sont trop petits pour que le liant arrive à y pénétrer. Ceci peut avoir des conséquences néfastes pour l'adhésivité liant-granulat. La rugosité de surface peut donc influencer les mécanismes d'adhésivité d'une manière positive et négative à la fois. Elle peut aussi être changée de manière artificielle par des traitements adaptés (Chapitre 2.4.1).

L'angularité des granulats intervient aussi dans les mécanismes d'adhésivité. Le phénomène de désenrobage a été prouvé plus fréquent pour des granulats présentant des surfaces plus angulaires car les angles vifs peuvent être à l'origine d'une rupture de film de liant enveloppant le granulat, et ainsi ouvrir une brèche pour l'eau.

Constituants à la surface

Les surfaces des granulats adsorbent des constituants volatiles en tout moment, lorsqu'elles sont en contact avec l'air, avec de l'eau, etc. Ces constituants peuvent être de nature très diverses. Les composants chimiques adsorbés peuvent réagir avec les molécules des granulats pour altérer les énergies de surface et ainsi entraver l'adhésivité liant-granat. Les composants de type poussiéreux peuvent former un film mince enveloppant le granulat et entravant le liant lors de l'enrobage d'accéder à la surface même du granulat. Le liant aura donc tendance de former d'avantage de liens avec les poussières ou avec les saletés qu'avec les granulats. Les composants poussiéreux peuvent aussi être accompagnés de constituants chimiques qui réagissent avec les molécules des granulats. En plus, certains composants peuvent avoir des tendances à gonfler en présence d'eau, ce qui peut entraîner des interruptions de liens déjà existants entre le liant et les granulats.

L'humidité peut aussi être adsorbée par la surface des granulats surtout lorsque des nouvelles surfaces se créent lors du concassage. Etant donné que l'air ambiant possède toujours un certain degré d'humidité, les granulats non traités ne sont donc pas tout à fait sec au moment de l'enrobage. Cette humidité complique l'enrobage et peut réagir avec certains composants des granulats, du liant ou des constituants se trouvant à la surface des granulats. La présence d'humidité peut être évitée en chauffant les granulats lors de l'enrobage.

2.2.3.3 Paramètres des liants hydrocarbonés et de formulation

Les liants hydrocarbonés sont en général hydrophobes et lipophiles et se composent de composants acides. Ceci peut entraîner des difficultés d'adhésivité, principalement avec les granulats minéraux acides et hydrophiles, en présence d'eau, car l'eau présente une plus grande affinité pour les granulats et elle arrive à déplacer le film de liant enveloppant les grains minéraux. Les paramètres des liants hydrocarbonés ont une importance élevée dans les mécanismes d'adhésivité liant-granat, même si les paramètres des granulats minéraux semblent plus influents.

Type de liant / Charges à la surface

Le type de liant joue un rôle secondaire dans les mécanismes d'adhésivité. En effet, un changement de liant de type similaire influence l'adhésivité à moindre mesure qu'un changement de granulats au sein d'un enrobé bitumineux. Néanmoins, il convient quand même de prendre ces paramètres en considération pour une étude poussée, surtout si le type de liant change (p.ex. liant modifié aux polymères, etc.).

Les molécules d'un liant hydrocarboné se composent principalement d'atomes de carbone et d'hydrogène. Par contre les atomes restants (p.ex. oxygène, azote, etc.) sont très actifs au sein des mécanismes d'interaction entre les molécules d'un liant, et jouent donc un rôle important pour la performance globale d'un liant. La surface d'un liant n'est pas chargée de manière homogène ce qui implique la présence de certains points faibles dans un enrobé bitumineux.

Le type de liant agit principalement sur la force d'adhésivité liant-granat à travers les différentes compositions chimiques de ce liant. Ce sont effectivement les composants chimiques qui influencent des caractéristiques de surface tels que les tensions superficielles ou la polarité du liant, qui à leur tour déterminent les forces d'attraction liant-granat. L'enrobage des granulats est facilité par une baisse de la tension superficielle à l'intérieur du liant et par la présence de molécules avec une polarité élevée. Les molécules non polaires de leurs côtés forment des liens moins forts et peuvent mener à des performances faibles des liants à température basse.

Viscosité

La viscosité, qui influence le degré de mobilité des molécules et les forces d'attraction dans le liant, est fortement dépendante de la température. Un liant à viscosité élevée résiste mieux à l'action de l'eau mais possède un pouvoir d'enrobage plus faible. Par contre un liant à viscosité faible enrobe plus facilement les granulats mais résiste moins au désenrobage.

Formulation

La composition d'un enrobé bitumineux influence fortement l'adhésivité liant-granat. Comme déjà mentionné, la granularité des granulats minéraux utilisés est importante pour une bonne affinité. De même, la teneur en liant doit être adaptée pour permettre un bon enrobage complet des granulats. La teneur en air est aussi importante, car elle peut être un point d'introduction d'humidité au sein de l'enrobé. Cette humidité, qui peut aussi venir de l'extérieur, peut se retrouver piégée dans le liant, et par des processus de transport elle peut atteindre les interfaces liant-granat.

Un autre point primordial est la teneur et la nature du filler. En effet, une teneur en filler élevée équivaut à une surface spécifique importante qui rend le mouillage des granulats par le liant beaucoup plus difficile. De même, le type de filler peut avoir une incidence directe et considérable sur les phénomènes d'adhésivité. Il convient surtout de faire attention lors de la mise en point de la recette à savoir quel type de filler a été employé (même type ou autre type que les granulats). Certains types de filler ont des conséquences catastrophiques sur les mécanismes d'adhésivité, tels que les argiles ou les phyllosilicates [33].

La température de mélange est aussi très importante. Ce facteur est repris dans les paramètres de fabrication ci-dessous.

2.2.3.4 Paramètres de fabrication, de stockage, de transport et de mise en place

Des facteurs avec une grande influence sur l'adhésivité liant-granat se rencontrent aux différentes étapes de la mise en place d'un enrobé bitumineux, de la fabrication à la pose sur le terrain.

Fabrication

Lors de la fabrication de l'enrobé bitumineux, plusieurs facteurs peuvent jouer un rôle important dans l'adhésivité liant-granat. Il convient de mentionner la température de fabrication, et principalement la température du liant, qui influence aussi bien l'étendue de l'enrobage que les forces d'attraction entre la surface des granulats et le liant. Ensuite le traitement des granulats doit aussi être étudié, car l'adhésivité peut varier si les granulats sont préchauffés (l'humidité à la surface est éliminée et la viscosité du liant est diminuée à l'interface pour permettre à celui-ci de s'introduire dans les pores des granulats), lavés (les poussières et saletés sont éliminées) ou alors traités avec des produits chimiques ou naturels. Un autre point important se produit lorsque des granulats concassés sont utilisés. En effet, des granulats fraîchement concassés présentent des charges de surface importantes à cause du mécanisme de concassage ce qui a un impact direct et considérable sur l'enrobage. Les granulats fraîchement concassés peuvent aussi être plus sensibles au désenrobage car leurs surfaces peuvent attirer des composants chimiques néfastes, tels que des composants organiques présents dans l'air ambiant.

Le dopage peut aussi avoir une influence sur les paramètres d'adhésivité (voir ci-dessous).

Stockage

Le stockage des différents matériaux ou alors de l'enrobé bitumineux final intervient aussi à différents stades dans les mécanismes d'adhésivité. Au niveau des matériaux, le stockage peut altérer les performances adhésives des granulats ou du liant par l'adsorption de composants extérieurs (p.ex. poussière, humidité). Ce phénomène, qui dépend du temps de stockage et de la température de stockage, peut mener à des processus de vieillissement prématuré.

Le type de stockage peut aussi avoir des effets négatifs sur l'affinité liant-granat. Par exemple un stockage non protégé des granulats accentue les détériorations de leurs surfaces par les effets environnementaux (humidité, composants volatiles, etc.). Puis finalement le stockage prolongé peut nuire aux dopes si ceux-ci sont ajoutés dans la matrice des enrobés bitumineux (voir ci-dessous).

Transport

Le processus de transport des matériaux aux différentes étapes influencent également les performances adhésives du mélange. Des facteurs comme le temps de transport ou la température à laquelle ce transport se fait, jouent aussi un rôle important avec les mêmes phénomènes qui peuvent se produire comme pour le stockage.

Mise en place

Au niveau de la pose de l'enrobé bitumineux, il convient de considérer des facteurs tels que la température des matériaux lors de la mise en place, les effets environnementaux (température, humidité, etc.), l'ajout d'un dope, etc. Ces paramètres peuvent influencer le phénomène de désenrobage d'une certaine manière.

2.2.3.5 Autres paramètres

Des paramètres spécifiques peuvent aussi modifier l'adhésivité liant-granat. Surtout l'ajout d'additifs, qu'il soit de type dope ou de toute autre nature, peuvent améliorer ou dégrader l'affinité entre les granulats minéraux et les liants hydrocarbonés. La présence d'humidité est aussi cruciale pour les mécanismes d'adhésivité.

Dopage

L'ajout de dopes d'adhésivité fait partie des techniques d'amélioration de l'adhésivité des enrobés bitumineux (Chapitre 2.4). Il convient de considérer le type de dope employé, la teneur utilisée, la chronologie de l'ajout du dope à l'enrobé bitumineux, l'efficacité du dope, etc. Une multitude de paramètres intervient donc dans cette technique qui permet d'améliorer fondamentalement l'affinité liant-granat.

Additifs

L'ajout d'autres additifs permettant d'améliorer les performances globales des enrobés peuvent être ajoutés aux enrobés bitumineux. D'après le type et la teneur de ces additifs, il peut y avoir des réactions chimiques qui se produisent entre les granulats, le liant et les additifs, et ceci peut détériorer l'adhésivité du système liant-granat.

Humidité

L'humidité est présente sous forme liquide ou gazeuse à tout moment, que ce soit au moment de l'extraction des granulats, du stockage des matériaux, de la pose de l'enrobé, etc. La présence d'humidité est toujours néfaste aux mécanismes d'adhésivité car l'eau enrobe plus facilement les granulats que le liant, ce qui lui confère une adhésivité mécanique maximale. Ce point a déjà été décrit dans les paramètres ci-dessus. L'eau peut aussi s'attaquer directement aux granulats et réagir avec eux (p.ex. dissolution de minéraux).

Un autre point à mentionner concerne le pH de l'eau lorsque celle-ci se retrouve dans le système liant-granat-eau. Le pH de l'eau peut modifier les charges de surfaces et par conséquent la polarité des granulats minéraux. En même temps les granulats peuvent avoir une influence sur l'eau et changer sa valeur de pH. En règle générale, une augmentation du pH de l'eau augmente le risque de désenrobage des enrobés bitumineux.

La présence de certains composants chimiques dans l'eau peut aussi altérer l'adhésivité liant-granat. Différents types d'ions métalliques peuvent par exemple affecter le potentiel de désenrobage.

2.2.4 Mécanisme d'autoréparation (healing process)

L'adhésivité entre les granulats minéraux et les liants hydrocarbonés est un mécanisme dynamique qui fait intervenir une multitude de paramètres (Chapitre 2.2.3). Une particularité des enrobés bitumineux réside dans le fait qu'ils possèdent un pouvoir autoréparant limité. Ce mécanisme fait partie des facteurs affectant la comparaison directe entre les essais effectués en laboratoire et le comportement des enrobés dans la pratique. C'est pourquoi le mécanisme d'autoréparation est étudié dans de nombreux travaux de recherches actuels.

Le mécanisme d'autoréparation empêche le développement rapide de défaillances des enrobés bitumineux (fissuration, désenrobage, etc.). Il possède deux composants, une composante à court terme et une composante à long terme, qui sont guidés par des forces de cohésion et des réactions chimiques. Grâce à des situations de repos de l'enrobé (contrairement aux essais continus en laboratoire) et à des variations des températures externes, l'enrobé peut s'autoréparer et certaines fissures rompues lors de la phase de chargement peuvent se reformer. Ceci a une influence sur les performances et la durabilité des enrobés bitumineux.

L'autoréparation est d'autant plus efficace que les fissures dans l'enrobé sont petites. A partir d'une certaine largeur et profondeur des fissures, le mécanisme d'autoréparation perd tout son pouvoir et le processus de défaillance n'est plus réversible.

Un processus de fatigue complet d'un enrobé bitumineux se compose donc de phases de détérioration lors du chargement de la chaussée et de phases d'autoréparation lors des périodes de repos. Ces périodes de repos se manifestent instantanément lorsque les charges sur l'enrobé sont enlevées.

Même en absence de périodes de repos, le mécanisme d'autoréparation peut se manifester. Ceci est par exemple le cas lorsque les cycles d'un chargement cyclique sont modifiés, ou alors pour un essai de compression-traction où l'enrobé peut s'autoréparer cycliquement.

Il existe plusieurs essais pour évaluer le pouvoir autoréparant d'un enrobé (p.ex. Wilhelmy Plate Test, Dynamic Shear Rheometer Test, Dynamic Mechanical Analysis), mais aucun essai n'arrive actuellement à mesurer quantitativement la part du mécanisme d'autoréparation dans le processus de fatigue d'un enrobé bitumineux.

2.3 Dégradations des enrobés bitumineux dues à la présence d'humidité

Les causes des dégradations des enrobés bitumineux peuvent être de natures très diverses. L'eau peut détériorer une chaussée et les dégradations se manifestent sous différentes formes (Chapitre 2.3.1). Le mécanisme de désenrobage correspond au processus de décollement du film de liant hydrocarboné de la surface des granulats minéraux. C'est le phénomène responsable des problèmes d'adhésivité liant-granat (Chapitre 2.3.2). Les paramètres qui interviennent dans le mécanisme de désenrobage sont décrits à la fin de ce paragraphe (Chapitre 2.3.3).

La technique des enduits superficiels est d'avantage sujet à des ennuis graves par manque d'adhésivité que les enrobés denses qui ne posent normalement pas de problème.

2.3.1 Dégradations dues à la présence d'humidité

Les dégradations de chaussées résultent généralement de plusieurs causes. L'humidité (ou la présence d'eau) est une des causes des dégradations énumérées ci-après, mais d'autres causes peuvent agir en même temps. De même, il est souvent pas possible de trouver de manière sûre quelles causes sont impliquées dans une dégradation donnée. En effet les dégradations dues à la présence d'humidité sont très proches des dégradations dues à des causes différentes (p.ex. matérielles, liées à la formulation ou à la construction, etc.). Il est néanmoins prouvé que l'humidité accélère le développement des dégradations.

Les dégradations dues à la présence d'humidité peuvent être classées selon qu'il s'agit de défauts d'adhésivité ou de défauts de cohésivité. Les défauts d'adhésivité se soldent par une cassure physique des liens reliant les surfaces des granulats au liant hydrocarboné et sont principalement dus à la présence d'eau ou de vapeur d'eau (rupture à l'interface liant-granat). Les défauts de cohésivité se soldent par une perte de rigidité de l'enrobé et une cassure au niveau du liant. Ils sont dus à l'action de l'humidité à l'intérieure de la matrice du liant (rupture à l'intérieur du liant). En règle générale, ces deux mécanismes sont interactifs.

L'épaisseur d'un film de liant présent entre deux granulats joue un rôle important dans la défaillance de ce système. En effet, pour des épaisseurs élevées la défaillance est dictée par des défauts de cohésivité, alors que pour des épaisseurs faibles, la défaillance se produit par défauts d'adhésivité. En pratique il convient donc de prendre en compte les deux types de défauts car l'épaisseur des films de liant est fortement hétérogène dans un enrobé bitumineux.

Les dégradations dues à la présence d'humidité sont relativement rares dans la pratique, par contre lorsqu'elles se produisent, elles peuvent être très importantes. Les dégradations dues à l'humidité peuvent être de type dégradation du revêtement ou dégradation structurelle :

- Dégradations du revêtement : La première étape des dégradations du revêtement se manifeste par la cassure partielle ou complète des liens d'adhésivité entre les granulats et le liant. Le résultat consiste en des dégradations du revêtement, telles que le sablage, la perte de gravillons, les pelades ou les nids de poule. Ces dégradations sont accentuées par la formation d'une fissuration sous un trafic continu et sous des effets externes, tels que les cycles gel-dégel ou la pluie, et peuvent mener à des défaillances structurelles localisées.
- Dégradations structurelles : Les dégradations structurelles se manifestent généralement après les dégradations du revêtement. Elles sont principalement dues aux défauts de cohésivité et peuvent mener à la perte de la rigidité d'une couche de la chaussée, puis à la destruction complète de cette couche.

L'eau qui parvient à l'enrobé bitumineux peut aussi être amenée de l'extérieur. Elle peut s'infiltrer depuis le haut pour certains enrobés peu denses (p.ex. enrobés drainants), elle peut venir des côtés ou de la fondation si les interfaces enrobé-fondation sont mal définies ou alors elle peut aussi être transportée sous forme de vapeur d'eau.

2.3.2 Mécanismes de désenrobage (stripping of binder)

Le phénomène de désenrobage est défini par le décollement du film de liant hydrocarboné d'un granulat minéral sous influence d'eau. Il existe plusieurs mécanismes qui permettent d'expliquer le processus de désenrobage liant-granat : Détachement, déplacement, émulsification spontanée, rupture du film de liant, pression dans les pores, décapage hydraulique et instabilité du pH. Ces mécanismes peuvent agir séparément ou alors, ce qui semble plus correct, en même temps. Les causes fondamentales liées au désenrobage sont en effet très complexes et pas encore complètement comprises de nos jours.

Mécanisme de désenrobage	Description
Détachement	Séparation du film de liant de la surface du granulat par l'action de l'eau sans rupture du film de liant
Déplacement	Séparation du film de liant de la surface du granulat par l'action de l'eau avec ouverture dans le film de liant
Emulsification spontanée	Formation d'une émulsion entre le liant et l'eau qui attaque les liaisons liant-granulat
Rupture du film de liant	Rupture mécanique du film de liant le long des angles vifs des granulats
Pression dans les pores	Rupture mécanique des liaisons liant-granulat à cause de l'eau piégée dans les pores de l'enrobé
Décapage hydraulique	Rupture mécanique des liaisons liant-granulat dans la couche de roulement à cause de l'action des pneus des véhicules
Instabilité du pH	Réactions chimiques affectant l'adhésivité à cause du pH de l'eau en contact avec l'interface liant-granulat

Tableau 2 – Synthèse des mécanismes de désenrobage

2.3.2.1 *Détachement*

Le mécanisme de détachement se définit par la séparation du film de liant de la surface d'un granulat par l'action de l'eau, sans qu'il y ait une rupture du film de liant. L'eau peut aussi bien venir de l'intérieur (piégée dans les pores des granulats) que de l'extérieur (par le liant). Les molécules d'eau réussissent mieux à réduire l'énergie de surface des granulats dans le but de trouver un équilibre thermodynamiquement stable, c'est pourquoi elles ont une meilleure affinité avec les granulats que le liant.

Le mécanisme de détachement peut mener à une perte totale de l'adhésivité liant-granulat, par contre le mécanisme d'autoréparation peut inverser la tendance lorsque les conditions le permettent (viscosité du liant, température, etc.). L'adhésivité initiale entre les granulats et le liant est aussi très importante pour empêcher ce mécanisme de désenrobage.

2.3.2.2 *Déplacement*

Le mécanisme de déplacement se différencie du mécanisme de détachement par le fait qu'il y ait une ouverture dans le film de liant, par laquelle l'eau peut attaquer les liaisons liant-granulat. L'ouverture peut être due à plusieurs facteurs : enrobage non complet des granulats, cycles de gel-dégel, rupture du film de liant, etc. La rupture du film de liant peut être interprétée comme un mécanisme à part (voir ci-dessous).

Plusieurs paramètres peuvent influencer ce mécanisme de déplacement, comme par exemple le changement du pH de l'eau soudainement mise en contact avec le granulat. La viscosité du liant est aussi importante car elle peut plus facilement s'opposer à l'action de l'eau si elle est faible.

2.3.2.3 *Emulsification spontanée*

Le mécanisme d'émulsification spontanée se traduit uniquement par des réactions chimiques : L'eau et le liant se combinent pour former une émulsion, où le liant représente la phase continue et l'eau la phase discontinue. Lorsque l'émulsion pénètre à la surface des granulats les liens d'adhésivité sont coupés et la perte d'adhésivité peut être totale.

Le mécanisme d'émulsification peut être aggravé dans certaines situations : présence de minéraux d'argiles, présence de certains additifs dans le liant, etc. Il est fortement dépendant de la nature du liant.

2.3.2.4 Rupture du film de liant

Le mécanisme de rupture du film de liant est purement mécanique : Le trafic, avec ces cycles de chargement dynamiques, provoque des contraintes élevées à l'intérieur de l'enrobé bitumineux. En présence de granulats à forte angularité, le film de liant peut se rompre le long d'angles vifs et ainsi ouvrir des brèches à l'eau pour accéder à la surface des granulats.

Ce mécanisme pourrait aussi bien être inclus dans le mécanisme de déplacement, comme mentionné ci-dessus.

2.3.2.5 Pression dans les pores

Le mécanisme de pression dans les pores se manifeste lorsque l'enrobé est dans un état saturé d'eau suite à une attaque d'humidité. Le processus est également purement mécanique : Les charges de trafic compriment la chaussée et l'eau présente dans l'enrobé est enfermée dans les pores. La pression qui en résulte peut être importante et entraîner la rupture des liens liant-granulat ou la formation de fissures dans le liant.

Ce phénomène se rencontre souvent dans les enrobés peu denses tels les enrobés drainants. L'eau pouvant circuler librement à l'intérieur de l'enrobé est piégée dans les pores avec sa densification due aux charges de trafic. Un trafic supplémentaire peut par la suite induire des pressions excessives à l'intérieur de ces pores.

2.3.2.6 Décapage hydraulique

Le mécanisme du décapage hydraulique est encore un mécanisme purement mécanique mais qui ne se manifeste qu'au niveau de la couche de roulement. Le désenrobage résulte de l'action des pneus sur la surface saturée du revêtement. Le passage d'un pneu engendre en effet un cycle de compression-traction provoquant une rupture de l'adhésivité liant-granulat : A l'avant du pneu l'eau est poussée dans les interstices de l'enrobé, alors qu'à l'arrière du pneu l'eau est aspirée immédiatement.

2.3.2.7 Instabilité du pH

Les liaisons liant-granulat sont fortement influencées par le pH de l'eau en contact avec l'interface entre les deux matériaux. Le pH affecte les caractéristiques d'enrobage et les énergies de surface au droit du contact liant-granulat et à des valeurs de pH élevées l'eau est beaucoup plus agressive. Comme déjà mentionné auparavant, le pH de l'eau de contact n'est pas constant et les réactions chimiques qui se produisent dans l'enrobé peuvent fortement influencer sa valeur, tandis que le pH peut de son côté influencer les réactions chimiques. Ce phénomène est donc très complexe et ne peut que difficilement être quantifié.

2.3.3 Paramètres intervenant dans les mécanismes de désenrobage

Une multitude de paramètres interviennent dans les mécanismes de désenrobage décrits ci-dessus. Une liste non exhaustive de ces paramètres est donnée ci-après. Des descriptions plus détaillées peuvent être consultées dans les sous-chapitres à suivre.

	Famille de paramètres	Paramètres
Matériaux – Formulation	Granulats minéraux	Péetrographie (nature minéralogique et chimique), rugosité de surface (porosité, angularité), humidité, constituants de surface (poussière, saleté), etc.
	Liants hydrocarbonés	Type de liant (composition chimique), viscosité, tension superficielle, etc.
	Additifs	Dopes, autres additifs, etc.
	Formulation	Teneur en liant, teneur en air (vides), filler, dopage (teneur en dopes, efficacité), température à l'enrobage, ségrégation, prétraitement, autoréparation, etc.
Mise en place	Conditions techniques	Compaction (méthode, degré), couches, fondation, drainage, etc.
	Conditions météorologiques	Température, pluie, etc.
Durée de vie	Conditions météorologiques	Humidité (pH de l'eau), température, cycles gel-dégel, etc.
	Trafic	Charges, cycles de chargement, etc.
	Vieillessement de l'enrobé	Comportement à long terme, efficacité du dopage, etc.

Tableau 3 – Synthèse des paramètres pouvant intervenir dans les mécanismes de désenrobage

2.3.3.1 Paramètres des matériaux – paramètres de formulation

Les paramètres des matériaux et de formulation des enrobés bitumineux interviennent de manière prépondérante dans les différents mécanismes de désenrobage. Parmi ces paramètres l'on trouve aussi bien des paramètres spécifiques des matériaux (p.ex. granulats : rugosité de surface, liant : viscosité, additifs : dopage) et des paramètres plus généraux sur la formulation des enrobés bitumineux (p.ex. teneur en liant, température à l'enrobage).

Granulats minéraux

Les paramètres des granulats minéraux ont une très grande influence sur les mécanismes de désenrobage. Le choix du type de granulat est donc primordial en ce qui concerne la formulation d'un enrobé bitumineux présentant une bonne adhésivité.

La pétrographie des granulats, et surtout sa nature chimique, intervient au premier degré dans les phénomènes de désenrobage étant donné que l'affinité d'un couple liant-granulat se fait entre autre par des liens chimiques. Des liens physiques (mécaniques) attribuent également à une bonne adhésivité, c'est pourquoi les paramètres de rugosité de surface des granulats (porosité avec largeur et profondeur des pores, angularité de la surface, etc.) sont très importants.

La présence d'humidité à la surface des granulats, ou enfermée dans les pores de ceux-ci, ainsi que l'existence de constituants chimiques à la surface des granulats (poussière, saleté, composants chimiques volatiles, etc.) attribue fortement à un risque de désenrobage accru. Les composants présents empêchent une bonne adhésion initiale et procurent des points critiques pour la pénétration de l'eau à la surface des granulats.

Il n'est pas possible de classer les granulats selon leur pétrographie en groupes à moindre risque ou à risque accru de désenrobage. Mais en règle générale, les granulats très siliceux et constitués de métaux alcalins (p.ex. éléments de sodium, potassium) sont plus susceptibles à des problèmes de désenrobage (p.ex. quartzite, granite, grès, diorite). Par contre il existe des cas particuliers de granulats à moindre proportion de minéraux siliceux qui peuvent présenter des ennuis de désenrobage (p.ex. anorthosite, matériaux fragiles et évolutifs). Les granulats peu siliceux et constitués d'éléments tels que le calcium, le magnésium ou le fer, sont de leurs côtés en règle générale moins susceptibles aux problèmes de désenrobage (p.ex. calcaire, basalte, marbre).

Liants hydrocarbonés

Les paramètres des liants hydrocarbonés interviennent aussi dans les mécanismes de désenrobage mais dans une moindre mesure que les paramètres des granulats minéraux. Un des paramètres principaux est le type de liant qui définit sa composition chimique et ainsi les tensions superficielles propre au liant, à travers lesquelles les liens chimiques avec la surface des granulats peut être déterminés.

Un deuxième paramètre principal est la viscosité du liant. Une viscosité élevée permet une bonne résistance aux différents mécanismes de désenrobage, alors qu'une viscosité faible est préférable lors de l'enrobage.

De même, l'utilisation d'un liant modifié (p.ex. aux polymères) peut jouer un rôle important dans le mécanisme de désenrobage. En effet, un liant modifié aux polymères possède une affinité supérieure par rapport aux liants généraux, et à partir d'un certain pourcentage de polymère l'adhésivité est maximale et ne nécessite donc pas de recours à des dopes d'adhésivité.

Additifs

La présence d'additifs dans les enrobés bitumineux peut avoir des conséquences positives sur la résistance au désenrobage (dopes d'adhésivité) ou alors elle peut avoir des effets néfastes (certains additifs chimiques affaiblissent les liens liant-granat par réactions chimiques).

Formulation

Au niveau de la formulation, plusieurs paramètres peuvent avoir des conséquences directes sur les mécanismes de désenrobage. Une teneur en liant élevée permet un bon enrobage initial et de ce fait, l'enrobé bitumineux est mieux protégé contre les mécanismes de désenrobage. La teneur en vides de son côté devrait se trouver à des valeurs très basses (pas d'humidité qui peut être piégée dans les vides) ou très élevées (vides communicant et donc possibilité que l'eau s'écoule librement – mais attention à un bon enrobage initial).

Le filler présent dans les enrobés bitumineux peut attirer toutes les molécules du liant et ainsi empêcher un bon enrobage ce qui augmente par la suite le risque de désenrobage. De même, la constitution chimique du filler peut aussi intervenir dans les mécanismes de désenrobage par réactions chimiques avec les granulats, le liant et/ou de l'eau. Lors de la formulation il convient de bien choisir son type de filler, surtout si celui-ci présente des caractéristiques pétrographiques différentes des granulats.

L'efficacité du dopage doit aussi être vérifiée par rapport au couple liant-granat utilisé. Sa teneur doit se situer dans une fourchette acceptable car un surdosage peut annihiler l'efficacité du dope et même inverser certaines caractéristiques d'adhésivité. Le prétraitement des matériaux, et principalement des granulats minéraux, diminue également le risque d'apparition de mécanismes de désenrobage (chauffage des granulats, prétraitement chimiques, etc.).

La température du couple liant-granulat lors du mélange de l'enrobé est aussi à considérer avec attention. En effet, une température trop basse, qui est plus économique et favorable d'un point de vue environnemental, empêche un bon enrobage, alors qu'une température trop élevée peut annuler l'efficacité d'un dope. De même un mélange homogène est nécessaire pour éviter toute ségrégation de matériaux.

Le mécanisme d'autoréparation, qui est fortement lié aux caractéristiques des matériaux mais aussi aux conditions extérieures telle que les changements de température, joue un rôle de retardateur des mécanismes de désenrobage. Ce mécanisme a déjà été discuté ci-dessus (Chapitre 2.2.4).

2.3.3.2 Paramètres de mise en place

Les paramètres de mise en place des enrobés bitumineux sur chantier interviennent également dans les différents mécanismes de désenrobage. Parmi ces paramètres l'on trouve des paramètres spécifiques aux conditions techniques de mise en place (p.ex. compaction, drainage de la fondation) ou des paramètres sur les conditions météorologiques au moment de la pose de l'enrobé bitumineux (p.ex. température, pluie).

Conditions techniques

La méthode de compaction et principalement le degré de compaction joue un rôle prépondérant dans la résistance d'un enrobé bitumineux contre les mécanismes de désenrobage. Une compaction suffisante est nécessaire pour que la teneur en vides et la perméabilité de l'enrobé restent faibles, par contre le compactage par le trafic après la pose doit aussi être prise en considération (voir ci-après).

Les différentes couches et sous-couches de la chaussée interviennent aussi dans les mécanismes de désenrobage de par leurs porosités différentes et des chemins d'écoulement préférentiels des eaux entre les surfaces ou au droit des éventuels joints. Surtout au niveau de la couche de fondation un drainage concret est à respecter pour empêcher à l'humidité dans le sol de support d'accéder aux couches en enrobés bitumineux.

D'autres conditions techniques peuvent intervenir dans les mécanismes de désenrobage comme la continuité d'un chantier routier avec la présence de points critiques lors du scellement entre les différentes étapes, l'existence d'une éventuelle cure, les durées de séchage des couches dans des conditions homogènes, le remplacement de couches existantes, etc.

Conditions météorologiques

Les conditions météorologiques lors de la mise en place de l'enrobé bitumineux peuvent aussi être responsable d'un éventuel désenrobage prématuré. En effet, des températures non adaptées peuvent augmenter le risque de désenrobage, alors qu'une mise en place lorsqu'il pleut amène l'eau en quantité non souhaitée dans le système liant-granulat et la piège dans l'enrobé.

2.3.3.3 Paramètres sur la durée de vie de la chaussée

Les paramètres sur la durée de vie de la chaussée en enrobé bitumineux interviennent dans les différents mécanismes de désenrobage d'une manière différente. En fait, ce sont les paramètres que, une fois l'enrobé mis en place, qui affectent les mécanismes de désenrobage, mais qui ne peuvent pas être manipulés directement par l'homme. Parmi ces paramètres l'on trouve aussi bien des paramètres sur les conditions météorologiques (p.ex. température de l'air, humidité), sur le trafic (p.ex. charges de trafic, chargement cyclique) ou sur le vieillissement de l'enrobé (p.ex. comportement à long terme, efficacité du dope).

Conditions météorologiques

Les mécanismes de désenrobage ne peuvent se manifester sans présence d'eau ou de vapeur d'eau. Cette humidité peut venir de l'extérieur par l'air ou par le sol, et son pH joue un rôle important dans certains mécanismes de désenrobage. Des périodes de pluies, avec une intensité et une durée donnée, de même que la présence d'eau stagnante sur la chaussée, peuvent donc être très néfastes pour les enrobés si cette eau arrive à accéder à l'interface liant-granulat. L'humidité peut être éliminée par des périodes sèches, mais ceci est plus difficile pour les couches inférieures qui sont moins exposées aux changements des conditions météorologiques.

Les températures extrêmes ont une influence non négligeable sur l'apparition et le développement des mécanismes de désenrobage. Des fluctuations de la température de l'air peuvent amener à des pressions interstitielles élevées comme pour le cas du compactage de l'enrobé par le chargement cyclique par le trafic, et ainsi accentuer le désenrobage. Mais, d'un autre point de vue, la température intervient aussi dans le mécanisme d'autoréparation.

Les cycles de gel et de dégel impliquent des contraintes internes à l'enrobé qui peuvent de leur côté accélérer les mécanismes de désenrobage lorsque les conditions s'y prêtent.

Trafic

Les charges de trafic peuvent être responsables de plusieurs mécanismes de désenrobage, tel que le mécanisme de décapage hydraulique ou de pression dans les pores. L'intensité et surtout le caractère cyclique du chargement accélèrent le désenrobage des granulats ou alors provoquent des ruptures mécaniques du liant. Le trafic apporte donc l'énergie nécessaire pour casser les liens d'adhésivité liant-granulat et diminue de manière générale la rigidité de l'enrobé. Le trafic joue aussi un rôle non négligeable dans la compaction de l'enrobé pendant les premières années de mise en service de ce dernier.

Actuellement, le rôle exact du trafic n'est pas encore connu dans les moindres détails. Cette remarque est confortée par le fait que les phénomènes de désenrobage provoqué en laboratoire et les phénomènes sur une chaussée réelle ne sont jamais identiques.

Vieillessement de l'enrobé

Le comportement à long terme d'un enrobé bitumineux est dicté par des facteurs externes tels que les conditions météorologiques et le trafic. L'apparition de défaillances comme la fissuration peut accentuer un désenrobage du système liant-granulat. D'autres facteurs sont encore moins connus, comme le comportement de l'efficacité d'un dope d'adhésivité à moyen ou long terme. Ces caractéristiques font partie de plusieurs recherches en cours.

2.4 Techniques d'amélioration de l'adhésivité des enrobés bitumineux

Il existe plusieurs techniques, ou traitements, qui permettent d'améliorer l'adhésivité des enrobés bitumineux. Le but de ces techniques est d'améliorer artificiellement les conditions du contact liant-granulat. Ces traitements permettent donc une utilisation générale de n'importe quel couple liant-granulat indépendamment de leurs caractéristiques d'adhésivité.

D'un point de vue pratique, la sélection du liant hydrocarboné et des granulats minéraux utilisés pour un projet routier est basé principalement sur des critères de disponibilités des matériaux, des critères économiques ou encore des critères d'usage pratique. Le couple liant-granulat à employer est donc en règle générale choisi en amont, puis des essais de sensibilité à l'humidité sont effectués. Si ces essais se révèlent être négatifs par rapport aux conditions d'utilisation, un traitement est appliqué à l'enrobé bitumineux. Ces techniques d'amélioration de l'adhésivité sont généralement appliquées ou bien au liant, ou bien aux granulats, mais leurs effets physico-chimiques se répercutent aux deux matériaux.

Dans ce chapitre un bref aperçu des différentes techniques d'amélioration de l'adhésivité des enrobés bitumineux est donné (Chapitre 2.4.1), puis une attention toute particulière est portée à la technique du dopage (Chapitre 2.4.2).

2.4.1 Techniques d'amélioration de l'adhésivité granulat/liant

Un aperçu des principales techniques d'amélioration de l'adhésivité granulat/liant et les plus utilisées au niveau international est donné dans le tableau ci-après (Tableau 4). Ces techniques sont par la suite décrites dans les chapitres qui suivent.

Technique d'amélioration	Description
Nettoyage	Lavage des granulats minéraux pour éliminer les composants de surface non désirés
Réchauffage	Réchauffement des granulats minéraux pour éliminer les molécules d'eau adsorbées à la surface
Weathering – météorisation	Remplacement ou recouvrement des molécules d'eau adsorbées à la surface des granulats par des composants chimiques de l'air
Préenrobage	Formation d'un film de liant relativement épais autour des granulats par enrobage à chaud
Chaux hydratée	Ajout de chaux hydratée pour améliorer l'adhésivité liant-granulat
Dopage	Ajout de dopes d'adhésivité pour améliorer l'adhésivité liant-granulat

Tableau 4 – Synthèse des techniques d'amélioration de l'adhésivité granulat/liant

Un cas spécial non traité ici est l'utilisation de polymères dans les liants hydrocarbonés. Ceux-ci présentent des caractéristiques spécifiques ayant un effet bénéfique sur la résistance contre l'humidité. Néanmoins, les phénomènes concrets qui se produisent pour les liants modifiés aux polymères ne sont encore peu connus et peu étudiés [49].

2.4.1.1 Nettoyage

La technique du nettoyage consiste à laver les granulats minéraux pour éliminer les composants de surface non désirés. Ces composants peuvent être de type poussière, saleté ou encore des composants volatiles adsorbés sur la surface des granulats. Cette technique ne permet pas d'améliorer en soi l'adhésivité liant-granulat, mais élimine certains composants gênant pouvant entraîner une accélération des mécanismes de désenrobage. C'est pourquoi ce traitement doit être accompagné d'une autre technique si le couple liant-granulat ne présente pas d'affinité suffisante.

2.4.1.2 Réchauffage

Le réchauffage des granulats minéraux a pour but d'éliminer les molécules d'eau adsorbées à la surface. Cette technique permet donc un premier contact liant-granulat sans la présence d'humidité ce qui améliore considérablement l'affinité entre les deux matériaux. Par contre, comme pour le nettoyage, le réchauffage n'améliore pas non plus l'adhésivité physico-chimique entre le liant et les granulats, mais change seulement le système liant-granulat-eau en éliminant l'élément gênant.

2.4.1.3 *Weathering – météorisation*

Le processus de weathering consiste à remplacer ou à recouvrir les molécules d'eau adsorbées à la surface des granulats minéraux par des composants chimiques présents dans l'air. Ces composants sont principalement de nature organique, tel que les acides gras, et interagissent avec les molécules d'eau. Ils peuvent soit remplacer les molécules d'eau, soit les recouvrir à la surface des granulats pour former un film de protection. La bonne affinité entre ces composants chimiques et le liant permet donc d'améliorer globalement l'adhésivité liant-granat.

Le weathering, qui est un processus naturel, débute dès que les granulats sont stockés à l'air libre. Il n'est pas aisé de déterminer son impact sur l'adhésivité du fait qu'il se produit continuellement.

2.4.1.4 *Préenrobage*

La technique du préenrobage consiste à former un film de liant relativement épais autour des granulats par enrobage à froid ou à chaud. Ce processus permet un premier contact sous condition optimale entre le liant et les granulats, puis il est suivi par l'enrobage complet sous condition normale. La technique est principalement utilisée pour les enduits superficiels.

2.4.1.5 *Chaux hydratée*

Cette technique consiste à intégrer de la chaux hydratée aux granulats minéraux pour améliorer les liens entre le liant et les granulats. La chaux hydratée fait partie du groupe des additifs, dont il existe plusieurs types qui peuvent être sous forme solide ou liquide (p.ex. chaux hydratée, cendres volants, etc.). Le cas spécifique des dopes d'adhésivité est discuté ci-après (Chapitre 2.4.1.6 et 2.4.2).

La chaux hydratée (Ca(OH)_2) est une poudre inorganique, fine et fortement basique qui est utilisée depuis plus d'un siècle dans l'industrie et dans la construction routière. Elle est appliquée en tant que filler et agent d'adhésivité aux granulats minéraux sous forme solide (poudre) ou sous forme visqueuse (boue), avant le mélange avec le liant hydrocarboné. La chaux présente des caractéristiques intéressantes permettant d'améliorer les propriétés d'adhésivité aussi bien d'un point de vue chimique que physique. En rigidifiant l'enrobé bitumineux, elle augmente la résistance à la fissuration et à l'orniérage ce qui diminue la capacité de l'eau à entrer dans le système liant-granat.

La chaux enveloppe les granulats et induit les composants polaires dans le liant à se lier aux surfaces des granulats. Elle interagit avec les acides carboxyliques dans le liant pour former des sels insolubles qui sont adsorbés par la surface des granulats. La chaux peut donc transformer un granulat hydrophile en un granulat hydrophobe si elle est appliquée de manière appropriée, et ainsi former des liens d'adhésivité forts qui résistent à l'action de l'humidité. De même, la chaux hydratée parvient à changer les caractéristiques chimiques des surfaces des granulats. Elle altère leur énergie de surface et permet ainsi des liens plus forts avec les liants hydrocarbonés. Ce mécanisme se traduit par une résistance plus élevée contre les mécanismes de désenrobage.

La chaux hydratée est utilisée abondamment pour traiter des granulats sales ou poussiéreux. La chaux interagit avec les composants argileux pour changer les propriétés d'adhésivité des granulats. Deux mécanismes sont impliqués : un échange de cations et une réaction pouzzolanique. Ces mécanismes produisent des réactions chimiques qui se soldent par le remplacement des matériaux argileux. La résistance générale contre le désenrobage est donc accrue de manière substantiellement.

Un grand avantage de l'utilisation de la chaux hydratée est qu'elle n'est pas sensible au changement du pH de l'eau de contact, contrairement au cas des additifs de type amines.

2.4.1.6 Dopage

L'utilisation de dopes d'adhésivité est une pratique très courante lorsque l'affinité entre un type de granulats minéraux et un liant hydrocarboné est insuffisante. Ce sont des agents tensio-actifs dont les molécules s'accumulent dans la zone d'interface liant-granat avec pour but la modification des liens d'adhésivité.

La technique du dopage est expliquée en détail dans le prochain chapitre (Chapitre 2.4.2).

2.4.2 Utilisation d'un dope d'adhésivité

La technique d'amélioration de l'adhésivité liant-granat faisant appel aux dopes d'adhésivité concerne les couples liant-granat présentant une mauvaise affinité. Elle est utilisée couramment pour les enduits superficiels tant pour les applications à chaud qu'à froid, mais aussi pour divers cas des enrobés à chaud.

Dans ce chapitre sont discutées les caractéristiques principales des dopes d'adhésivité et de leur utilisation. Les différents points traitent des objectifs et des caractéristiques de nature chimique des dopes, des interactions dopes-liant-granat-eau et des questions relatives à l'incorporation des dopes d'adhésivité.

2.4.2.1 Objectifs des dopes d'adhésivité

L'objectif primaire des dopes d'adhésivité est l'amélioration de l'adhésivité d'un couple liant-granat donné et d'augmenter la résistance contre des défauts liés à la présence d'humidité. Les dopes sont principalement utilisés lorsque les couples sont peu ou pas du tout compatibles (p.ex. pour des granulats de type siliceux). Le but est de transformer la surface des granulats en une surface qui offre une meilleure affinité au liant par rapport à l'eau. Cette amélioration de l'adhésivité doit pouvoir se faire sans détériorer les performances de l'enrobé bitumineux.

Dans un cas idéal, où aucune attaque de l'enrobé par l'humidité est à déplorer, les dopes d'adhésivité ne sont pas nécessaires, même si l'affinité liant-granat n'est pas assurée. Néanmoins, ce cas n'existe pas en pratique, car de l'eau est toujours présente, que ce soit avant l'enrobage (p.ex. piégée dans les granulats), lors de l'enrobage (p.ex. comme molécules dans l'air), lors de la mise en place de l'enrobé (p.ex. sous forme de pluie ou de brouillard) ou de la vie de service de la chaussée (p.ex. à travers les cycles gel-dégel). Il est donc souvent d'usage d'ajouter un dope d'adhésivité à la plupart des enrobés bitumineux, même si d'un point de vue théorique il n'y en aurait pas besoin.

2.4.2.2 Caractéristiques des dopes d'adhésivité

Les dopes d'adhésivité sont des agents tensioactifs dont les molécules s'accumulent dans la zone de contact entre la surface des granulats minéraux et le liant hydrocarboné et en modifient les conditions. Ils peuvent être de types divers et sont utilisés en fonction des caractéristiques spécifiques des matériaux employés pour l'enrobé bitumineux. Leur composition chimique change donc par rapport au domaine d'application. Ils peuvent être sous forme liquide ou solide avec des actions identiques, mais des différences lors du mélange avec les granulats et le liant.

Il existe plusieurs types de dopes d'adhésivité, tels que les amines, les silanes, etc. La plupart des dopes sont soit des amines, soit des composants chimiques qui contiennent des amines (p.ex. diamines, polyamines, amidoamines, imidazoamines). Les amines sont des composés organiques dérivés de l'ammoniac (NH_3) dont certains hydrogènes ont été remplacés par des groupements carbonés (chaines hydrocarbonées). Ils sont généralement basiques, mais peuvent, selon les groupements carbonés qui les composent, être faiblement acides. Lorsque deux ou plusieurs fonctions d'amines sont reliées, on parle de polyamines.

La plupart des dopes d'adhésivité sont cationiques (portant des charges électriques positives), conçues pour promouvoir l'adhésivité entre des surfaces de granulats acides et des liants acides. Par contre, certains dopes peuvent contenir des composants cationiques et anioniques (portant des charges électriques négatives), ce qui leur permet d'améliorer l'adhésivité de n'importe quel couple liant-granat.

Les amines grasses possèdent une longue chaîne hydrocarbonée hydrophobe (avec une plus grande attraction pour le liant que pour l'eau) et sont produites à partir d'acides gras. Elles améliorent au mieux l'adhésivité liant-granat, c'est pourquoi elles sont utilisées abondamment dans la pratique. Lorsqu'elles sont en contact avec de l'eau ou des acides, l'amine est ionisée et donne un ion d'amine qui a une charge positive. Il s'agit donc d'une amine cationique. Les caractéristiques physiques des amines grasses dépendent de la longueur et de la nature de la chaîne hydrocarbonée. Pour des chaînes courtes, le point de fusion est bas, ce qui implique une moins bonne résistance aux températures élevées du dope. Le même phénomène se produit pour des chaînes hydrocarbonées non saturées. Les caractéristiques chimiques des amines grasses de leur côté peuvent être modifiées en changeant le nombre des fonctions d'amines et leurs positions dans la molécule. Il convient donc de trouver un optimum entre la longueur de la chaîne hydrocarbonée et le nombre de fonctions d'amines pour améliorer au maximum l'adhésivité liant-granat. Des performances optimales sont typiquement obtenues pour des chaînes comptant entre 14 et 18 éléments de carbone et une à deux fonctions d'amines.

2.4.2.3 Interactions entre les dopes d'adhésivité et le système liant-granulats

Les interactions entre les dopes d'adhésivité et le système liant-granulats dépendent non seulement des caractéristiques physico-chimiques des granulats et du liant, mais aussi des caractéristiques du dope. Les propriétés du dope à prendre en compte sont d'une part les caractéristiques chimiques et d'autre part les considérations de mélange (chronologie de l'ajout du dope, technique d'incorporation, quantité de dope utilisée, etc. – Chapitre 2.4.2.4).

Concernant les dopes d'adhésivité de type amines, les interactions dopes-liant-granulats se caractérisent par des réactions chimiques se produisant entre le dope et les granulats d'une part, et un ancrage mécanique entre le liant et le dope. Les fonctions d'amines réagissent avec les molécules à la surface des granulats minéraux alors que les chaînes hydrocarbonées des amines sont ancrées dans le liant. La diminution des tensions superficielles du liant qui en résulte améliore l'affinité entre les deux matériaux. Les dopes d'adhésivité forment donc des liens solides entre les granulats et le liant de l'enrobé bitumineux et ceci même en présence d'humidité (p.ex. lorsque la surface des granulats est humide).

La longueur des chaînes hydrocarbonées joue un rôle important. En effet, des chaînes courtes s'ancrent moins bien dans la surface du liant et forment ainsi des liens moins forts.

Les amines grasses cationiques déplacent les éventuels films d'eau à la surface des granulats hydrophiles et réagissent avec les minéraux siliceux pour rendre les surfaces hydrophobes et lipophiles. Les granulats recouverts d'amines grasses ne montrent au liant que les chaînes hydrocarbonées hydrophobes, lesquelles peuvent être facilement enrobées par le liant pour former des liens très robustes et résistants à l'action de l'eau.

Les dopes d'adhésivité sont des agents très réactifs qui le restent même après la fabrication et le refroidissement de l'enrobé bitumineux. Des changements dans la composition chimique des dopes peuvent néanmoins avoir lieu à différentes étapes :

- Lors du stockage du dope d'adhésivité incorporé dans le liant (vieillessement – dégradations des fonctions amines sous l'effet de la chaleur, possibles réactions chimiques avec le liant).
- Lors du mélange de l'enrobé bitumineux (solllicitations thermiques, possibles réactions chimiques avec le liant).
- Lors de la mise en place de l'enrobé bitumineux (solllicitations thermiques, possibles réactions chimiques avec le liant).
- Lors de la détermination du dope d'adhésivité (récupération du liant, extraction du dope d'adhésivité, titrage du dope d'adhésivité – possibles réactions avec les substances chimiques employées).

Certains de ces changements de la composition chimique peuvent s'annihiler. Notons que les amines seules peuvent être stockées indéfiniment sans perte d'efficacité.

L'efficacité de certains dopes d'adhésivité peut diminuer en contact avec de l'eau se trouvant à un pH élevé, contrairement à l'utilisation de chaux hydratée. Les liens entre les fonctions d'amines et la surface des granulats sont affaiblis ce qui augmente le risque de désenrobage. Néanmoins, ce phénomène ne se produit qu'à des valeurs de pH très élevé (supérieures à 10), ce qui ne se produit que rarement dans la pratique. En même temps, l'efficacité de certains dopes peut augmenter si un stockage temporaire de l'enrobé bitumineux pendant quelques heures est effectué à des températures autour de 150°C. Ce phénomène n'est encore peu connu et une explication pourrait être que pendant le stockage il y ait une formation d'un film de liant polymérisé.

Les dopes d'adhésivité liquides peuvent aussi être dilués dans des dispersants au moment de l'ajout au système liant-granat. Certains de ces dispersants, principalement les dispersants huileux, peuvent changer les propriétés physicochimiques des granulats et ainsi altérer l'efficacité du dope. Les dopes liquides à haute performance contiennent très peu de dispersants.

2.4.2.4 Incorporation des dopes d'adhésivité

Il existe plusieurs techniques d'incorporation des dopes d'adhésivité dans les enrobés bitumineux. Cette incorporation peut se faire sous forme solide ou liquide comme décrit plus haut. Les applications principales sont :

- Incorporation dans la masse du liant : Le dope d'adhésivité est incorporé directement dans la masse du liant hydrocarboné, puis les granulats minéraux sont ajoutés pour le mélange final. Cette technique tolère une certaine perte du dope car la totalité de l'additif n'arrive pas à accéder aux interfaces liant-granat. C'est néanmoins la technique la plus utilisée actuellement car elle est très simple et assez économique. Une attention particulière est à porter à la stabilité thermique du dope d'adhésivité.
L'adjonction du dope d'adhésivité peut également se faire directement dans le malaxeur ce qui implique que le mélange se fait le long du transport de la centrale d'enrobage au chantier.
- Prétraitement des granulats : Le dope d'adhésivité est appliqué directement sur la surface des granulats minéraux à l'aide d'une solution aqueuse ou huileuse. Cette technique est très efficace et permet un dosage optimal du dope d'adhésivité, mais elle requière plus de travail et les minéraux ne peuvent être stockés que pendant une courte période. C'est une technique assez coûteuse.

- Traitement à l'interface : Cette technique est utilisée essentiellement pour les enduits superficiels. Elle consiste à ajouter le dope d'adhésivité par pulvérisation de dispersions aqueuses ou huileuses sur le liant avant la phase de gravillonnage. Cette technique est efficace et permet un dosage optimal du dope d'adhésivité, mais elle nécessite un matériel spécial et des opérations de mise en place supplémentaires.
- Pré-enrobage avec liant dopé : Les granulats minéraux sont pré-enrobés avec un liant hydrocarboné dopé, à froid ou à chaud. Cette méthode est très efficace mais le coût est très élevé étant donné que le mélange doit être fait en centrale.

Le problème de la stabilité thermique des dopes d'adhésivité est très complexe et encore peu connu. En effet, les liants hydrocarbonés contiennent des quantités diverses de composants acides qui peuvent réagir avec les amines. Ces réactions se développent très lentement à basses températures (inférieures à 100°C), mais sont accélérées lorsque la température augmente. Dans les enrobés à chaud, la réaction initiale entre les amines et le liant implique la formation de composants de sel qui restent actifs en tant qu'agent d'adhésivité. Par contre un stockage prolongé entraîne des réactions supplémentaires qui produisent des composants inertes ne montrant aucune propriété adhésive. A une température de 180°C, toutes les amines peuvent perdre leur efficacité en quelques heures seulement.

Le pourcentage de dope d'adhésivité ajouté à l'enrobé bitumineux est primordial dans l'efficacité du produit utilisé. En effet, un sous-dosage n'apporte pas l'amélioration de l'adhésivité souhaitée car une demande minimale en dopes de la part du liant existe, avant que le dope ne devienne actif, alors qu'un surdosage peut avoir des effets négatifs non négligeables et n'est économiquement pas souhaitable. Le surdosage peut mener à des réactions chimiques entre le dope en surplus et le liant hydrocarboné, ce qui peut se traduire par une inversion du phénomène d'adhésivité.

Un bon dope d'adhésivité devrait déjà montrer une amélioration importante de l'adhésivité liant-granat à petite teneur. Les valeurs de la teneur en dopes dépendent non seulement du type de dope utilisé, mais aussi des caractéristiques du système liant-granat. Dans la littérature et la pratique, la gamme de teneur des dopes est assez étendue (0.1 à 3% par rapport au poids du liant) avec une zone usuelle entre 0.2 et 1%.

3 ÉTAT DE L'ART

Après avoir donné un bref rappel théorique sur les phénomènes d'adhésivité, un état de l'art complet est exposé dans ce chapitre. Tout d'abord un aperçu général des essais d'adhésivité utilisés actuellement ou par le passé au niveau international est donné. Ensuite, les normes européennes et suisses qui traitent des phénomènes d'adhésivité sont décrites, en se focalisant d'avantage sur les normes d'essais pouvant servir par la suite. Le but de cette première partie étant de comparer les essais existants au niveau national et international en ce qui concerne les essais de présence et d'efficacité des dopes dans les bétons bitumineux.

La deuxième partie de ce chapitre se rapporte à l'enquête menée auprès des utilisateurs de dopes d'adhésivité. Des questionnaires ont été envoyés à ce groupe d'acteurs pour aboutir à un inventaire complet des dopes utilisés en Suisse. De même, les cas de compatibilités et d'incompatibilités entre les granulats et les liants bitumineux sont examinés et inventoriés. Finalement, les essais effectués régulièrement au niveau des utilisateurs suisses sont examinés ainsi que les conditions de mise en œuvre optimales pour l'adjonction de dopes d'adhésivité dans les bétons bitumineux.

La troisième partie du présent chapitre traite des conditions d'utilisations actuelles des dopes d'adhésivité, c'est-à-dire des caractéristiques actuellement employées en pratique pour une utilisation optimale des dopes. Cette partie se base essentiellement sur des contacts avec les fabricants de dopes d'adhésivité.

A la fin de ce chapitre, une première identification de cas particuliers est effectuée à l'aide des réponses au questionnaire, afin de préparer la suite du travail sur l'efficacité des dopes d'adhésivité et des essais qui en font partie.

3.1 Essais

Les premiers essais de laboratoire servant à distinguer des couples liant-granulats avec une bonne, respectivement mauvaise affinité ont été développés dans les années 1920. Parmi les premiers essais l'on trouve les essais statiques d'immersion ou les boiling tests qui étaient appliqués sur des enrobés non compactés. Puis dans les années 1940 suivaient les tests de compression sur échantillons immergés dans de l'eau, qui ont donné naissance aux premières méthodes normalisées (p.ex. Immersion-Compression Test aux Etats-Unis dans les années 1950). Par la suite d'autres tests ont été développés, que ce soit sur des enrobés non compactés ou bien compactés, avec des essais mécaniques, chimiques, etc. Le domaine de l'adhésivité faisant encore intervenir des phénomènes peu ou pas connus de nos jours, des nouveaux tests sont toujours en voie de développement.

Plusieurs méthodes d'essais sont utilisées actuellement ou ont été utilisées par le passé pour qualifier ou quantifier les paramètres intervenant dans les phénomènes d'adhésivité entre les granulats minéraux et les liants bitumineux. Les essais qualitatifs sont basés sur une évaluation subjective du potentiel de désenrobage d'un enrobé, alors que les essais quantitatifs donnent des valeurs spécifiques de performance d'un enrobé avant et après le conditionnement vis-à-vis du désenrobage. Le recours à de tels essais sert principalement à trois objectifs différents :

- Déterminer le degré de résistance d'un enrobé bitumineux particulier contre l'action de l'eau ou de l'humidité en générale.
- Comparer des enrobés bitumineux composés de différents types et quantités de granulats minéraux et de liants hydrocarbonés.
- Evaluer l'efficacité d'un dope d'adhésivité par rapport à un enrobé bitumineux donné et déterminer sa teneur optimale.

Le troisième objectif est le plus adopté dans la pratique. En effet, le plus souvent le choix des matériaux (liant hydrocarboné, granulats minéraux) se fait en amont par rapport à des critères de disponibilité et des critères économiques, puis des essais d'adhésivité sont utilisés pour déterminer si un dope d'adhésivité est nécessaire. Le cas échéant, la nature et la teneur du dope à employer sont déterminés avec ces essais actuels.

Etant donné le nombre impressionnant de paramètres intervenant dans les phénomènes d'adhésivité, il n'est actuellement pas possible de déterminer tous les phénomènes complexes avec un seul essai. Aucun test n'apporte de solutions satisfaisantes à 100% qui pourraient être utilisées pour une modélisation complète des phénomènes d'adhésivité.

Par la suite, un aperçu des principaux types de méthodes d'essais se rapportant aux phénomènes d'adhésivité et de leurs caractéristiques principales est donné (Chapitre 3.1.1 et 3.1.2). Ensuite, les essais retenus pour le projet sont décrits plus en détails et une typologie est présentée (Chapitre 3.1.3). A la fin de ce paragraphe, les limites des essais actuellement employés sont décrites et un bref aperçu des domaines de recherche en cours est donné (Chapitre 3.1.4).

3.1.1 Aperçu des essais utilisés au niveau international

Les essais se rapportant au phénomène d'adhésivité et de leurs caractéristiques principales sont très nombreux et variés. Il est possible de les classer selon une multitude de groupes : essais de désenrobage, essais mécaniques, essais sur enrobés non compactés ou compactés, essais chimiques, essais directs ou indirects, essais qualitatifs ou quantitatifs, essais destructifs ou non destructifs, etc. Pour le présent rapport la classification en essais d'adhésivité sur les mélanges non compactés et sur les mélanges compactés a été choisie pour donner un aperçu des essais principaux utilisés au niveau international.

	Essais	Exemples
Essais sur mélanges non compactés	Désenrobage	Essai de désenrobage, Static Immersion Test, Total Water Immersion Test, Essai Riedel et Weber, Boiling Water Test, Essai de tenue d'un film de liant hydrocarboné en présence d'eau, Dynamic Immersion Test, Chemical Immersion Test, Bouteille tournante, Méthode statique, Méthode de désenrobage à l'eau bouillante, Net Adsorption Test, etc.
	Enrobage	Essai d'efficacité d'un liant dopé, Sand Mix Method, etc.
	Adhésion mécanique	Immersion Tray Test, Essai d'adhésion globale à la plaque Vialit, Immersion Plate Test, Pneumatic Adhesion Tensile Tester, etc.
	Caractéristiques d'adhésivité	Wilhelmy Plate Method, Sessile Drop Method, Wicking Method, Universal Sorption Device, Microscope à force atomique, Chromatographie Gazeuse Inverse, Microcalorimétrie, Titration, etc.
	Autres	Essai de rupture locale répétée sur bitume, Ultrasonic Pulse Wave Velocity Test, etc.
Essais sur mélanges compactés	Mécanique avec conditionnement dans l'eau	Immersion Compression Tests, Marshall Immergée, Sensibilité à l'eau, Modified Lottman Test, Lottman Test, Tunnicliff and Root Conditioning, Effect of moisture on asphalt concrete paving mixtures, Resilient Modulus Test, etc.
	Mécanique avec conditionnement dans l'eau et action du trafic	Immersion Wheel Tracking Test, Hamburg Wheel-Tracking Device, Asphalt Pavement Analyzer, Manège de fatigue, Environmental Conditioning System, etc.
	Autres	Freeze-Thaw Pedestal Test, Ultrasonic Pulse Wave Velocity Test, Sonic Vibration Test, etc.

Tableau 5 – Synthèse des essais d'adhésivité principaux

3.1.1.1 Essais sur les mélanges non compactés

La plupart des essais sur les mélanges non compactés apportent une estimation de l'affinité liant-granulats et du potentiel de désenrobage. Ils comprennent entre autres les essais de désenrobage et d'enrobage, les essais d'adhésion mécanique, les essais de mesure des propriétés adhésives, etc. Les essais de désenrobage sont les plus utilisés dans la pratique.

Les essais sur les mélanges non compactés permettent avec peu de moyens (coût, équipements, procédures) d'effectuer des tests simples et rapides qui donnent malgré tout des résultats convaincants. Néanmoins, ces essais ne prennent pas en compte plusieurs paramètres intervenant dans les mécanismes de désenrobage, tels que l'action du trafic, les caractéristiques de formulation, les conditions de mise en place des enrobés ou les paramètres liés aux changements météorologiques réels. En règle générale, les résultats restent donc très qualitatifs et leur interprétation devient une question subjective qui dépend de l'expérience et du jugement du personnel effectuant les essais. En même temps, les relations entre les résultats des essais et les performances réelles in situ ne sont pas toujours évidentes. Pour ces raisons, les essais sur les mélanges non compactés peuvent être utilisés de manière convaincante pour comparer différents couples liant-granulats par rapport à certains phénomènes, mais ne doivent pas être utilisés pour une appréciation globale de l'adhésivité.

Les enrobés, dont les résultats à ces essais sont négatifs, présentent un potentiel de désenrobage important et devraient être évités, ou alors des techniques d'amélioration de l'adhésivité devraient être appliquées. Par contre, une réponse positive à un tel essai ne signifie pas forcément que cet enrobé résiste au désenrobage, tant que les effets des paramètres non pris en compte ne sont pas considérés.

Essais de désenrobage

Les essais de désenrobage étaient les premiers à être développés et appliqués dans la pratique. Le but de ces essais est de comparer le comportement adhérent entre un type de granulats et un liant en contact avec un liquide. Il convient d'estimer le démouillage des granulats, qui ont été enrobés préalablement par un liant, par l'action d'un liquide. Les essais peuvent être de type statique ou dynamique (agitation, vibration, rotation, etc.) avec des types et températures différentes du liquide (eau distillée, solution chimique, etc. ; à température ambiante, bouillante, etc.).

L'appréciation du degré de désenrobage se fait principalement de manière visuelle (appréciation qualitative sur le mélange ou sur une photographie du mélange) et peut se faire à sec après le conditionnement dans l'eau ou alors au moment où l'échantillon est plongé dans le liquide. Il existe néanmoins des méthodes d'appréciation qui s'efforcent à donner des mesures quantitatives du désenrobage : Mesure de l'adsorption d'un composant chimique ou colorant par les granulats, mesure de la diffusion d'un composant chimique ou colorant appliqué préalablement sur les granulats, mesure de la réflexion d'ondes acoustiques, mesure de la luminosité du mélange testé, etc. L'appréciation mécanique n'est que peu utilisée du fait que le gain minime de précision des mesures n'est pas justifiable par rapport aux coûts supplémentaires engendrés par l'utilisation d'une technique d'appréciation compliquée.

Il existe une multitude d'essais de désenrobage différents au niveau international. Certains sont très proches et se différencient des fois seulement par le changement d'un paramètre d'essai tel que la température de l'eau ou la quantité de granulats à tester. Au niveau européen, trois essais de désenrobage sont décrits dans la norme EN 12697-11 [64] (Bouteille tournante, Méthode statique et Méthode de désenrobage à l'eau bouillante). Ces essais ne sont pas appliqués au niveau Suisse, mais une vérification de leur adaptabilité est en cours.

Exemples d'essais de désenrobage : Essai de désenrobage (SN 670 460 [70]), Static Immersion Test (ASTM D1664, AASHTO T182), Total Water Immersion Test, Essai Riedel et Weber, Boiling Water Test (ASTM D3625), Essai de tenue d'un film de liant hydrocarboné en présence d'eau, Dynamic Immersion Test, Chemical Immersion Test, Bouteille tournante (EN 12697-11 [64]), Méthode statique (EN 12697-11 [64]), Méthode de désenrobage à l'eau bouillante (EN 12697-11 [64]), Net Adsorption Test.

Essais d'enrobage

Les essais d'enrobage de leur côté estiment le degré d'enrobage d'un granulat par un liant, le tout plongé dans un liquide. Les liants utilisés pour ces essais sont habituellement dopé avec un agent tensio-actif pour que l'enrobage puisse se faire en contact avec l'eau. A la place des granulats peut aussi être utilisé un matériau de référence, tel que du sable, qui permet d'apprécier l'adsorption du liant dans le sable.

L'appréciation du degré d'enrobage peut se faire selon les mêmes méthodes que pour les essais de désenrobage. Elles ont été décrites ci-dessus.

Exemples d'essais d'enrobage : Essai d'efficacité d'un liant dopé, Sand Mix Method.

Essais d'adhésion mécanique

Le but des essais d'adhésion mécanique est de déterminer le mouillage d'un granulat par le liant après arrachement de ce granulat du liant respectif. Le principe est le suivant : les granulats sont mis en place sur un support (plaque, plateau, etc.) recouvert d'une mince couche de liant, puis détachés manuellement ou par une action mécanique sur la plaque (choc, agitation, arrachement). Le détachement des granulats peut se faire à sec après un conditionnement du support dans un liquide ou alors directement dans le liquide. Le mouillage des granulats décollés est par la suite déterminé comme pour les essais de désenrobage. Un certain compactage peut être appliqué aux granulats au moment où ceux-ci sont mis en place sur le support.

L'avantage de ces essais d'évaluation de l'adhésion mécanique réside dans le fait, que les granulats peuvent être utilisés humides et/ou sales, ce qui correspond mieux aux conditions réelles de chantier. De même les températures du liant et des granulats auxquelles est associé l'essai peuvent varier. Ces essais sont principalement utilisés pour les enduits superficiels.

Exemples d'essais d'adhésion mécanique : Immersion Tray Test, Essai d'adhésion globale à la plaque Vialit (EN 12272-3 [60]), Immersion Plate Test, Pneumatic Adhesion Tensile Tester.

Essais de mesure directe des caractéristiques d'adhésivité

Depuis quelques temps, les essais sur les propriétés adhésives des enrobés se sont diversifiés et plusieurs nouveaux courants ont vu le jour. Un domaine très actif est celui des mesures directes des caractéristiques de l'adhésivité, c'est-à-dire la quantification des liens liant-granulats à travers des mesures concrètes des angles de contact, du potentiel d'interaction chimique, des surfaces spécifiques de contact, etc. Il s'agit donc de mesurer les propriétés physiques et chimiques à une échelle microscopique qui influencent directement la nature et la durabilité des liens liant-granulats. Ces propriétés sont par la suite utilisées pour calculer les différents composants des énergies de surface des matériaux testés.

Il existe différentes techniques, dont certains depuis plusieurs décennies, qui mesurent les divers paramètres des matériaux. Un aperçu de quelques-uns de ces techniques est donné dans le tableau ci-après (Tableau 6).

Technique	Paramètre	Description
Wilhelmy Plate Method	Angle de contact	Basée sur la mesure de l'équilibre des forces cinétiques à l'aide d'une plaque très mince immergée puis retirée dans le liant à une vitesse faible et constante
Sessile Drop Method	Angle de contact	Basée sur la mesure directe de l'angle de contact d'un liant connu sur la surface des granulats à tester ; Mesure d'un angle de contact statique
Wicking Method	Angle de contact	Basée sur la mesure du quotient de la montée capillaire du liant à travers une colonne remplie de granulats ; Mesure de l'angle de contact pour les granulats très fins
Universal Sorption Device	Pression de propagation	Basée sur la mesure de l'adsorption d'au minimum trois gaz sélectionnés sur la surface des granulats ; Technique gravimétrique statique de sorption
Microscope à force atomique	Force d'adhésion	Basée sur la mesure de la force appliquée à une pointe, accrochée à un levier non rigide au microscope à force atomique, qui balaie la surface du granulat ; Mesure également la morphologie des granulats
Chromatographie Gazeuse Inverse	Propriétés thermo-dynamiques	Basée sur la mesure du temps de rétention d'une substance dissoute, dont les propriétés sont connues, à travers une colonne remplie d'enrobé avec l'aide d'un gaz inerte
Microcalorimétrie	Enthalpie	Basée sur la mesure de la chaleur produite lors de la mise en contact entre les granulats et un liquide ou les granulats et le liant à différentes températures et pressions ; Mesure des liaisons chimiques ; Différentes techniques de mesure existent
Titration	Concentration	Basée sur la détermination de la concentration formelle d'une solution d'acide ou de base par réaction de protolyse complète avec une solution de base ou d'acide de concentration connue

Tableau 6 – Synthèse des techniques de mesure directe des caractéristiques d'adhésivité

Autres essais sur les mélanges non compactés

Certains essais ne peuvent pas être assimilés à une des classes ci-dessus. Ceci est par exemple le cas pour l'essai de rupture locale répétée sur bitume [14]. Cet essai, développé par le LCPC, mesure la cohésivité à l'aide d'une lentille de bitume placée entre deux protubérances convexes en acier. Ensuite une traction uniaxiale répétée avec une loi de déplacement imposée est appliquée, et la cohésivité est mesurée par émission acoustique.

Des essais non destructifs peuvent aussi être appliqués, tel que des essais de mesure des paramètres d'adhésivité par rayonnement sonique (p.ex. Ultrasonic Pulse Wave Velocity Test). Ces essais peuvent aussi bien être appliqués à des mélanges compactés.

3.1.1.2 Essais sur les mélanges compactés

La plupart des essais sur les mélanges compactés apportent une appréciation quantitative sur un ou plusieurs paramètres de l'adhésivité liant-granulats. Ils comprennent principalement les essais mécaniques et sont utilisés notamment pour les enrobés à chaud ou à froid.

Le déroulement de ces essais nécessite des moyens (argent, équipements, procédures) plus importants que les essais sur les mélanges non compactés. En même temps, les essais sont plus longs, souvent assez compliqués et destructifs pour la plupart entre eux. Par contre les résultats sont plus concrets et permettent la comparaison entre différents couples liant-granulat à l'aide de valeurs chiffrées. L'avantage principal de ces essais est le fait de s'intéresser à des facteurs externes, tels que l'action du trafic, les caractéristiques de formulation, les conditions de mise en place des enrobés ou les paramètres liés aux changements météorologiques réels. Les résultats obtenus peuvent donc être assez représentatifs et le déroulement des essais peut se faire de manière contrôlée avec une automatisation poussée qui élimine le côté subjectif lors de l'évaluation des caractéristiques.

Malheureusement, il n'existe de nos jours pas d'essai prenant en compte tous les paramètres intervenant dans les mécanismes d'adhésivité ou de désenrobage. La corrélation entre les essais en laboratoire et les performances réelles des enrobés n'est donc toujours pas satisfaite à 100%, mais elle s'en approche davantage que les essais sur les mélanges non compactés. Un certain nombre d'inconnues continue à exister ce qui implique donc une continuité de la recherche dans ce domaine (Chapitre 3.1.4).

Essais mécaniques avec conditionnement dans l'eau

Les essais mécaniques avec conditionnement dans l'eau portent sur un enrobé défini et compacté. L'objectif est d'estimer l'effet d'un séjour dans l'eau sur une ou plusieurs caractéristiques mécaniques de l'enrobé (pertes de résistance). Des essais mécaniques usuels statiques ou dynamiques (résistance à la compression, à la traction, résistance à la déformation, etc.) sont donc réalisés sur l'enrobé avant et après immersion dans un liquide. Ces essais ne prennent pas en compte l'action du trafic, mais peuvent faire intervenir des cycles de gel-dégel ou de saturation artificielle des enrobés.

Les performances d'un couple liant-granulats dépendent de plusieurs paramètres, dont l'une est l'adhésivité. A l'aide des essais mécaniques les performances globales des enrobés peuvent être déterminées et non les performances spécifiques de l'adhésivité. Ceci implique qu'il n'est pas possible de déterminer quantitativement l'adhésivité avec un essai mécanique et de comparer les résultats d'un essai mécanique avec ceux d'un autre.

L'essai de compression fut le premier essai mécanique à être utilisé dans la pratique pour la mesure de la sensibilité à l'eau des enrobés compactés dans les années 1950. De nos jours, il n'est plus utilisé du fait que les résultats ne correspondent pas aux performances réelles des enrobés. Cette différence s'explique par le fait que la compression appliquée modifie certains paramètres intervenant dans les mécanismes d'adhésivité, surtout la pression interstitielle de l'enrobé.

Actuellement, les essais les plus utilisés dans cette classe sont les essais qui mesurent soit la résistance à la traction, soit le module résilient des échantillons. Au niveau européen, c'est l'essai de sensibilité à l'eau [65] et au niveau des États-Unis c'est principalement l'essai Lottman modifié qui est utilisé. L'essai Lottman modifié peut faire intervenir les deux propriétés, résistance à la traction indirecte (Indirect Tensile Strength – ITS) et module résilient (Indirect Tensile Stiffness Modulus – ITSM), alors que l'essai de sensibilité à l'eau n'utilise que la résistance à la traction indirecte (ITS). L'essai Lottman modifié s'intéresse également aux performances à long terme des enrobés, en appliquant différentes saturations par vacuum aux échantillons pour reproduire un vieillissement accéléré, et en faisant passer les échantillons par des cycles gel-dégel répétés. Le module résilient représente la rigidité d'un enrobé compacté alors que la résistance à la traction indirecte représente la charge maximale à laquelle un échantillon peut résister avant de se fracturer sous une charge diamétrale de compression. Il est considéré que ces deux caractéristiques diminuent lorsque les mécanismes de désenrobage se produisent.

Exemples des essais mécaniques avec conditionnement dans l'eau : Immersion Compression Tests (ASTM D1075, AASHTO T165, Duriez), Marshall Immergée, Sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]), Modified Lottman Test (AASHTO T283), Lottman Test (NCHRP 246), Tunnicliff and Root Conditioning (NCHRP 274), Effect of moisture on asphalt concrete paving mixtures (ASTM D4867), Resilient Modulus Test (ASTM D4123).

Essais mécaniques avec conditionnement dans l'eau et prise en compte du trafic

Les essais mécaniques avec prise en compte du trafic représentent l'étape suivante des essais mécaniques décrits ci-dessus. Ils sont encore plus proches des conditions réelles des chaussées in situ, mais nécessitent des appareillages techniques sophistiqués et onéreux. Le recours à des manèges de fatigue par exemple n'est pas usuel pour apprécier les phénomènes d'adhésivité des enrobés bitumineux car il est souvent trop difficile pour savoir si une défaillance sur manège est due à l'adhésivité, à un autre facteur ou, ce qui semble plus plausible, à l'interaction d'une multitude de facteurs.

Les Wheel Tracking Tests, tels que le Hamburg Wheel-Tracking Device (HWTDD), sont utilisés couramment dans plusieurs pays. Ils simulent le passage d'une roue sur les échantillons d'enrobé à tester. Le HWTDD a été développé en premier lieu pour évaluer le processus d'orniérage des enrobés bitumineux, mais sa faculté pour prédire la sensibilité à l'eau a rapidement été remarquée, et dès lors son utilisation s'est avérée très prometteuse. Son fonctionnement est le suivant : Une roue passe sur un échantillon d'enrobé compacté immergé dans l'eau, et la déformation permanente est enregistrée en fonction du nombre de passage de la roue. À un certain moment, une augmentation rapide de la déformation est visible sur le graphe enregistré. Ce moment indique le début du désenrobage de l'enrobé (stripping inflection point), et le nombre de passage de roue correspondant est utilisé en tant que mesure relative de la sensibilité au désenrobage.

Le Environmental Conditioning System a été développé aux États-Unis à travers un projet du Strategic Highway Research Program (SHRP). Cet essai de sensibilité à l'eau, adapté aux enrobés bitumineux à chaud, présente une large capacité à simuler les conditions in situ réelles à travers trois sous-systèmes : Conditionnement fluide, conditionnement des effets environnementaux et système de chargement. Après le passage d'un enrobé dans ces trois sous-systèmes, la sensibilité à l'eau est mesurée à l'aide du module résilient, de la perméabilité à l'eau et du pourcentage de désenrobage (basé sur une évaluation visuelle).

Exemples des essais mécaniques avec conditionnement dans l'eau et prise en compte du trafic : Wheel Tracking Tests (Immersion Wheel Tracking Test, Hamburg Wheel-Tracking Device, Asphalt Pavement Analyzer), Manège de fatigue, Environmental Conditioning System.

Autres essais sur les mélanges compactés

Un autre exemple d'un essai sur les mélanges compactés est le Freeze-Thaw Pedestal Test. Cet essai prend en considération le comportement à long terme de l'enrobé en simulant des cycles de gel-dégel. Ensuite, la formation des fissures donne des indications sur la sensibilité à l'eau de l'enrobé testé.

Les essais non destructifs qui ont déjà été décrits ci-dessus pour les mélanges non compactés peuvent dans certains cas aussi être appliqués aux mélanges compactés. Il s'agit des essais de mesure des paramètres d'adhésivité par rayonnement sonore (p.ex. Ultrasonic Pulse Wave Velocity Test, Sonic Vibration Test).

3.1.2 Aperçu des essais utilisés au niveau suisse et européen

Selon la norme EN 13108-20 (« Mélanges bitumineux - Spécifications des matériaux - Partie 20 : Epreuve-type de formulation » [1]) et l'annexe nationale associée, les épreuves-types suivantes doivent être exécutées en Suisse pour évaluer la conformité des mélanges bitumineux :

- Genre et nombre de contrôles à effectuer sur les matériaux :

Composants	Propriété	n° norme	Nombre de résultats
Granulats minéraux EN 13043 (2002/AC:2004)	Granularité	EN 933-1 (1997/A1:2005)	1 par classe granulaire
	Masse volumique spécifique	EN 1097-6 (2000/A1:2005)	1 par classe granulaire
Filler EN 13043 (2002/AC:2004)	Granularité	EN 933-10 (2001)	1
	Masse volumique spécifique	EN 1097-7 (1999)	1
Liant – EN 12591 (1999) Liant modifié – EN 14023 (2005)	Point de ramollissement	EN 1427 (2007)	1

Tableau 7 – Type et nombre de contrôles à effectuer sur les matériaux

- Genre et nombre de contrôles à effectuer sur les bétons bitumineux :

Propriété	n° norme	Nombre de résultats
Granularité	EN 12697-2 (2002)	0 lors de validation en laboratoire 1 lors de validation par la production
Teneur en liant	EN 12697-1 (2005)	0 lors de validation en laboratoire 1 lors de validation par la production
Teneur en vides y compris les vides remplis par le bitume VFB et les vides du squelette minéral VMA	EN 12697-8 (2003)	1
Sensibilité à l'eau	EN 12697-12 (2003)	1
Essai Marshall	EN 12697-34 (2004)	1
Résistance contre les déformations permanentes	EN 12697-22 (2003) EN 12697-25 (2005)	1

Tableau 8 – Type et nombre de contrôles à effectuer sur les bétons bitumineux

Seul l'essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]) s'intéresse directement à l'affinité entre le liant et les granulats dans l'enrobé bitumineux. Aucun essai de cohésivité n'est prescrit par les épreuves-types, que ce soit au niveau de la Suisse ou au niveau européen. De même, aucun essai ne traite spécifiquement de la présence ou de l'efficacité de dopes d'adhésivité.

Selon la norme de base sur les bitumes et les liants bitumineux (SN 670 061 [55]), l'adhésivité entre le bitume routier et les minéraux est à garantir par un essai selon la SN 670 460 [70]. Au besoin, un dope d'adhésivité approprié doit être ajouté au liant. Mais aucune spécification concernant les valeurs normatives à respecter, ni quel dope à utiliser, n'est donnée dans les normes suisses et européennes. Les résultats des essais ne sont utilisés qu'en tant qu'appréciation globale du phénomène d'adhésivité entre granulats et liant. En effet, il n'existe aucune exigence concernant ces essais.

La norme SN 670 460 [70] devra être remplacée le 1^{er} février 2010 par la nouvelle norme européenne EN 12697-11 [64]. Pour le présent travail de recherche, la norme suisse a été utilisée.

Il existe plusieurs méthodes d'essai, décrits dans les normes SN et EN, permettant d'obtenir des indications sur les facteurs recherchés qui sont l'adhésivité, la cohésivité et l'efficacité des dopes. Les essais valables en Suisse et dans l'Union Européenne sont les suivants :

- Essais de vieillissement : Un essai de vieillissement en temps que tel n'existe pas dans les normes européennes ou suisses. Pour prendre en compte ce paramètre d'un liant, des procédés de vieillissement sont décrits dans les normes : Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT : EN 12607-1 [61]), Thin Film Oven Test (TFOT : EN12607-2 [62]) et Rotating Flask Test (RFT : En 12607-3 [63]). Une fois ces procédés appliqués, le vieillissement peut être observé selon la variation des caractéristiques du liant (pénétrabilité, point de ramollissement bille et anneau, viscosité dynamique ou cinématique, etc.).
- Essais de détermination de l'affinité granulat-bitume : Au niveau européen, trois méthodes de détermination de l'affinité granulat-bitume sont normalisées : Méthode de la bouteille tournante, Méthode statique et Méthode de désenrobage à l'eau bouillante (EN 12697-11 [64]). La Suisse de son côté n'a pas encore entérinée cette norme européenne et utilise encore l'essai de désenrobage (mesure de l'adhésivité passive) décrit dans la norme SN 670 460 [70].
- Essai à la plaque Vialit : Détermination de l'adhésivité active liants-granulats par la mesure de la cohésion Vialit (EN 12272-3 [60]). Cet essai est utilisé aussi bien au niveau européen qu'au niveau suisse. Son utilisation est prévue pour les enduits superficiels.
- Essai de détermination de la sensibilité à l'eau : La norme sur la détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses (EN 12697-12 [65]) décrit la méthode de conditionnement à appliquer à des échantillons, pour ensuite comparer leur sensibilité à l'eau par un essai mécanique. L'essai mécanique utilisé dans la norme européenne est l'essai de traction indirecte (EN 12697-23 [67]). Il convient donc de comparer la résistance à la traction indirecte d'un corps sec avec celle d'un corps conditionné et d'en déduire le ITSr (Indirect Tensile Strength Ratio) :

$$ITSr = 100 \cdot \frac{ITS_{humide}}{ITS_{sec}} \quad [\%]$$

Une description plus détaillée des essais retenus pour cette recherche est donné dans le chapitre suivant (Chapitre 3.1.3).

Pour contrôler l'adhésivité entre les granulats et les liants il existe donc plusieurs essais, mais certains ne sont pas obligatoire et ne permettent qu'une appréciation globale des phénomènes d'adhésivité. Actuellement, la conformité par rapport à l'adhésivité des couples granulat-liant est contrôlée [51] à travers les caractéristiques suivantes : teneur en vides, teneur en liant, température du mélange et surtout la sensibilité à l'eau [65]. Concernant ces caractéristiques, les valeurs limites sont différentes selon le type d'enrobé [52].

3.1.3 Aperçu et typologie des essais retenus

Les essais retenus pour la suite du projet sont énumérés dans les chapitres suivants. Un aperçu de la typologie de ces essais est donné dans le tableau ci-après (Tableau 9).

Essai	n° norme	Propriété mesurée
Efficacité d'un dope	Non normalisé	Efficacité et présence d'un dope
Désenrobage – Adhésivité passive	SN 670 460 [70]	Adhésivité passive (détermination du taux d'enrobage)
Sensibilité à l'eau	EN 12697-12 [65] EN 12697-23 [67]	Résistance à la traction indirecte – avant et après conditionnement
Cantabro	EN 12697-17 [66]	Abrasion – perte de matériau
micro-Deval modifié	EN 1097-1 [57] (modifié)	Résistance à l'usure – perte de masse

Tableau 9 – Essais retenus pour le projet de recherche

Les essais retenus sont toujours envisagés par rapport à un couple liant-granat donné. Les liants hydrocarbonés, granulats minéraux et dopes d'adhésivité doivent chacun de leur côté répondre à des normes physiques et/ou chimiques (Chapitre 3.1.3.1).

L'essai d'efficacité d'un dope a été développé à la base par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC). Cet essai n'est répertorié ni dans les normes européennes, ni dans les normes suisses, mais est couramment pratiqué par le Laboratoire des voies de circulation (LAVOC) qui possède une grande expérience de son application.

Concernant les essais mécaniques, deux essais normalisés SN/EN ont été employés dans un premier temps : Essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]) et essai de traction indirecte (EN 12697-23 [67]). Puis des essais supplémentaires ont été effectués (Essai Cantabro (EN 12697-17 [66]) et Essai micro-Deval modifié (EN 1097-1 [57] – modifié)). Une caractérisation mécanique complète des matériaux testés a ainsi pu être obtenue.

3.1.3.1 Essais sur les caractéristiques des matériaux

Les matériaux utilisés pour ce projet doivent chacun de leur côté répondre à des normes physiques et/ou chimiques spécifiques. Les caractéristiques des matériaux sont soit connues (données par les fournisseurs/fabricants des matériaux), soit elles doivent être déterminées en laboratoire à l'aide d'essais normalisés.

Les différentes caractéristiques à déterminer pour les matériaux utilisés, c'est-à-dire les granulats, les liants hydrocarbonés et les dopes d'adhésivité, ainsi que les essais correspondants sont celles utilisées couramment dans la pratique. Par exemple pour les granulats, il convient de connaître la pétrographie, la forme des granulats, la masse volumique, etc. Pour les liants hydrocarbonés les caractéristiques telles que la masse volumique, la viscosité, les points de ramollissement et de Fraass, etc. doivent être connues. Finalement, pour les dopes d'adhésivité, les caractéristiques à connaître sont principalement fournies par les fabricants (p. ex. composition chimique, teneur, conditions de conservation, etc.).

3.1.3.2 *Essais sur les interactions entre les matériaux*

Les essais sur les interactions entre les matériaux (granulats – liants – dopes) peuvent être classés selon différents critères. La typologie des essais retenus pour ce projet est la suivante :

- Essais sur liant : Essais réalisés en laboratoire sur les liants hydrocarbonés dopés ou non sans interaction des granulats minéralogiques – Essai d'efficacité d'un dope.
- Essais sur enrobé non compacté : Essais d'adhésivité passive réalisés en laboratoire sur les enrobés non compactés – Essai de désenrobage (adhésivité passive).
- Essais sur enrobé compacté : Essais mécaniques réalisés en laboratoire sur les enrobés compactés – Essai de sensibilité à l'eau, Essai de traction indirecte, Essai Cantabro, Essai micro-Deval modifié.

3.1.4 **Limites des essais actuels et recherche en cours**

Les essais actuels ont des limites bien définies et un essai complet intégrant tous les mécanismes d'adhésivité n'existe tout simplement pas. C'est la raison pourquoi des recherches dans ce domaine sont toujours d'actualité.

3.1.4.1 *Limites des essais actuels*

Il n'existe actuellement aucun essai qui prend en compte tous les paramètres intervenants dans les mécanismes d'adhésivité. Ceci se traduit par des problèmes de corrélation entre les résultats des essais et la performance réelle d'un enrobé. En effet, la reproduction en laboratoire des conditions routières réelles n'est pas toujours similaire aux conditions obtenues in situ. De ce fait, la comparaison entre des résultats d'essais effectués en laboratoire et le comportement réel in situ d'une chaussée ne correspond pas toujours et peut amener des différences notables dans les conclusions. Certains paramètres très spécifiques, tels que ceux liés au processus d'autoréparation (healing process), ne sont pas pris en considération de nos jours et peuvent expliquer en partie cette différence [43]. La plupart des essais se limitent à mesurer un paramètre spécifique et ne s'intéressent pas à l'intégralité des mécanismes d'adhésivité.

Les essais actuels se contentent de comparer des caractéristiques, mécaniques ou non, entre des échantillons non-conditionnés et des échantillons conditionnés. Cette approche est utile pour une analyse comparative entre différents enrobés, mais elle ne s'intéresse pas à la mesure des propriétés fondamentales des matériaux liées aux mécanismes d'adhésivité. Aussi, la multitude de matériaux à prendre en compte complique notablement la tâche (p.ex. granulats avec des pétrographies et des propriétés de surface bien distinctes, multiples liants hydrocarbonés, etc.). Il n'est pas possible de noter quel est la part qui incombe aux mécanismes d'adhésivité dans la défaillance d'un échantillon.

Un autre point à relever concerne la reproductibilité des essais entre laboratoires et la répétabilité au sein même d'un laboratoire. En effet, les essais actuels peuvent représenter une très mauvaise reproductibilité et répétabilité du fait que des facteurs subjectifs (p.ex. lecture par l'opérateur d'un degré d'enrobage) font souvent partie intégrante de ces essais.

Aussi, la plupart des essais n'apportent aucune ou très peu d'indications concernant des facteurs externes, tels que le temps, le climat, le trafic ou la technique de production et de mise en place des enrobés. En laboratoire ces facteurs sont soit laissés de côté, soit ils sont adaptés aux essais employés (p.ex. le temps est accéléré pour les essais, le compactage des échantillons est différent en laboratoire, etc.). Ceci peut impliquer des biais au niveau des conclusions à tirer alors que ces facteurs sont primordiaux par rapport au comportement à long terme des chaussées et devraient faire partie intégrante des essais actuels.

3.1.4.2 *Recherches en cours*

De nos jours, le défi de développer un essai pratique, simple et fiable pour mesurer tous les phénomènes d'adhésivité existe toujours. C'est pourquoi ce domaine de recherche est toujours très actif et des travaux sont en cours au niveau international avec des approches très variées pour atteindre les buts principaux suivants :

- Comprendre la nature chimique fondamentale du mécanisme d'adhésivité,
- Développer un nouvel essai, ou améliorer un essai existant, qui corrèle mieux aux performances réels des enrobés,
- Calibrer et implémenter cet essai à une échelle globale.

Les voies les plus prometteuses abordées dans les travaux de recherches actuels touchent entre autres le comportement à long terme des enrobés [29], les essais chimiques ou physiques [7] [48], les essais à appliquer sur carottes relevées in situ, etc. Un domaine sort plus particulièrement du lot, celui des mesures directes des caractéristiques de l'adhésivité, c'est-à-dire la quantification des liens liant-granulat à travers des mesures concrètes des caractéristiques de surface des matériaux (angle de contact, énergie de surface, etc.). Il s'agit donc de mesurer les propriétés physiques et chimiques à une échelle microscopique qui influencent directement la nature et la durabilité des liens liant-granulats. La méthodologie la plus prometteuse utilise d'une part l'essai « Wilhelmy Plate Method » pour quantifier l'énergie de surface des liants et l'essai « Universal Sorption Device » pour quantifier l'énergie de surface des granulats. En combinant les deux essais, il est possible de distinguer les mécanismes de cohésion des mécanismes d'adhésivité, et ainsi spécifier quel part d'un problème d'adhésivité incombe à quel mécanisme.

Le domaine des essais mécaniques n'est pas abandonné non plus et des recherches dans ce domaine sont toujours en cours de réalisation. Ici, l'application de charges dynamiques présente certains points très prometteurs (p.ex. charges sinusoïdales).

De même, le développement d'essais non destructifs est aussi un domaine, où des recherches en cours sont très nombreuses. Le but étant de pouvoir déterminer in situ des problèmes liés à l'adhésivité sur des enrobés compactés, sans que la chaussée soit détruite ou endommagée. Les courants les plus prometteurs utilisent à cet effet des ondes acoustiques. Ces essais présentent l'avantage de pouvoir prendre en compte des facteurs externes tels que le trafic, le climat, le processus d'autoréparation, etc.

Le défi de trouver un test universel demeure toujours et même si certains essais actuels peuvent être décrits comme très complets, il existe de nos jours pas d'essai qui prend en compte la multitude de facteurs intervenant dans les mécanismes d'adhésivité des enrobés bitumineux.

3.2 **Enquête auprès des utilisateurs de dopes d'adhésivité**

Une enquête a été menée auprès des utilisateurs de dopes d'adhésivité. En tant qu'utilisateurs, les postes d'enrobage suisses ont été questionnés, dans le but de collecter les informations suivantes :

- Type et quantité de liant livré déjà dopé, caractéristiques du dope et % présent dans le liant, quantité d'enrobé fabriqué avec du liant fourni dopé,
- Type de dope ajouté lors de la fabrication au poste d'enrobage, caractéristiques du dope et % présent dans le liant, quantité d'enrobé fabriqué avec du dope ajouté lors de la fabrication au poste,
- Origine et caractéristiques pétrographiques des granulats utilisés, cas de compatibilité (respectivement incompatibilité) relevés,
- Vérification de l'efficacité des dopes et essais effectués.

Les informations ont été recueillies par une enquête écrite auprès des postes d'enrobage dans le courant automne 2007. Ayant reçu très peu de réponses en retour, une 2^e campagne a été menée en été 2008 par écrit et par téléphone. En tout, une cinquantaine de sociétés suisses qui représentent environ 80 postes d'enrobage ont été abordés. 21 sociétés représentant plus de 50 postes ont répondu à l'enquête.

3.2.1 Aperçu des réponses à l'enquête

Sur les 21 sociétés ayant répondues à l'enquête, 14 utilisent des dopes d'adhésivité (représentant environ 40 postes d'enrobage) alors que 7 n'en ajoute pas à leurs enrobés (représentant 11 postes d'enrobage). Parmi les sociétés n'utilisant pas de dopes d'adhésivité, l'explication donnée est la même pour 3 sociétés : les granulats utilisés ne nécessitent pas l'ajout d'un dope d'adhésivité. Les sociétés restantes ne spécifient pas la raison d'absence de dopes d'adhésivité dans leurs produits.

Parmi les sociétés utilisant des dopes d'adhésivité, 2 sociétés ajoutent elles-mêmes des dopes aux postes d'enrobage, 11 utilisent des liants déjà dopés et 1 société ajoute elle-même des dopes d'adhésivité et utilise aussi des liants déjà dopés.

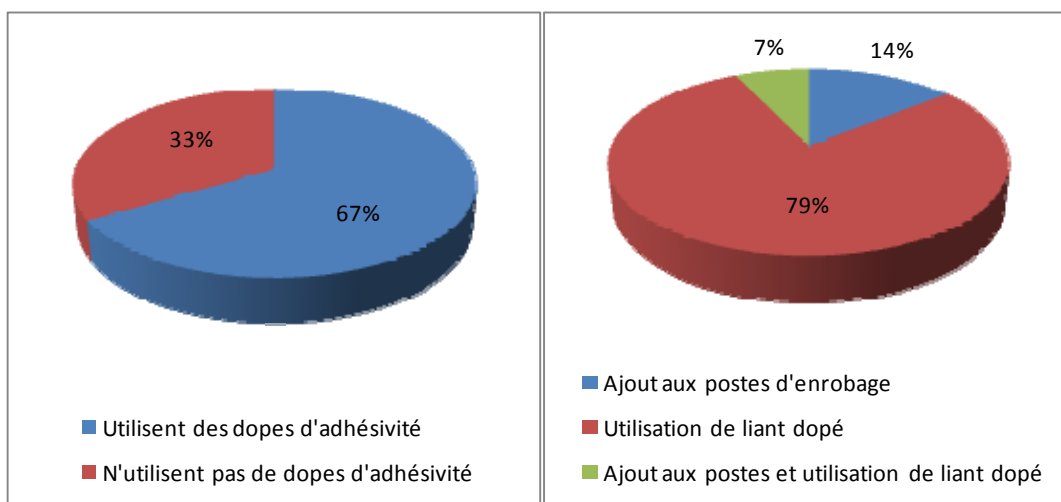


Figure 2 – Enquête – Utilisation et chronologie de l'ajout des dopes d'adhésivité

Les bitumes dopés sont tous de type standard (30/50 à 160/220), aucun autre type n'a été mentionné. Les fournisseurs des liants sont entre autres : Shell (Switzerland), BP (Switzerland), Total (Suisse) SA, Nynas AG, CTW Strassenbaustoffe AG, Siba Srl, etc.

3.2.2 Inventaire des dopes utilisés selon l'enquête

Les dopes d'adhésivité utilisés selon l'enquête sont les suivantes :

- BITHAFTIN[®]-BIT (liquide) de l'entreprise Hydrior SA en Suisse, ajout à 0.2%,
- BITHAFTIN[®]-HVP (solide) de l'entreprise Hydrior SA en Suisse, ajout à 0.1 ou 0.2%,
- Iterlene IN/400-S de l'entreprise Iterchimica Srl en Italie, ajout à 0.3%,
- TEGO[®] Addibit F4 HB de l'entreprise Evonik Goldschmidt GmbH en Allemagne, % à ajouter non mentionné.

Les sociétés qui ajoutent elles-mêmes les dope d'adhésivité aux enrobés utilisent soit du BITHAFTIN[®] HVP, soit du Iterlene IN/400-S. Les autres sociétés utilisent principalement des dopes de type BITHAFTIN[®] ou alors elles ne savent pas quel dope est ajouté au liant livré (Figure 3).

La teneur en dopes d'adhésivité usuel se situe à 0.2%. Seulement deux réponses indiquent une teneur de 0.1%, deux réponses indiquent 0.3% et une autre réponse indique qu'une teneur non connue.

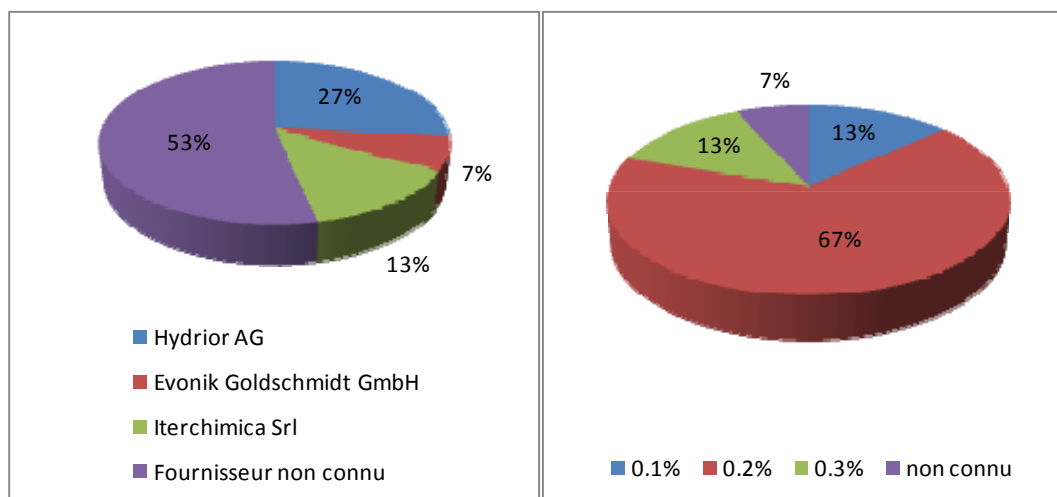


Figure 3 – Enquête – Fournisseurs et teneur en dopes d'adhésivité

3.2.3 Cas de compatibilité/incompatibilité avérés

Les cas de compatibilité et/ou d'incompatibilité qui peuvent être déduits de l'enquête sont très restreints. En effet, la plupart des postes d'enrobage utilisent des dopes d'adhésivité quel que soit la nature des granulats et du liant employé. Trois sociétés indiquent utiliser des granulats qui ne nécessitent aucune adjonction de dopes d'adhésivité à l'enrobé. Notons que certaines réponses sont contradictoires. Par exemple, il existe un cas où société ajoute des dopes aux granulats venant d'une gravière spécifique, alors qu'une deuxième société, qui utilise les mêmes granulats, indique qu'il n'y a pas besoin d'ajouter de dopes.

De manière générale, les granulats proviennent d'une multitude de gravières suisses ou étrangères (Italie, Allemagne, France). Le plus grand nombre de granulat est de type calcaire.

3.2.4 Essais de vérification

La vérification de l'efficacité des dopes d'adhésivité dans les bétons bitumineux n'est pas un procédé habituel. Environ la moitié des sociétés interrogées procèdent à des essais de vérification. Les essais employés sont principalement ceux des normes SN, avec une seule réponse concrète indiquant le numéro de la norme : SN 670 460 [70]. Les autres sociétés n'indiquent pas quels essais ils utilisent pour la vérification de l'efficacité des dopes.

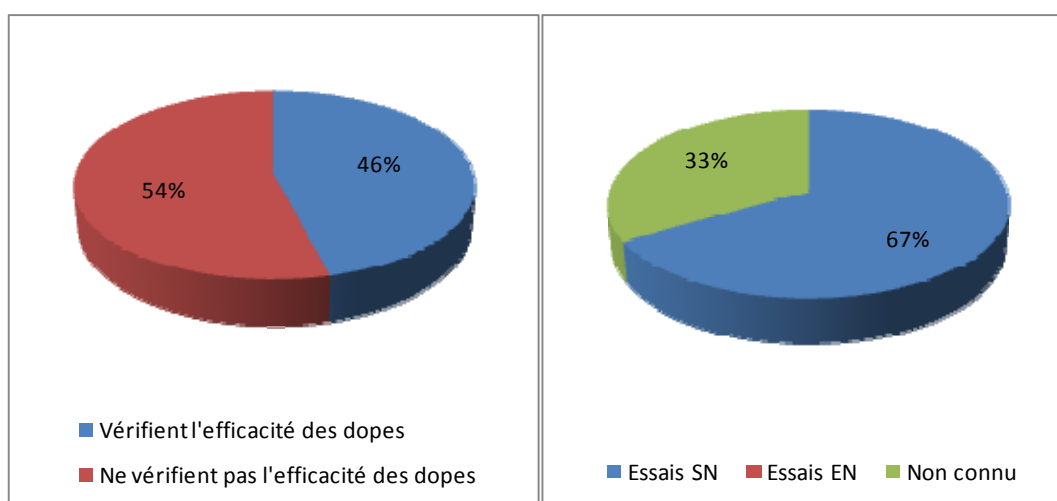


Figure 4 – Enquête – Vérification de l'efficacité des dopes d'adhésivité et essais appliqués

3.2.5 Remarques

L'utilisation de dopes d'adhésivité est un procédé courant mais peu connu. En effet, si la plupart des postes d'enrobage emploient des liants dopés, ils sont majoritaires à ne pas savoir quel type de dope est utilisé, ni s'il est adapté par rapport aux granulats utilisés, ni quel est la teneur de celui-ci dans le mélange liant-dope. De même, la vérification de l'efficacité des dopes est un procédé peu habituel. Il manque une base théorique solide et une méthodologie aidant les postes d'enrobage dans le choix et l'utilisation de dopes d'adhésivité.

3.3 Conditions d'utilisation des dopes d'adhésivité

L'utilisation de dopes d'adhésivité est un procédé courant dans la pratique, mais les conditions d'utilisations restent assez vagues. En effet, l'enquête menée auprès des postes d'enrobage (Chapitre 3.2) a démontré le flou qui règne autour des conditions d'utilisation optimale des dopes. Des facteurs tels que le type de dope, son dosage et son adaptabilité envers les granulats utilisés, sont de nos jours mal maîtrisés. De même, la vérification de la présence et/ou de l'efficacité des dopes dans les liants hydrocarbonés ne se fait que rarement.

Ce chapitre traite des conditions d'utilisations actuelles des dopes d'adhésivité, c'est-à-dire des caractéristiques actuellement employées en pratique pour une utilisation optimale des dopes. Cette partie se base essentiellement sur des contacts avec des fabricants de dopes d'adhésivité suisses et européens. Seulement quelques sociétés ont été contactées du fait de leur nombre peu élevé en Europe. Ce sont principalement des sociétés étrangères qui ont été abordées, mais des sociétés nationales ont également été contactées. L'échantillon de fabricants sélectionnés représente bien les différents produits disponibles sur le marché.

3.3.1 Caractéristiques des dopes d'adhésivité employés en Suisse

Actuellement, les dopes d'adhésivité employés en Suisse sont pour la plupart de type polyamine et sont tous très semblables d'un point de vue chimique. Ils se composent en générale de trois éléments : un élément d'acide gras (chaînes de carbone – le plus souvent C_{16} ou C_{18}), un élément d'amide (composé organique attiré par le liant hydrocarboné) et un élément d'amine (composé organique attiré par les granulats minéraux).

Les caractéristiques des dopes d'adhésivité ont été optimisées par les fabricants de dopes au cours du développement et de l'utilisation de leurs produits. Les mécanismes permettant d'atteindre une bonne ou excellente affinité entre les matériaux sont de nos jours encore peu connus, et la plupart des produits ont été développés au moyen d'essais expérimentaux, en sachant que certains composants des dopes augmentent l'affinité, plutôt que par des considérations purement chimiques.

Les dopes d'adhésivité comportent des éléments toxiques, il est donc important de ne pas utiliser des teneurs en dope trop élevées. Un surdosage en dope peut provoquer un lavage de ces éléments lors des premiers mois de la vie d'un revêtement, et ces éléments peuvent ensuite se retrouver dans la nature.

3.3.2 Influence des granulats minéraux sur l'affinité granulats-liant

La nature pétrographique des granulats minéraux correspond souvent au facteur déterminant pour décider de l'adjonction d'un dope d'adhésivité ou non. Les carrières et gravières Suisses, ainsi que les postes d'enrobage se basent dans leur choix principalement sur l'expérience qu'ils ont acquis avec tel ou tel type de granulats. Par exemple, des granulats basiques sont rarement dopés, car ils ont pour la plupart une bonne affinité avec les liants. Par contre, les granulats du type quartz sont presque toujours dopés car l'expérience a montré que ces granulats présentaient une mauvaise affinité avec les liants. Les granulats minéraux ont donc une grande influence sur l'affinité granulats-liant.

Les dopes d'adhésivité commercialisés recouvrent de nos jours un large spectre d'utilisation et peuvent être utilisés avec la plupart des natures pétrographiques Suisses. Certains fabricants de dopes ont par contre développé des dopes plus spécifiques par rapport à certains types de granulats (p. ex. dopes pour des granulats calcaires, etc.). La plupart du temps, un dope est jugé efficace avec toutes les natures pétrographiques s'il permet d'atteindre une bonne affinité entre le quartz et les liants, le quartz étant jugé très contraignant pour l'affinité avec les liants.

3.3.3 Influence des liants hydrocarbonés sur l'affinité granulats-liant

Les liants hydrocarbonés sont des produits qui sont en constant développement et changement. Le type de liant peut avoir une influence importante sur l'affinité qu'il exerce avec les granulats minéraux. Certains types de liants, tels que les liants modifiés aux polymères ou les liants caoutchoucs, sont susceptibles d'avoir une meilleure affinité avec tous les types de granulats.

De part leur nature chimique très proche des liants hydrocarbonés, les dopes d'adhésivité se mélangent facilement avec ces premiers. Le mélange peut se faire à différents moments, et par exemple un ajout des dopes directement dans les camions livrant le liant aux postes d'enrobage est suffisant pour permettre un mélange complet et intégral des deux éléments.

Les liants hydrocarbonés sont souvent déjà dopés par les fabricants de liants. Ces fabricants ont souvent tendance à effectuer un surdosage en dope, afin de se trouver du côté de la sécurité.

3.3.4 Type et teneur en dope d'adhésivité selon l'enrobé fabriqué

Actuellement, il n'existe aucun critère au niveau Suisse demandant d'ajouter des dopes d'adhésivité à un enrobé si les granulats et le liant utilisés présentent une mauvaise affinité. Des critères peuvent par contre être incluses dans les appels d'offre pour la fabrication d'un enrobé. Si tel est le cas, la plupart du temps l'essai de désenrobage Suisse (SN 670 460 [70]) est employé pour déterminer l'affinité granulats-liant.

Concernant le type de dope d'adhésivité utilisé, celui-ci est principalement choisi en fonction de la nature pétrographique des granulats minéraux composant l'enrobé (Chapitre 3.3.2). Des essais d'affinité avec le liant utilisé sont effectués afin d'analyser l'adhésivité des deux matériaux. Néanmoins, ces essais sont souvent limités à un essai unique entre les granulats utilisés et un liant quelconque, puis les granulats peuvent par la suite être mélangés avec différents types de liants sans essais complémentaires. La plupart des dopes étant jugés polyvalents selon leurs fabricants, le même type de dope est souvent employé, quelque soit le type de granulats ou de liant utilisé.

La teneur en dope d'adhésivité choisie est dictée par les fabricants de dopes et si le dosage habituel est jugé suffisant, il est très rare de refaire des essais avec des teneurs plus faibles pour trouver un optimum entre la teneur en dope et l'affinité des matériaux composant l'enrobé. Ce manque d'optimisation met les postes d'enrobage du côté de la sécurité en ce qui concerne l'adhésivité de l'enrobé, mais en même temps, ceci augmente le prix de l'enrobé final. Lorsqu'une teneur en dope est jugée insuffisante, des dosages plus élevés sont employés et des essais complémentaires sont effectués.

Les caractéristiques d'utilisation des dopes d'adhésivité sont également dictées par les fabricants de dopes (chronologie de l'ajout, températures de malaxage, temps de stockage maximaux, etc.). Le contrôle de ces caractéristiques, surtout le temps de stockage des dopes d'adhésivité mélangés aux liants, n'est que rarement vérifié.

3.4 Choix des matériaux

Il existe une multitude de types de matériaux (liants hydrocarbonés, granulats minéraux, dopes d'adhésivité) utilisés en Suisse pour la fabrication d'enrobés bitumineux. Grâce à l'enquête menée auprès des postes d'enrobage (Chapitre 3.2), une identification de certains cas particuliers a été possible. Cette identification a aidé à choisir des liants, granulats et dopes représentatifs du marché Suisse. Mais la première identification ne s'est pas seulement limitée aux réponses de l'enquête car certains types de matériaux, non cités dans le questionnaire, ont été sélectionnés et intégrés au projet afin d'avoir accès à un échantillonnage plus complet. Ceci était principalement le cas pour les granulats minéraux et les liants hydrocarbonés.

La première identification a mené à un choix de six types de liants hydrocarbonés, huit types de granulats minéraux et trois sociétés, fabricants de dopes d'adhésivité. Ces éléments sont représentatifs des matériaux utilisés au niveau national. Un aperçu des matériaux choisis est donné dans la figure ci-après (Figure 5), ensuite une brève description est donnée dans les chapitres qui suivent (Chapitre 3.4.1, 3.4.2 et 3.4.3).

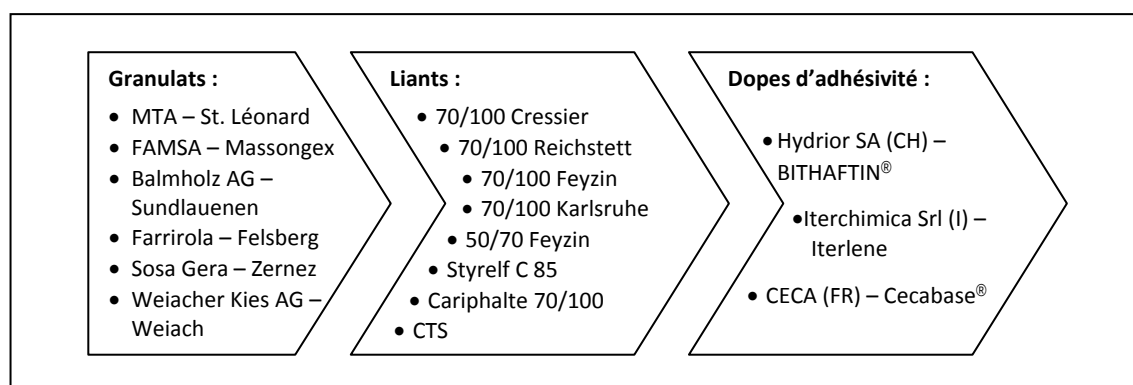


Figure 5 – Première identification de cas particuliers

3.4.1 Granulats minéraux

Six types de granulats minéraux ont été choisis dans un premier temps et deux types supplémentaires ont été ajoutés au stock de granulats en réserve pour une éventuelle utilisation qui ne s'est pas avérée nécessaire. L'échantillon sélectionné est très large et représente bien les différents types de granulats employés en Suisse pour la fabrication des enrobés bitumineux. Le choix des granulats minéraux a été réalisé avec l'aide de la commission d'expert EK 4.01 de la VSS, et plus précisément avec l'aide du Dr. F. Röthlisberger (Dr. rer. nat. minéralogiste – pétrographe ; Bureau d'expertises minéralogiques et pétrographiques Dr. F. Röthlisberger). Les caractéristiques principales des matériaux sont données dans le tableau ci-après (Tableau 10).

3. ÉTAT DE L'ART

Société Localité	Carrière / Gravière	Type roche (couleur)	Caractéristiques pétrographiques
MTA – Carrière de St. Léonard 1958 St. Léonard (VS)	Carrière	Quartzite (blanc)	• Roche siliceuse massive, constituée de cristaux de quartz • 96% de silice SiO_2 + 4% mica séricite
FAMSA – Carrière de Choëx-Massongex 1869 Massongex (VS)	Carrière	Grès alpin (gris foncé)	• Roche, d'origine marine, formée dans le Tertiaire • >97% de grès alpin (avec 25-30% de quartz), quelques % de calcite
Balmholz AG 3800 Sundlauenen (BE)	Carrière	Calcaire siliceux (gris foncé)	• Roche la plus abondante en Suisse • Roche calcaire à base de micrite et silice qui contient des fossiles recristallisés, formée dans le Crétacé • >90% de calcaire siliceux (avec 30-45% de quartz), quelques % de calcaire alpin, calcaire spathique, glauconite, phosphorite et dolomite
Farrirola 7012 Felsberg (GR)	Carrière	Rhyolite (=Porphyre quartzifère) (gris-vert)	• Roche très réactive • Roche magmatique, résultant du refroidissement rapide d'une lave • Composants : quartz, feldspaths potassiques, plagioclases, muscovite, minéraux métalliques, traces possibles de calcite, zircon et apatite
Sosa Gera SA 7350 Zernez (GR)	Carrière	Amphibolite (gris foncé)	• Roche métamorphique formée par la recristallisation de roches éruptives (basaltes) sous l'action de la température et de la pression • Composants : Amphibole, feldspaths, quelques % de quartz
Weiacher Kies AG 8187 Weiach (ZH) Origine granulats : 79761 Detzeln (D)	Gravière	Paragneiss (gris foncé)	• Roche métamorphique formée par la recristallisation de roches sédimentaires (argiles) sous l'action de la température et de la pression • Composants : 61% de grès alpin et calcaire siliceux, 21% de calcaire alpin, fossiles recristallisés, dolomite, micrite, ..., 18% de gneiss (biotite, mica), granite, porphyre et quartzite, traces de chlorite, grès molassique, ...
STEINAG Rozloch * 6163 Stansstad (NW)	Carrière	Calcaire siliceux	
ARVEL SA * 1844 Villeneuve (VD)	Carrière	Calcaire siliceux	

* en réserve

Tableau 10 – Granulats minéraux sélectionnés – Première identification de cas particuliers

The map illustrates the geological structure of the Alpine region in Central Europe. Key features include the Vosges and Schwarzwald mountains to the north, the Jura tabulaire to the west, and the Helvetikum s.l. to the east. The map shows various geological units such as Sedimente, Krautlin, Helvetikum s.l., Pannetium, and Alpi meridionali. Major cities and locations marked include Weieracher, Rozloch, Balmholz, Arvel, FAMSA, MTA, Sosa Gera, and Farrirola. The map also shows the Jura Platte, Molasse, and the Bacino del Po. A scale bar indicates a distance of 0 to 50 km.

Figure 6 – Carte géologique avec emplacement des carrières/gravières sélectionnées

Huit types de liants hydrocarbonés ont été choisis dans un premier temps. L'échantillon sélectionné est très large et représente bien les différents types de liants employés en Suisse pour la fabrication des enrobés bitumineux. Même si dans l'enquête seulement des bitumes routiers standards ont été mentionnés, des bitumes modifiés (p. ex. bitumes modifiés par polymères, bitumes caoutchoucs) ont été intégrés dans la suite du projet. Les caractéristiques principales des matériaux sont données dans le tableau ci-après (Tableau 11).

Nom	Société	Pays	Type liant
70/100 Cressier	Petroplus Refining Cressier SA	Suisse	Bitume routier standard
70/100 Feyzin	Total France Raffinerie de Feyzin SA	France	Bitume routier standard
70/100 Karlsruhe	MiRO Mineraloelraffinerie Oberrhein GmbH & Co.	Allemagne	Bitume routier standard
70/100 Reichstett	Petroplus Refinery Reichstett	France	Bitume routier standard
50/70 Feyzin	Total France Raffinerie de Feyzin SA	France	Bitume routier standard
Styrelf C 85	Total France SA	France	Bitume modifié par polymères
Cariphalte 70/100	Shell Deutschland Oil GmbH	Allemagne	Bitume modifié par polymères
CTS	CTS Bitumen GmbH	Allemagne	Bitume caoutchouc

Tableau 11 – Liants hydrocarbonés sélectionnés – Première identification de cas particuliers

Même si le liant 70/100 Cressier n'est plus fabriqué, il a quand même été choisi car c'est un liant qui a été employé couramment dans le passé. Il permet ainsi de faire une comparaison avec des résultats d'anciens essais.

3.4.3 Dopes d'adhésivité

Trois sociétés de dopes d'adhésivité ont été choisies dans un premier temps. Elles développent des produits représentatifs des différents types de dopes employés en Suisse pour la fabrication des enrobés bitumineux. Les sociétés en questions sont les suivantes :

- Hydrior SA en Suisse, fabricant des dopes BITHAFTIN[®],
- Iterchimica Srl en Italie, fabricant des dopes Iterlene,
- CECA SA en France, fabricant des dopes Cecabase[®].

Les deux premières sociétés ont été mentionnées dans l'enquête menée auprès des postes d'enrobage, alors que la troisième société (CECA) a été ajoutée à la sélection à cause de l'utilisation fréquente de leurs produits en Europe.

Les sociétés développent pour la plupart du temps plusieurs produits. Un choix a donc été fait par rapport à trois dopes d'adhésivité. Les caractéristiques principales de ces matériaux sont données dans le tableau ci-après (Tableau 12).

Nom	Société	Type
BITHAFTIN [®] -BIT	Hydrior SA (CH)	Fatty acid amide amine
Cecabase [®] 200P	CECA SA (F)	Imidazopolyamine
Cecabase [®] 260		Amidoamine
Iterlene IN/400-S	Iterchimica Srl (I)	Alkylamidopolyamine

Tableau 12 – Dopes d'adhésivité sélectionnés – Première identification de cas particuliers

Les fiches techniques détaillées des dopes d'adhésivité utilisés pour les essais en laboratoire sont données en annexe (Annexe 8.3).

4 ÉTUDE SUR LA PRÉSENCE ET L'EFFICACITÉ DES DOPES D'ADHÉSIVITÉ

Une étude complète sur la présence et l'efficacité des dopes d'adhésivité a été menée dans le cadre de ce travail avec comme but la mise au point d'une nouvelle méthodologie de caractérisation concernant la présence et l'efficacité des dopes d'adhésivité dans les bétons bitumineux (Chapitre 4.5). Cette étude s'est déroulée sur trois étapes principales, dont un schéma est donné ci-après (Figure 7) :

- Etude fondamentale : Dans une première étape, les matériaux (granulats minéraux, liants hydrocarbonés, dopes d'adhésivité) sélectionnés dans l'état de l'art (Chapitre 3.4), ont été étudiés afin de juger de leurs conformités respectives.
- Etude d'investigation : Dans la deuxième étape, les essais actuels sur la présence et l'efficacité des dopes d'adhésivité ont été analysés afin de juger de leurs capacités à détecter les performances des couples granulats-liants-dopes.
- Essai d'efficacité d'un dope : Dans la troisième étape, une attention particulière a été portée à l'essai d'efficacité d'un liant dopé développé par le LCPC afin d'adapter cet essai et d'en tirer une méthode améliorée (essai d'efficacité d'un dope). Une étude paramétrique solide a été menée afin d'assurer une bonne reproductibilité et répétabilité de l'essai adapté. Cet essai a été choisi suite à l'étude d'investigation.

Deux étapes supplémentaires ont également été menées dans le but d'évaluer certaines spécificités de l'interaction entre les liants hydrocarbonés et les dopes d'adhésivité :

- Influence de l'histoire thermique sur l'efficacité d'un dope : Dans une étape supplémentaire, l'influence de l'histoire thermique sur l'efficacité des dopes d'adhésivité a été analysée, tout d'abord à l'aide d'essais classiques puis à l'aide de l'essai d'efficacité d'un dope.
- Etude sur la récupération du liant d'un enrobé dopé : Lors d'une deuxième étape supplémentaire, une nouvelle méthodologie de récupération du liant dopé d'un enrobé a été mise au point et testée. Ceci dans le but de faciliter l'utilisation du liant récupéré pour l'essai d'efficacité d'un dope.

Les résultats et remarques tirées de ces étapes sont décrits plus en détail ci-après.

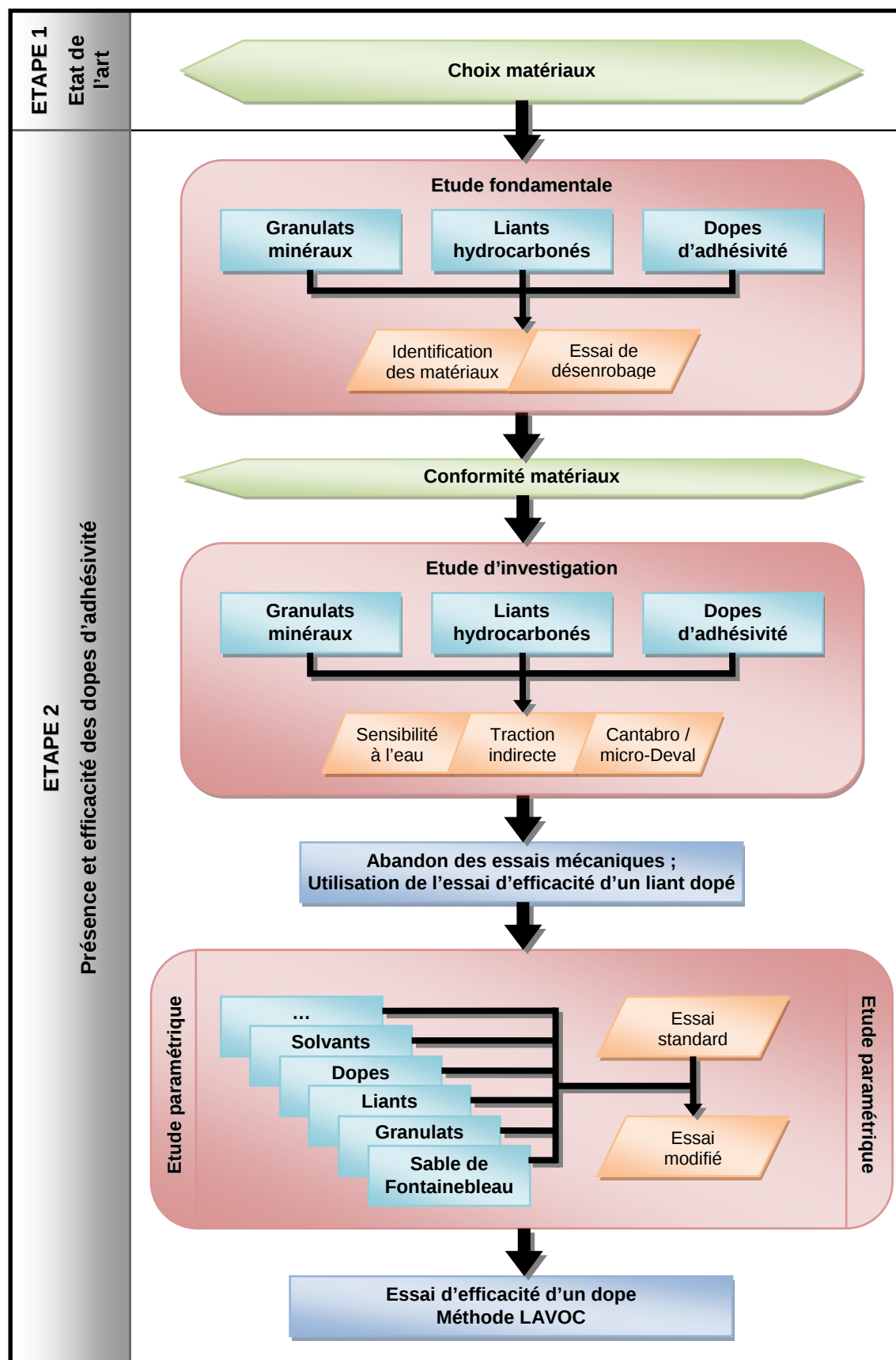


Figure 7 – Tableau synoptique de l'étude de présence et d'efficacité des dopes d'adhésivité

4.1 Étude fondamentale

L'objectif de l'étude fondamentale vise une analyse des matériaux sélectionnés (granulats minéraux, liants hydrocarbonés, dopes d'adhésivité ; Chapitre 3.4.1, 3.4.2 et 3.4.3) pour juger de leur conformité. Les essais qui ont été menés peuvent être séparés en deux groupes : les essais préliminaires sur l'identification des matériaux et l'essai de désenrobage sur l'interaction entre les matériaux sélectionnés. Les essais réalisés sont tous normalisés SN/EN.

L'étude fondamentale a également permis de sélectionner les matériaux à utiliser par la suite dans l'étude d'investigation (Chapitre 4.2).

4.1.1 Essais préliminaires

Pour l'identification des granulats minéraux et des liants hydrocarbonés, des essais normalisés SN/EN ont été réalisés afin de juger de leur conformité. En ce qui concerne les dopes d'adhésivité, les données des fournisseurs ont été utilisées pour la suite du travail. Aucun essai n'a été exécuté pour l'identification de ce matériau spécifique.

La conformité des granulats minéraux a été vérifiée au moyen de plusieurs essais :

- Analyse granulométrique par tamisage (EN 933-1 [56]) : Analyse granulométrique par tamisage pour les six types de granulats sélectionnés et pour les différentes classes granulométriques (sables, gravillons).
- Teneur en fines (EN 933-1 [56]) : Détermination du pourcentage de filler dans le sable par tamisage pour les six types de granulats sélectionnés.
- Teneur en eau (EN 17892-1 [69]) : Détermination de la teneur en eau dans le sable par séchage à l'étuve pour les six types de granulats sélectionnés.

La qualité des granulats minéraux correspond aux exigences spécifiées dans les normes suisses et les matériaux sont donc conformes.

La conformité des liants hydrocarbonés a été vérifiée au moyen des essais suivants :

- Point de ramollissement (EN 1427 [59]) : Détermination du point de ramollissement par la méthode Bille et Anneau pour les huit types de liants sélectionnés.
- Pénétration à 25°C (EN 1426 [58]) : Détermination de la pénétration à 25°C par la méthode de pénétration à l'aiguille pour les huit types de liants sélectionnés.
- Viscosité dynamique (SN 671 722 [71]) : Détermination de la viscosité dynamique à 60, 90, 110, 130 et 150°C (et 170, 190°C pour le CTS) avec l'appareil cône et plaque Epprecht pour les huit types de liants sélectionnés.

Les résultats de ces essais sont donnés dans le tableau ci-après (Tableau 14). Le point de ramollissement correspond à une moyenne de deux essais alors que la pénétration à 25°C correspond à une moyenne de trois essais. La répétabilité des essais est très bonne avec une différence maximale entre les résultats de 2.4% pour le point de ramollissement et de 2.7% pour la pénétration à 25°C.

Caractéristique	Liants							
	70/100 Cressier	70/100 Feyzin	70/100 Karlsruhe	70/100 Reichstett	50/70 Feyzin	Styrelf C 85	Cariphalte 70/100	CTS
Point de ramollissement [°C]	47.7	46.7	46.6	46.8	50.1	54.7	68.2	83.5
Pénétration à 25°C [10 ⁻¹ mm]	89.0	76.0	83.3	80.0	54.7	72.3	87.3	50.3
Viscosité dynamique [10 ⁻¹ Pa·s]	190°C	-	-	-	-	-	-	7.8
	170°C	-	-	-	-	-	-	12.6
	150°C	2.2	1.9	2.1	1.7	2.6	4.5	26.2
	130°C	5.0	3.8	5.0	3.8	6.4	11.6	68.0
	110°C	14.0	12.0	13.6	10.4	20.0	36.8	214.0
	90°C	73.6	54.4	57.6	48.0	115.0	198.0	1'045
	60°C	1'536	1'101	1'280	870	2'611	3'891	29'403

Tableau 13 – Caractéristiques des liants sélectionnés

La gamme de qualité des liants hydrocarbonés est très large. Le liant CTS, un bitume caoutchouc, présente des caractéristiques bien spécifiques, tout particulièrement au niveau de la viscosité très élevée. Une viscosité élevée peut poser des problèmes lors de l'enrobage des granulats, par contre une fois l'enrobé en place, la viscosité élevée protège d'avantage l'enrobé contre le phénomène de désenrobage.

La qualité des matériaux sélectionnés est conforme aux spécifications des normes et des fabricants. Les matériaux peuvent donc être jugés conformes.

4.1.2 Essai de désenrobage

L'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]), a été utilisé pour vérifier l'affinité des couples granulat-liant dans un premier temps, et pour l'analyse de la compatibilité granulat-liant-dope dans un deuxième temps. L'objectif étant de vérifier la conformité des matériaux et de détecter tout biais pouvant se présenter dans les matériaux livrés dans le cadre de cette recherche.

L'essai de désenrobage permet de déterminer l'adhésivité entre un liant hydrocarboné et des granulats minéraux par la mesure du taux d'enrobage après stockage dans l'eau dans des conditions définies. Un dope d'adhésivité peut être ajouté afin d'en améliorer l'efficacité. La susceptibilité au désenrobage, telle que déterminée par cet essai, est une mesure indirecte de l'adhésivité. L'essai donne des résultats indicatifs, en effet, la norme ne donne aucune restriction concernant le taux d'enrobage d'un couple granulat-liant.

L'essai a été réalisé avec six granulats et six liants. Les résultats de la première série d'essai (sans dope d'adhésivité) peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 14).

Granulats (Composition)	Liants					
	70/100 Cressier	70/100 Feyzin	70/100 Reichstett	50/70 Feyzin	Styrelf C 85	Cariphalte 70/100
MTA (Quartzite)	34	30	26	34	62	84
FAMSA (Grès alpin)	78	82	76	80	92	93
Balmholz (Calcaire siliceux)	76	36	55	56	89	98
Farrirola (Rhyolite)	36	26	31	32	62	86
Sosa Gera (Amphibolite)	69	53	63	74	89	98
Weiacher (Paragneiss)	87	88	91	88	95	99

Tableau 14 – Taux d'enrobage [%] selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70] (sans dope d'adhésivité)

Les photos de l'essai sont données en annexe (Annexe 8.4.1). Un exemple est indiqué dans la figure ci-après (Figure 8).

La norme SN 670 460 [70] ne donne aucune valeur limite concernant l'essai de désenrobage. Le rapport de recherche n°347 de l'OFROU [32] préconise l'utilisation d'un dope d'adhésivité pour des degrés d'enrobage inférieurs à 60%.

Remarques concernant les granulats minéraux :

- Bonne à excellente affinité : Les granulats Weiacher présentent une bonne affinité avec tous les types de liants. Pour les liants modifiés Styrelf C 85 et Cariphalte 70/100 cette affinité est même excellente.
- Affinité moyenne à bonne : Les granulats FAMSA présentent une affinité moyenne à bonne pour les liants testés.
- Affinité moyenne : Les granulats Sosa Gera présentent une affinité moyenne avec la plupart des liants à l'exception des liants Styrelf C 85 et Cariphalte 70/100 pour lesquels l'affinité est bonne ou excellente. L'affinité avec le liant 70/100 Feyzin est insuffisante.
- Affinité mauvaise à moyenne : Les granulats Balmholz présentent une bonne ou excellente affinité avec les liants Styrelf C 85 et Cariphalte 70/100, une affinité moyenne avec le liant 70/100 Cressier, une affinité insuffisante avec les liants 70/100 Reichstett et 50/70 Feyzin et une mauvaise affinité avec le liant 70/100 Feyzin.
- Mauvaise affinité : Les granulats MTA et Farrirola présente une mauvaise affinité avec la plupart des liants à l'exception des liants Styrelf C 85 (affinité moyenne) et Cariphalte 70/100 (bonne affinité).

Remarques concernant les liants hydrocarbonés :

- Bonne à excellente affinité : Le liant Cariphalte 70/100 présente une bonne ou une excellente affinité avec tous les granulats.
- Affinité moyenne à bonne : Le liant Styrelf C 85 présente une affinité moyenne à bonne avec tous les granulats. Avec les granulats Weiacher cette affinité est même excellente.
- Affinité mauvaise à bonne : Les quatre liants standards présentent des degrés d'affinité divers selon le type de granulat testé.

La deuxième série d'essai (avec dope d'adhésivité) a été réalisée dans le but d'analyser l'impact des dopes sur les couples granulat-liant. Les résultats de cette série peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 15).

Granulats (Composition)	Liants					
	70/100 Feyzin		70/100 Reichstett		Styrelf C 85	
	non dopé	BITHAFTIN-BIT 0.3%	non dopé	Cecabase 260 0.25%	non dopé	BITHAFTIN-BIT 0.3%
MTA (Quartzite)	30	-	26	100	62	-
FAMSA (Grès alpin)	82	-	76	99	92	-
Balmholz (Calcaire siliceux)	36	97	55	97	89	100
Farrrirola (Rhyolite)	26	96	31	100	62	100
Sosa Gera (Amphibolite)	53	-	63	99	89	-

Tableau 15 – Taux d'enrobage selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70] (avec dope d'adhésivité)

Les photos de l'essai sont données en annexe (Annexe 8.4.1). Un exemple est indiqué dans la figure ci-après (Figure 8).

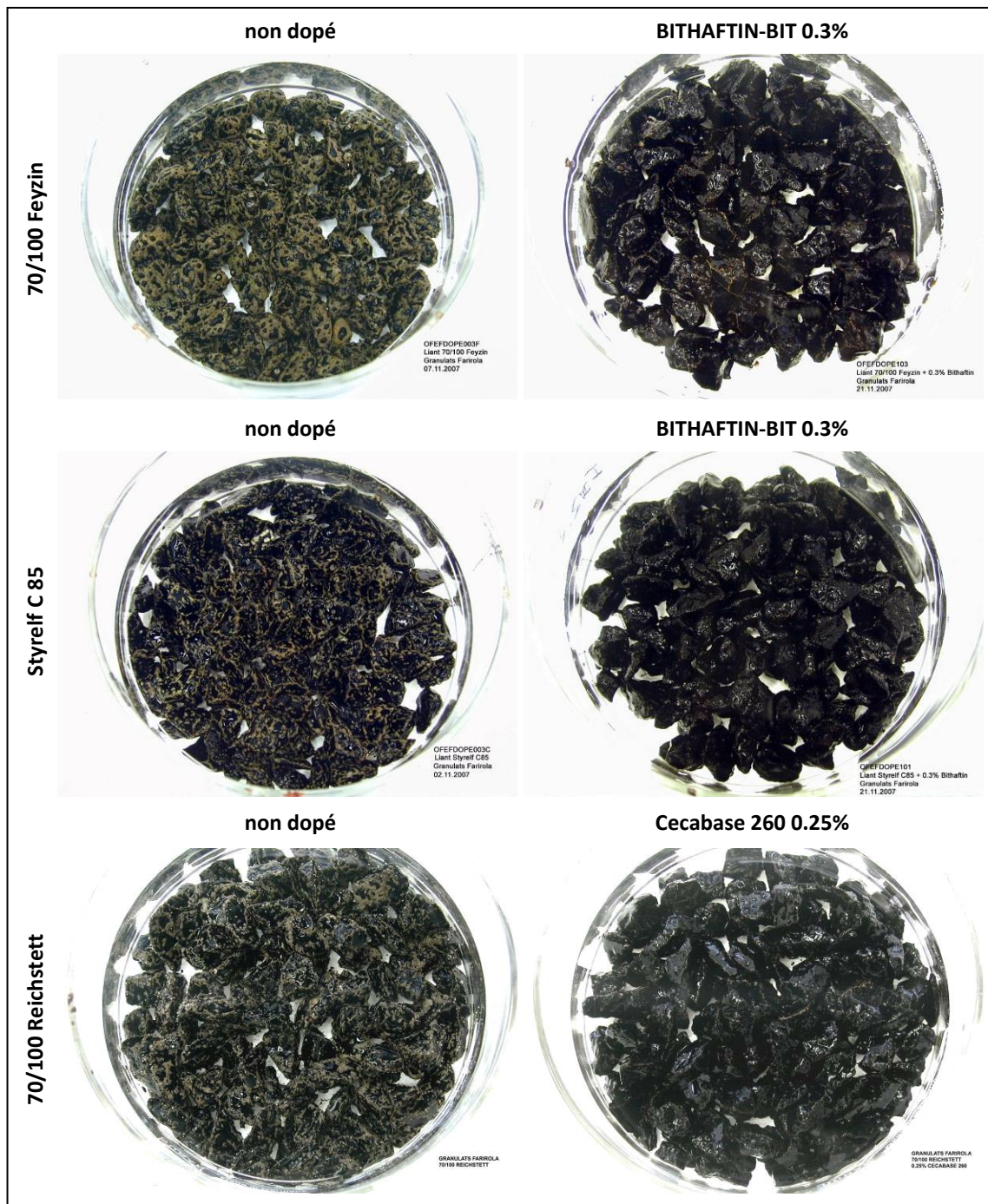


Figure 8 – Exemple d'un essai de désenrobage SN 670 460 [70] pour les granulats Farrirola

Remarques concernant les matériaux :

- Granulats minéraux : Quelque soit le type de granulats, l'adjonction d'un dope d'adhésivité permet d'atteindre une excellente affinité avec tous les liants.
- Liants hydrocarbonés : Quelque soit le type de liant, l'adjonction d'un dope d'adhésivité permet d'atteindre une excellente affinité avec tous les liants.
- Dopes d'adhésivité : Les dopes testés permettent déjà à dosage faible (0.25% ou 0.3%) d'atteindre une affinité excellente, quelque soit le couple granulat-liant.

L'essai de désenrobage a constitué une base solide pour la comparaison de l'affinité des différents matériaux sélectionnés. De même, certains couples spécifiques ont pu être déterminés grâce à cet essai, afin de les utiliser pour la suite de la recherche. Ceci est rendu nécessaire par la multitude de matériaux sélectionnés, une étude exhaustive étant démesurée.

4.2 Étude d'investigation

L'objectif de cette étude était d'analyser les matériaux sélectionnés à l'aide d'une étude mécanique afin de déterminer l'influence d'un dope d'adhésivité sur les performances mécaniques des enrobés. Quatre essais normalisés SN/EN ont été employés :

- Essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]) : Détermination de la sensibilité à l'eau d'un enrobé par comparaison entre la résistance à la traction indirecte d'un échantillon sec et humide, dopé ou non (ratio ITSR).
- Traction indirecte (EN 12697-23 [67]) : Détermination des performances mécaniques en traction indirecte par comparaison entre la résistance d'un échantillon standard et dopé.
- Essai Cantabro (EN 12697-17 [66]) : Détermination de l'abrasion d'un mélange bitumineux par la comparaison des pertes de matériaux d'éprouvettes dopées ou non.
- Essai micro-Deval modifié (EN 1097-1 [57] – modifié) : Détermination de la résistance à l'usure d'un mélange bitumineux par la comparaison des pertes de masse d'éprouvettes dopées ou non.

Les matériaux utilisés pour ces études découlent directement de l'étude fondamentale (Chapitre 4.1).

4.2.1 Essai de sensibilité à l'eau

L'essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]), a été utilisé pour vérifier l'impact de l'humidité sur les performances mécaniques des couples granulat-liant, dopés ou non. L'essai mesure une propriété substitutive pour la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses, car aucune méthode satisfaisante n'existe qui permet de mesurer cette caractéristique directement.

L'essai permet d'évaluer le rapport de résistance en traction indirecte (ratio ITSR) de deux séries d'éprouvettes avec des conditions de conservation sensiblement différentes. Une série est conservée à l'air (23°C) pendant 70h, alors que la deuxième série est conservée dans l'eau (40°C) pour la même période. Ces deux conditions permettent de juger la performance mécanique d'un enrobé conservé de manière normale avec celle d'un enrobé conservé dans un milieu agressif.

L'essai a été effectué à 22°C sur des enrobés AC 11 S. Six éprouvettes par couple granulat-liant-dope (trois à sec et trois à l'état humide) ont été fabriquées (mode de fabrication : Marshall ; énergie de compactage : 2x25 coups) et testées. Les valeurs moyennes des résultats (avec et sans dope d'adhésivité) peuvent être consultées dans le tableau ci-après (Tableau 16).

Selon la norme EN 13108-1 – Mélanges bitumineux - Spécifications des matériaux - Partie 1 : Enrobés bitumineux [51], les enrobés bitumineux doivent respecter un ITSR $\geq 70\%$.

Granulats (Composition)		Liants					
		70/100 Feyzin				Styrelf C 85	
		non dopé		BITHAFTIN-BIT 0.25%		Cecabase 260 0.25%	
MTA (Quartzite)	Teneur en vides [%]	7.6				9.0	
	ITSd / ITS _w [kPa]	976	969			978	1008
	ITSR [%]	99				103	
Balmholz (Calcaire siliceux)	Teneur en vides [%]	8.5		8.2			
	ITSd / ITS _w [kPa]	799	736	802	712		
	ITSR [%]	92		89		97	
Farrisola (Rhyolite)	Teneur en vides [%]	7.6		7.4			
	ITSd / ITS _w [kPa]	928	612	1032	788		
	ITSR [%]	66		76		76	
Sosa Gera (Amphibolite)	Teneur en vides [%]	3.1				3.2	
	ITSd / ITS _w [kPa]	862	854			938	926
	ITSR [%]	99				99	

Tableau 16 – Ratio ITSR selon l'essai de sensibilité à l'eau [65]

Les remarques concernant les résultats des essais qui peuvent être faites, sont les suivantes :

- Granulats minéraux : Les granulats MTA, Balmholz et Sosa Gera présentent une faible sensibilité à l'eau avec tous les liants testés, alors que les granulats Farrisola présentent une sensibilité plus élevée. Le couple Farrisola-70/100 Feyzin non dopé ne répond pas aux exigences fixées dans la norme EN 13108-1 [51]. Les granulats MTA indiquent des performances à sec et humide très élevées et les granulats Balmholz et Sosa Gera des performances élevées. Les granulats Farrisola présentent des performances à sec très élevées mais des performances humides plutôt moyennes.
- Liants hydrocarbonés : Le Styrelf C 85, liant modifié, présente des performances mécaniques supérieures et une sensibilité à l'eau inférieure au liant 70/100 Feyzin pour n'importe quel couple granulat-liant.

- Dope d'adhésivité : L'adjonction d'un dope augmente les performances mécaniques des couples Farrirola-70/100 Feyzin et Sosa Gera-70/100 Feyzin, que l'on s'intéresse aux échantillons à sec ou humides. Les couples Balmholz-70/100 Feyzin et MTA-70/100 Feyzin se distinguent par des performances très proches avec et sans dopes. L'adjonction d'un dope augmente les performances mécaniques des couples avec le liant modifié.

L'adjonction d'un dope augmente légèrement la sensibilité à l'eau des granulats Balmholz, mais diminue cette sensibilité pour les granulats Farrirola et MTA pour les deux types de liant. Les granulats Sosa Gera indiquent une sensibilité à l'eau identique avec et sans dope d'adhésivité. Un cas spécifique se présente avec l'adjonction du dope Cecabase 260 aux granulats MTA. En effet, l'enrobé dopé indique des performances humides supérieures aux performances à sec, mais la différence est très faible.

L'essai mécanique semble indiquer certains résultats douteux voir même contradictoires. Une analyse des différentes éprouvettes une par une, a montré le manque de sensibilité d'un tel essai. La répétabilité des essais de sensibilité à l'eau n'est pas satisfaisante et la différence maximale entre les résultats peut atteindre jusqu'à 24% pour la mesure de l'ITS. De même, l'influence des teneurs en vides ne montre pas de tendance claire par rapport à la résistance en traction indirecte. L'exemple donné dans la figure ci-après (Figure 9) indique bien la dispersion que montrent les résultats.

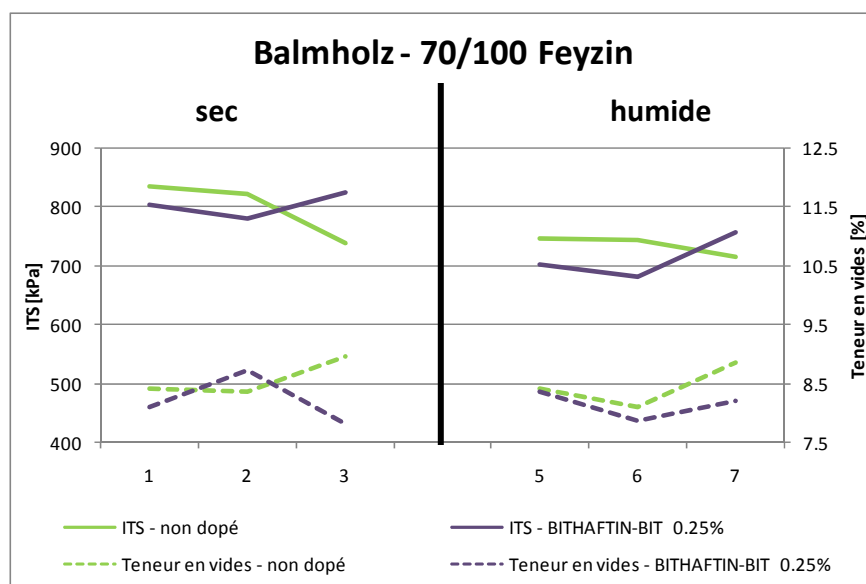


Figure 9 – Exemple d'un essai de sensibilité à l'eau EN 12697-12 [65]

4.2.2 Essai de traction indirecte

L'essai de traction indirecte (EN 12697-23 [67]) a été utilisé pour vérifier l'impact de l'adjonction d'un dope d'adhésivité sur les performances mécaniques des couples granulat-liant. L'essai mesure la résistance à la traction indirecte (ITS) d'éprouvettes cylindriques de mélanges bitumineux.

L'essai s'est déroulé à 5°C sur des enrobés AC 11 S. Quatre éprouvettes par couple granulat-liant-dope ont été testées. Les valeurs moyennes des résultats (avec et sans dope d'adhésivité) peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 17).

Granulats (Composition)		Liants			
		70/100 Feyzin		Styrelf C 85	
Balmholz (Calcaire siliceux)	Teneur en vides [%]	5.1	BITHAFTIN-BIT 0.25%	6.6	BITHAFTIN-BIT 0.25%
	ITS [kPa]	907	843	902	930
Farrirola (Rhyolite)	Teneur en vides [%]	4.0	4.3	5.0	3.7
	ITS [kPa]	994	961	991	1098

Tableau 17 – ITS selon l'essai de traction indirecte [67]

Les remarques suivantes concernant les résultats des essais peuvent être faites :

- Granulats minéraux : Les granulats Balmholz présentent une résistance plus faible par rapport aux granulats Farrirola avec les deux types de liants.
- Liants hydrocarbonés : La résistance des deux types de liant est quasiment identique pour un granulat donné.
- Dope d'adhésivité : L'adjonction d'un dope augmente la résistance pour le liant Styrelf C 85 et la diminue pour le liant 70/100 Feyzin. Cette différence est marquée pour le couple Farrirola-Styrelf C 85.

L'essai mécanique semble également indiquer certains résultats douteux voir même contradictoires. Une analyse des différentes éprouvettes une par une, montre aussi un manque de sensibilité de l'essai, mais moins marquée que pour l'essai de sensibilité à l'eau. La répétabilité des essais de traction indirecte n'est pas satisfaisante non plus et la différence maximale entre les résultats peut atteindre 16% pour la mesure de l'ITS. De même, l'influence des teneurs en vides ne montre pas de tendance claire par rapport à la résistance en traction indirecte. L'exemple donné dans la figure ci-après (Figure 10) indique un exemple de la dispersion que peuvent montrer les résultats.

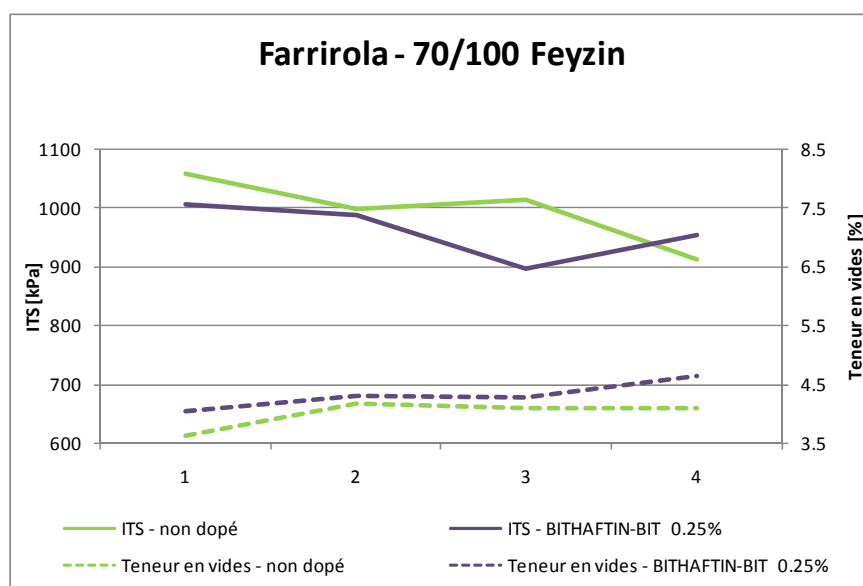


Figure 10 – Exemple d'un essai de traction indirecte EN 12697-23 [67]

4.2.3 Essai Cantabro

L'essai Cantabro (EN 12697-17 [66]) a été utilisé pour vérifier l'impact de l'adjonction d'un dope d'adhésivité sur l'abrasion d'un mélange bitumineux. L'essai mesure la perte de matériaux d'éprouvettes cylindriques, principalement de mélanges pour des enrobés drainants.

L'essai s'est déroulé à 25°C sur des enrobés DRA 11 au liant 50/70 Feyzin et avec des granulats de Farriola. Un enrobé drainant, avec des teneurs en vide variant entre 22.4 et 25.1%, a été choisi afin de détecter clairement les pertes de matériaux (cas extrême). Les échantillons humides ont été conservés pendant 70h dans de l'eau à 40°C, conditions identiques à celles de l'essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]). Les valeurs moyennes des résultats sur trois éprouvettes (avec et sans dope d'adhésivité) peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 18).

	Eprouvette	Teneur en vides [%]	Nombre de tours dans le tambour Los Angeles	
			300	500
Sèche	Non dopé	22.4	16.7	28.4
	BITHAFTIN-BIT 0.5%	24.7	24.2	42.4
Humide	Non dopé	22.8	24.6	56.0
	BITHAFTIN-BIT 0.5%	25.1	30.2	55.3

Tableau 18 – Perte de matériaux [%] selon l'essai Cantabro [66]

Les remarques suivantes concernant les résultats des essais peuvent être faites :

- Eprouvettes sèches : La perte de matériaux des éprouvettes non dopées reste inférieure à 30% pour 300 et 500 tours. Pour les éprouvettes dopées, une forte perte de matériaux est constatée pour l'éprouvette à 500 tours. L'ajout d'un dope d'adhésivité change considérablement la perte de matériaux pour 500 tours, mais à 300 tours, la perte est seulement légèrement supérieure à celle des éprouvettes non dopées.
- Eprouvettes humides : La perte de matériaux des éprouvettes non dopées reste inférieure à 30% pour 300 tours mais est très importantes pour 500 tours. Pour les éprouvettes dopées, une forte perte de matériaux est également constatée pour les éprouvettes à 500 tours. L'ajout d'un dope d'adhésivité n'a que très peu d'influence sur la perte de matériaux, que ce soit à 300 ou 500 tours.

L'ajout d'un dope d'adhésivité a une influence incertaine sur l'abrasion d'un mélange bitumineux sec, alors que pour un mélange humide, le dope a peu d'influence sur l'abrasion. Cet essai a une sensibilité insuffisante pour mettre en évidence des variations de cohésivité aussi faibles.

4.2.4 Essai micro-Deval modifié

L'essai micro-Deval (EN 1097-1 [57]) sous une forme modifiée (avec barre métallique dans l'appareil micro-Deval) a été utilisé pour vérifier l'impact de l'adjonction d'un dope d'adhésivité sur la résistance à l'usure d'un mélange bitumineux. L'essai mesure la perte de masse d'éprouvettes cylindriques, principalement de mélanges pour des enrobés drainants.

L'essai s'est déroulé à 25°C sur des enrobés DRA 11 au liant 50/70 Feyzin et avec des granulats de Farriola. Un enrobé drainant, avec des teneurs en vide variant entre 21.2 et 25.2%, a été choisi afin de détecter clairement les pertes de masse (cas extrême). Les échantillons humides ont été conservés pendant 70h dans de l'eau à 40°C, conditions identiques à celles de l'essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]). Les

valeurs moyennes des résultats sur trois éprouvettes (avec et sans dope d'adhésivité) peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 19).

Eprouvette		Teneur en vides [%]	Nombre de tours dans l'appareil micro-Deval	
			12'000	24'000
Sèche	Non dopé	22.3	4.9	11.0
	BITHAFTIN-BIT 0.5%	23.3	4.8	46.8
Humide	Non dopé	22.5	13.8	53.3
	BITHAFTIN-BIT 0.5%	23.5	13.0	47.8

Tableau 19 – Perte de masse [%] selon l'essai micro-Deval modifié [57]

Les remarques suivantes concernant les résultats des essais peuvent être faites :

- Eprouvettes sèches : La perte de masse des éprouvettes non dopées reste inférieure à 20% pour 12'000 et 24'000 tours. Pour les éprouvettes dopées, une forte perte de masse est constatée pour l'éprouvette à 24'000 tours. L'ajout d'un dope d'adhésivité change considérablement la perte de masse pour 24'000 tours, mais à 12'000 tours, la perte est équivalente avec les éprouvettes non dopées.
- Eprouvettes humides : La perte de masse des éprouvettes non dopées reste inférieure à 20% pour 12'000 tours mais est très importantes pour 24'000 tours. Pour les éprouvettes dopées, une forte perte de matériaux est également constatée pour les éprouvettes à 24'000 tours. L'ajout d'un dope d'adhésivité n'a que très peu d'influence sur la perte de matériaux pour 12'000 tours, par contre une perte légèrement plus importante à 24'000 tours est notée pour les éprouvettes non dopées.

L'ajout d'un dope d'adhésivité a une influence incertaine sur la résistance à l'usure d'un mélange bitumineux sec, alors que pour un mélange humide, le dope a une légère influence positive sur la résistance à l'usure. Comme dans le cas du Cantabro cet essai a une sensibilité insuffisante pour la mise en évidence de variations significatives de la cohésivité.

Afin de mettre en corrélation les résultats des essais Cantabro et micro-Deval modifié avec le rapport de résistance en traction indirecte (ITSR) des éprouvettes, une série d'essai de sensibilité à l'eau avec le même enrobé drainant (DRA 11 au liant 50/70 Feyzin) a été réalisée. Les valeurs moyennes des résultats (avec et sans dope d'adhésivité) peuvent être consultées dans le tableau ci-après (Tableau 20).

Granulats (Composition)		Liant : 50/70 Feyzin			
		non dopé		BITHAFTIN-BIT 0.5%	
Farricola (Rhyolite)	Teneur en vides [%]	22.4		23.5	
	ITSd / ITSw [kPa]	646	438	581	509
	ITSR [%]	68		88	

Tableau 20 – ITSR selon l'essai de sensibilité à l'eau pour l'enrobé drainant [65]

Les remarques suivantes concernant les résultats des essais peuvent être faites :

- Eprouvettes sèches : L'ajout d'un dope d'adhésivité diminue légèrement résistance à la traction à sec de l'enrobé drainant.
- Eprouvettes humides : L'ajout d'un dope d'adhésivité augmente la résistance à la traction humide de l'enrobé drainant.
- Dope d'adhésivité : L'ajout d'un dope d'adhésivité à l'enrobé drainant, permet de diminuer sa sensibilité à l'eau. Le rapport de résistance en traction indirecte (ITSR) passe de 68% sans dope à 88% avec dope.

L'ajout d'un dope d'adhésivité a une bonne influence sur la sensibilité à l'eau de l'enrobé drainant. Ceci montre l'utilité de l'ajout d'un dope, néanmoins la comparaison avec les résultats des essais Cantabro et micro-Deval modifié reste délicate. Pour les trois essais, l'ajout d'un dope d'adhésivité a une mauvaise influence discutable sur le comportement de l'enrobé à sec. Dans des conditions humides, l'enrobé drainant ne montre pas de comportement distinct par rapport à l'abrasion et la résistance à l'usure pour des éprouvettes dopées ou non. Par contre l'essai de sensibilité à l'eau indique une augmentation de la résistance en traction directe pour les échantillons dopés.

4.2.5 Remarques

L'utilisation d'essais mécaniques, qui sont des essais astreignants ne semble pas être adaptée pour atteindre les objectifs fixés pour cette recherche. En effet, le manque évident de sensibilité des essais semble trop important pour distinguer des différences de performances. Le phénomène d'adhésivité est dépendant de paramètres infimes qui ne peuvent être analysés correctement avec des essais mécaniques.

La comparaison entre les résultats des essais mécaniques et les résultats des essais de désenrobage indique des comportements distincts selon le type de granulat testé. La figure ci-dessous donne un aperçu de ces comportements rencontrés pour les liants non dopés (Tableau 21).

Granulats (Composition)	Liants	Taux enrobage [%]*	ITSR [%]**
MTA (Quartzite)	70/100 Feyzin	30	99
Balmholz (Calcaire siliceux)	70/100 Feyzin	36	92
	Styrelf C 85	89	97
Farrirola (Rhyolite)	70/100 Feyzin	26	66
	Styrelf C 85	62	76
Sosa Gera (Amphibolite)	70/100 Feyzin	53	99

* selon essai de désenrobage SN 670 460 [70]

** selon essai de sensibilité à l'eau EN 12697-12 [65]

Tableau 21 – Comparaison essai de désenrobage – essai de sensibilité à l'eau

Les essais mécaniques et l'essai de désenrobage ne mesurent pas les mêmes phénomènes. Le premier étant influencé par des paramètres externes, tels que la formulation, le % de vides, etc., tandis que l'essai de désenrobage ne prend pas en considération ces facteurs. Il en résulte que les essais mécaniques et les essais d'adhésivité utilisés pour ce projet ne sont que difficilement comparables.

La limite minimale du rapport ITSr de 70% selon la norme EN 13108-1 [51] semble être un peu faible. Le seuil est facilement atteint, même pour des granulats présentant une très mauvaise adhésivité selon l'essai de désenrobage.

L'étude fondamentale et l'étude d'investigation semblent indiquer que les propriétés mécaniques mesurées avec les essais employés lors de cette recherche peuvent être influencées par la présence d'un dope d'adhésivité. Néanmoins, des tendances claires n'ont pas pu être notées.

4.3 Essai d'efficacité d'un dope

Les essais mécaniques présentant des résultats peu convaincants pour mesurer des différences de performances suffisamment significatives, notre attention s'est portée sur un autre essai qui est couramment pratiqué par le laboratoire du LAVOC et qui est apprécié pour ses résultats convaincants. Cet essai simple et rapide a été développé dans sa variante standard par le laboratoire central des ponts et chaussées (LCPC) de France.

Dans un premier temps une description de l'essai est donnée, puis les résultats d'une analyse paramétrique sont décrits. Cette analyse paramétrique a permis d'une part de juger de la pertinence de cet essai pour les objectifs visés par la recherche en cours et d'autre part d'adapter et d'améliorer l'essai en fonction des caractéristiques recherchées.

4.3.1 Description et fonctionnement de l'essai de présence et d'efficacité d'un dope

L'essai a été mis au point dans sa première version par le LCPC de France dans les années 80 (essai d'efficacité d'un liant dopé). Il permet de mettre en évidence l'aptitude d'un liant à déplacer l'eau de la surface de grains de sable. Il s'agit donc d'un essai d'adhésivité active. L'essai permet aux maîtres d'ouvrage de vérifier, avec un appareillage peu coûteux, la conformité du liant acheté (est-ce que le liant est dopé de manière efficace ?). Concernant les entreprises livreurs de liants dopés, l'essai permet de contrôler la fabrication de celui-ci.

L'essai sous sa forme standard (méthode LCPC) ne permet par contre pas de prévoir le comportement d'un liant sur chantier, ni la nature et la quantité du dope qui doit être ajouté. Ceci est lié aux conditions de l'essai (utilisation de sable de Fontainebleau traité aux acides comme base, dilution du liant dans une solution liant-kérosène, etc.). L'essai ne permet donc pas de se rendre compte de la nécessité du dopage, ni de l'impact du dope sur l'affinité entre les granulats et liants effectivement employés sur chantier. Néanmoins, étant donné que la détermination quantitative d'un dope dans un bitume est très difficile à réaliser, cet essai produit des résultats forts intéressants.

De même, l'essai ne permet pas de juger de la présence d'un dope ayant perdu son efficacité dans un liant hydrocarboné. En effet, l'essai est limité à indiquer l'efficacité d'un dope. Un résultat négatif de l'essai peut être synonyme d'absence totale d'un dope dans le liant ou alors de la présence d'un dope ayant perdu ses capacités dopantes par dégradation thermique, chimique, etc.

Le déroulement de l'essai sous sa forme standard est le suivant : 20g de sable de Fontainebleau (sable de silice presque pure, traité aux acides, granulométrie 0.125-0.5mm) sont mélangé avec 25ml d'eau distillée et 5ml d'une solution à 10% de liant et 90% de kérosène. Puis le mélange est agité pendant une minute et l'interprétation du résultat indique une réponse négative (pas de dope ou dope inefficace) ou positive (dope efficace).

Le mode opératoire de l'essai a par la suite été adapté et amélioré d'après les résultats obtenus (essai d'efficacité d'un dope – Méthode LAVOC). Ce mode opératoire adapté ainsi que les caractéristiques et les fiches techniques du sable de Fontainebleau et du toluène sont données en annexe (Annexe 8.1). Les changements apportés au mode opératoire sont décrits ultérieurement (Chapitre 4.3.3). L'interprétation des résultats de l'essai (Figure 11) suit une nouvelle échelle définie à la suite de l'analyse des résultats.

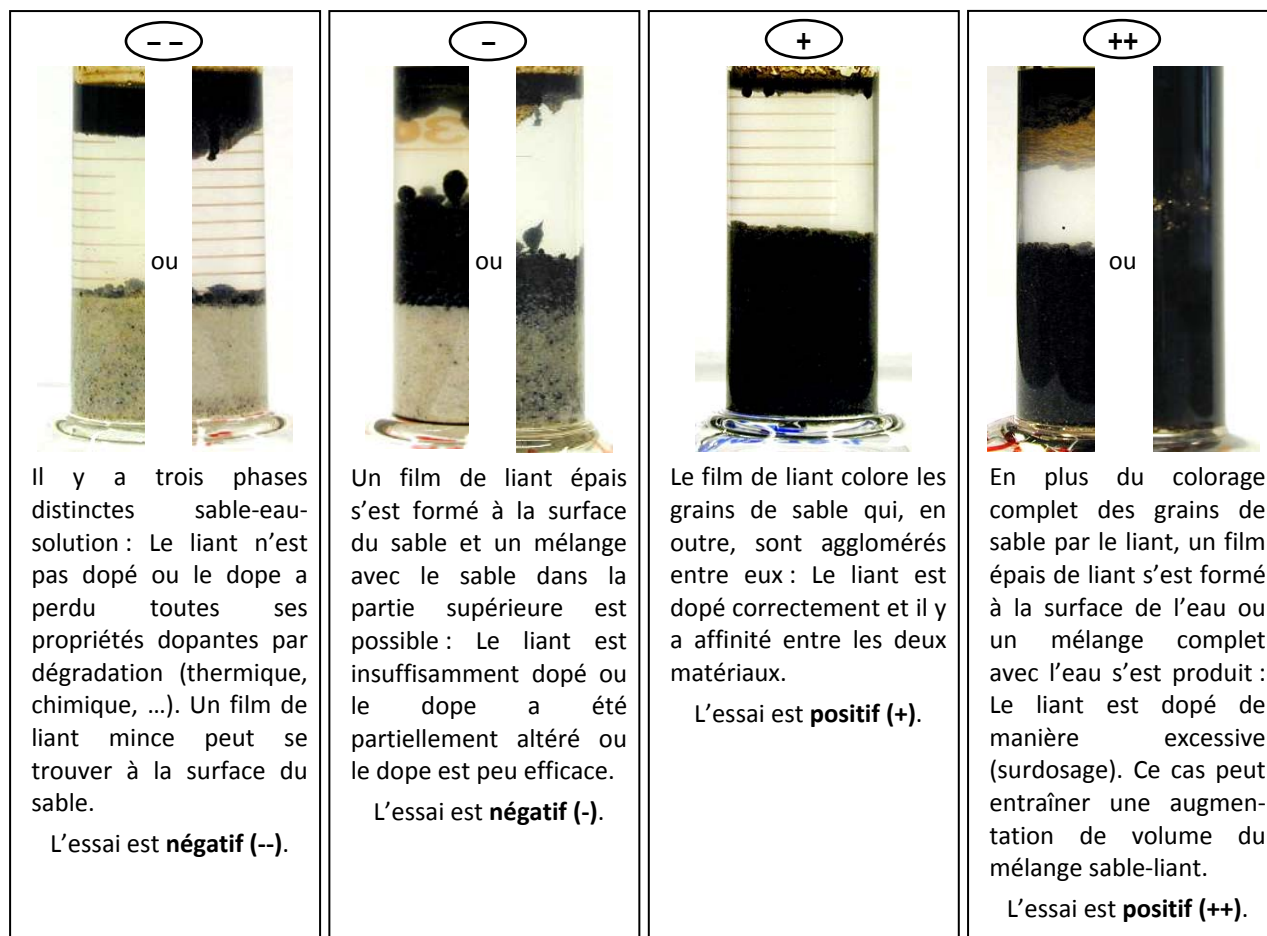


Figure 11 – Proposition d'une échelle de sensibilité

4.3.2 Etude paramétrique

Le but de cette analyse paramétrique a consisté d'une part à valider l'essai d'efficacité d'un liant dopé afin de pouvoir l'appliquer aux matériaux sélectionnés et d'autre part à adapter ou améliorer le mode opératoire afin de le caser sur les spécificités des matériaux suisses sélectionnés. Le schéma du déroulement de cette étude est donné dans la figure ci-après (Figure 12). Un tableau récapitulatif des résultats des essais effectués peut être consulté en annexe (Annexe 8.4.2).

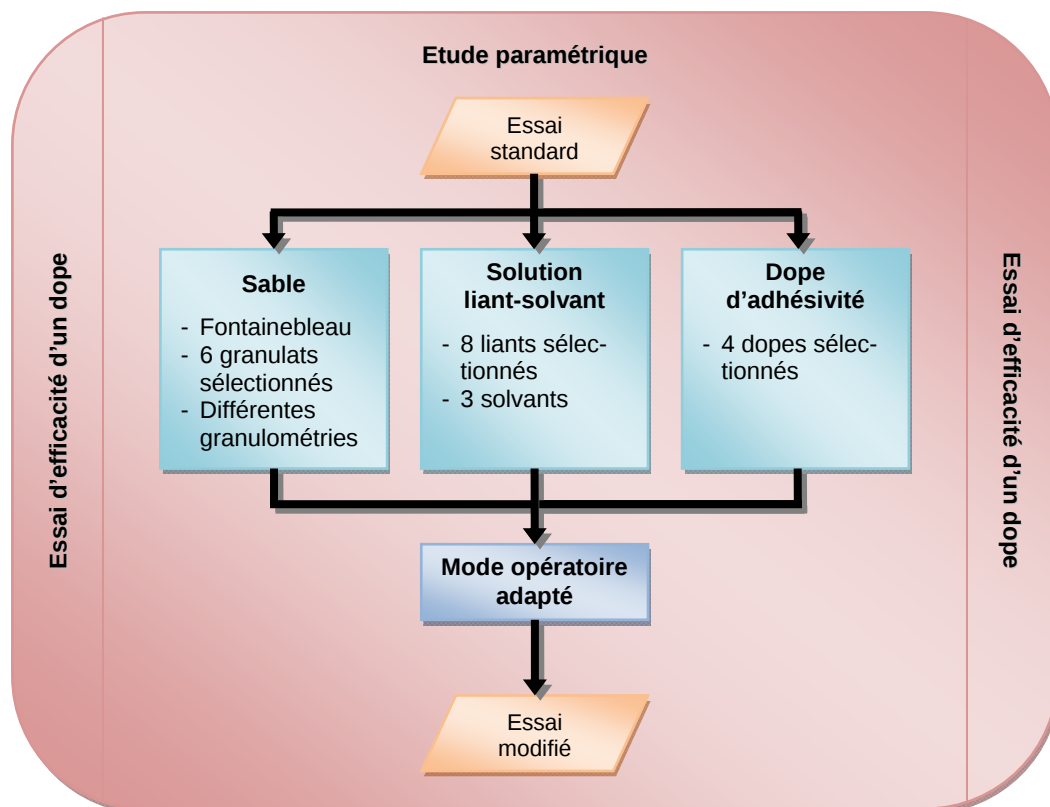


Figure 12 – Schéma de l'étude paramétrique

4.3.2.1 Essai standard

Dans un premier temps, l'essai standard (essai d'efficacité d'un liant dopé – Méthode LCPC) a été réalisé avec les liants hydrocarbonés sélectionnés, ceci dans le but de juger de l'applicabilité de cet essai. Le mode opératoire utilisé a donc été celui développé par le LCPC, en utilisant le sable de Fontainebleau, les solutions liant-solvant avec comme solvant le kérosène et sans dope d'adhésivité.

La première série d'essai a rapidement montré que les conditions opératoires ont une très grande influence sur les résultats finaux. Le mode opératoire doit être suivi avec rigueur pour arriver à une bonne répétabilité de l'essai. Principalement au niveau du type et de l'intensité d'agitation, des écarts par rapport au mode opératoire peuvent induire des faux résultats. C'est pourquoi un mode opératoire adapté et mieux défini a été réalisé afin de remédier à ce problème.

La nouvelle série d'essai avec le mode opératoire adapté (essai d'efficacité d'un dope – changement de la phase d'agitation et changement de la phase d'interprétation des résultats) a permis de confirmer que tous les liants sélectionnés ne sont pas dopés à la base. Les résultats de cette série d'essai sont donnés dans la figure ci-après (Figure 13).

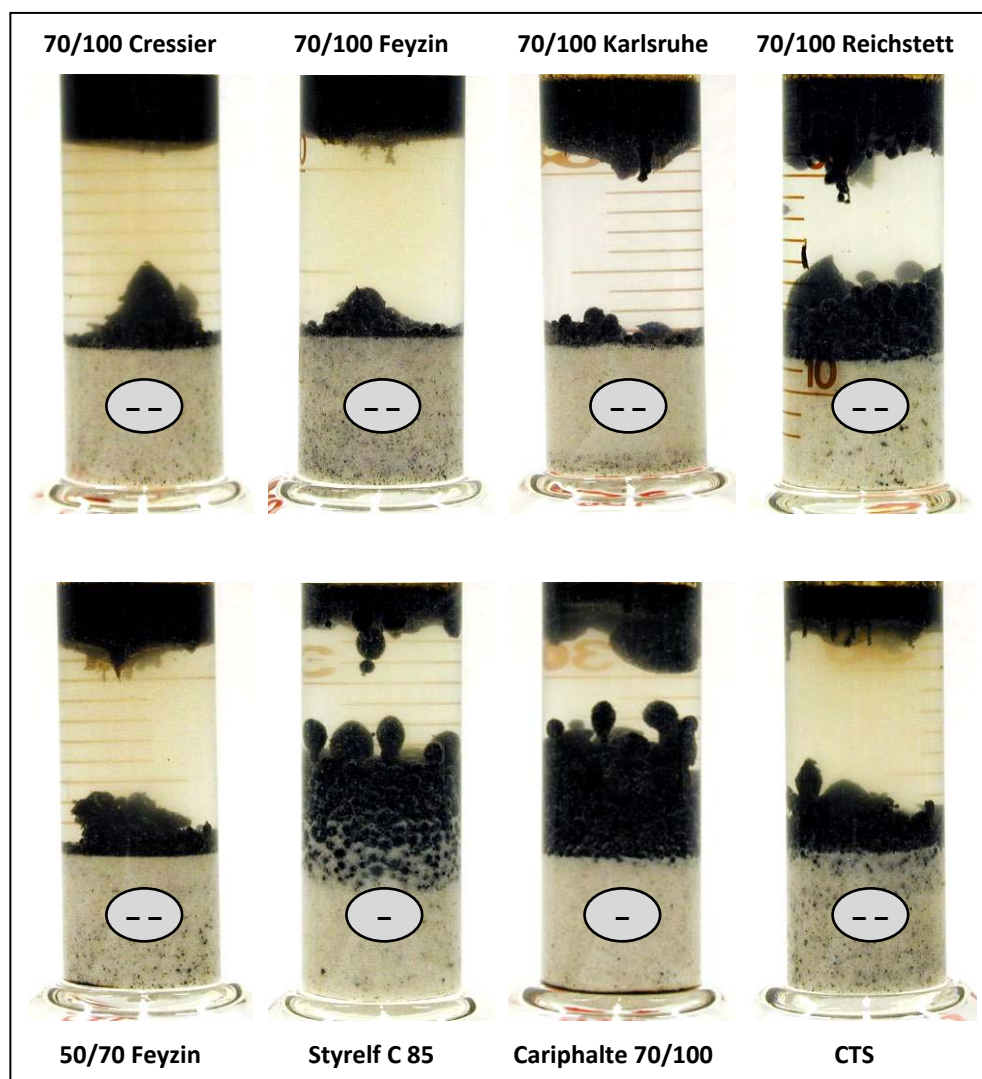


Figure 13 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai standard non dopé

L'essai standard avec mode opératoire adapté a montré que la plupart des bitumes routiers standard indiquent une affinité quasi-nulle avec le sable de Fontainebleau traité aux acides. Par contre les bitumes modifiés par des polymères (Styrelf C 85 et Cariphalte 70/100) sont caractérisés par un film plutôt épais de liant à la surface du sable. Il s'agit ici d'une spécificité des bitumes modifiés, qui selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70] présentent une affinité supérieure avec tous les types de granulats testés (Chapitre 4.1.2). Selon la nouvelle échelle de résultats (Figure 11), tous les résultats sont négatifs.

Afin d'analyser l'influence de l'ajout d'un dope d'adhésivité, une série d'essai avec dopes a été réalisée. Deux liants avec des caractéristiques très différentes ont été choisis pour cet essai (70/100 Feyzin et Styrelf C 85). Les trois dopes sélectionnés (Chapitre 3.4.3) ont été testés avec des teneurs prescrites selon leurs fabricants respectifs. Les résultats de cette série d'essai sont donnés dans la figure ci-après (Figure 14).

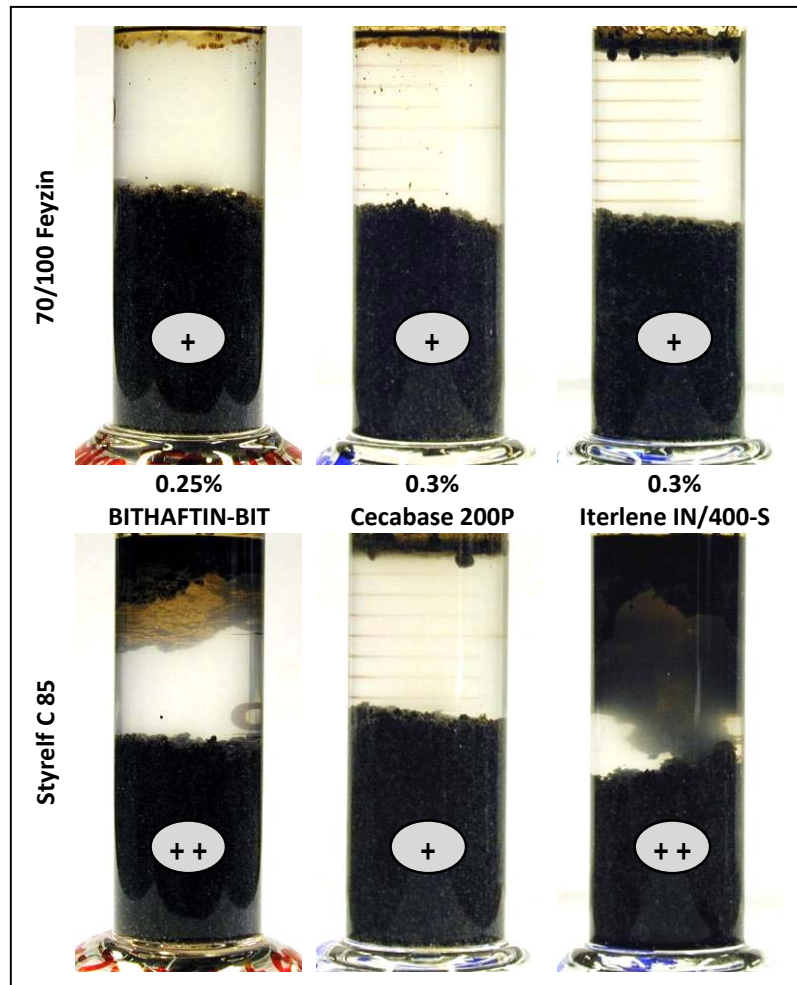


Figure 14 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai standard dopé

Les essais effectués avec dopes d'adhésivité sont tous positifs. L'essai d'efficacité d'un liant dopé permet donc de confirmer l'efficacité d'un dope d'adhésivité dans la solution liant-solvant. Pour le liant Styrelf C 85, une couche de solution reste à la surface de l'eau pour certain cas. Ceci pourrait indiquer une teneur en dope non optimisée ou une concentration de liant trop abondante pour le sable de Fontainebleau traité aux acides. L'échantillon semble surdosé en dope d'adhésivité ce qui se traduit par une augmentation du volume sable-liant. Selon la nouvelle d'échelle des résultats (Figure 11), tous les résultats sont positifs.

Par la suite l'influence du dosage en dope d'adhésivité a été analysée. Pour cette série d'essai avec dope (BITHAFTIN-BIT) les deux liants 70/100 Feyzin et Styrelf C 85 ont été choisis. Quatre dosages du dope ont été testés. Les résultats de cette série d'essai sont donnés dans la figure ci-après (Figure 15).

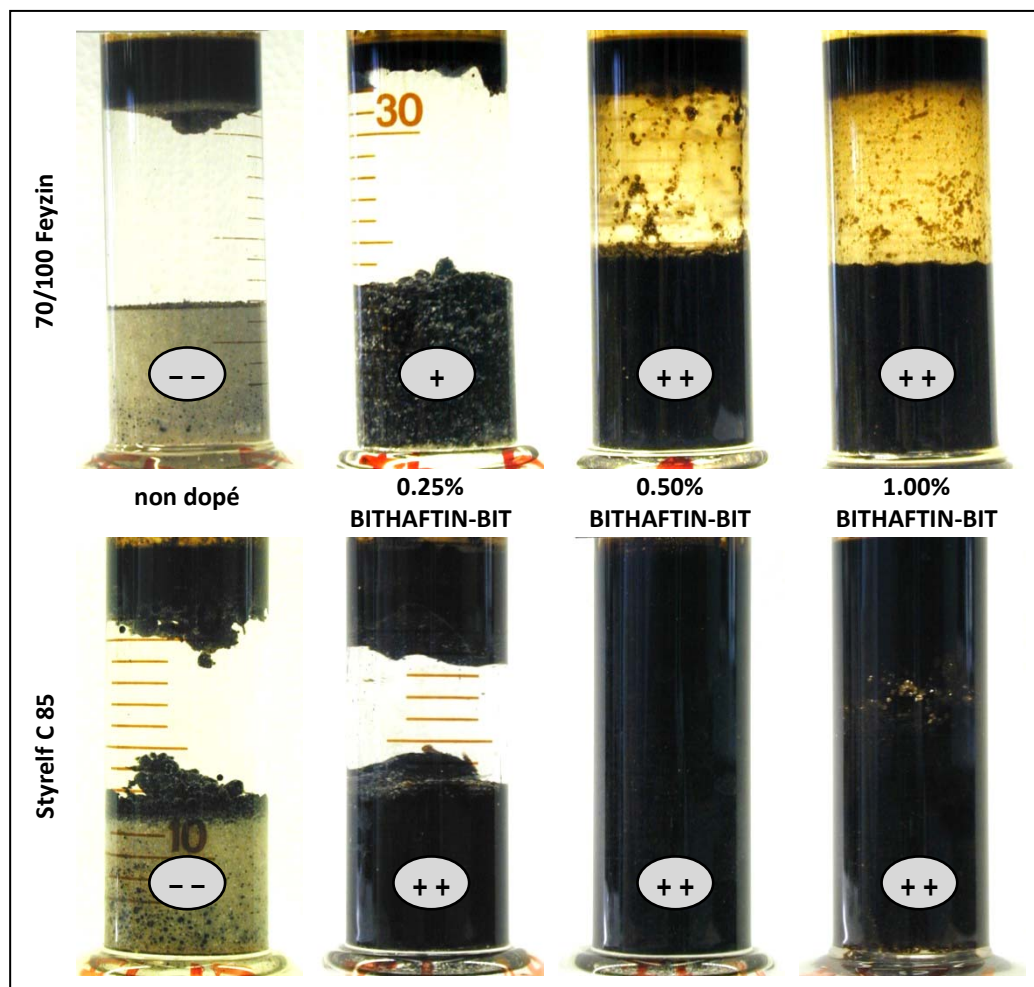


Figure 15 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai standard dopé avec différents dosages

Les essais effectués sans dope d'adhésivité sont négatifs et les essais avec dope sont positifs. Des dosages supérieurs aux 0.25% prescrits par le fabricant indiquent un surdosage en dope pour les deux liants. Pour le liant Styrelf C 85, un surdosage peut déjà être constaté à 0.25%, alors que pour 0.5 et 1% une réaction se différenciant par un mélange complet sable-liant-solvant-eau peut être constatée.

D'après les résultats de ces premières séries d'essai, l'essai d'efficacité d'un liant dopé semble bien fonctionner. Une analyse paramétrique peut donc être effectuée par la suite pour mieux adapter l'essai aux conditions spécifiques de la Suisse.

4.3.2.2 Essai non dopé avec granulats sélectionnés

Cette série d'essai a pour objectif l'analyse de l'influence du type de sable sur les résultats de l'essai d'efficacité d'un liant dopé. L'utilisation de granulats minéraux réellement utilisés sur un chantier pourrait amener des informations importantes sur le comportement d'un enrobé bitumineux dopé.

Pour cette série le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) a été appliqué et le sable de Fontainebleau traité aux acides a été remplacé par les granulats minéraux sélectionnés (Chapitre 3.4.1). La granulométrie choisie a été celle du sable de Fontainebleau, c.-à-d. 0.125-0.5mm. Les liants hydrocarbonés testés ont été le 70-100 Feyzin et le Styrelf C 85. Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés sur la figure ci-après (Figure 16).

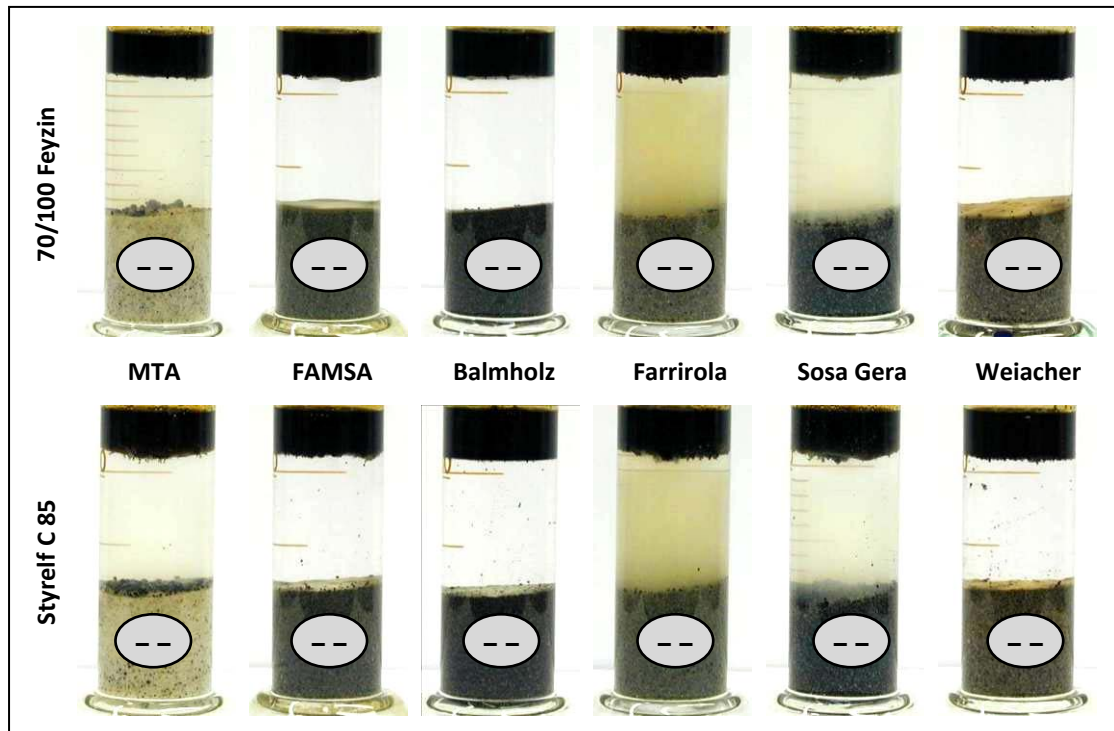


Figure 16 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé avec granulats sélectionnés

Les résultats de cette série sont tous négatifs. Pour le Styrelf C 85, la séparation des phases est plus marquée que pour l'essai standard avec sable de Fontainebleau. Les résultats des granulats de couleur foncée peuvent prêter à confusion car la reconnaissance de traces de liant dans les granulats est très difficile. De même, les granulats, bien que lavés et séchés préalablement, ne présentent pas le même niveau de propreté que le sable de Fontainebleau. Tout particulièrement, le sable Farriola indique une eau distillée trouble (présence de fines), même après une journée de repos du récipient.

Une série d'essai supplémentaire a été réalisée avec comme objectif l'analyse de l'influence de la granulométrie du sable sur les résultats de l'essai. L'utilisation d'une granulométrie plus courante pourrait faciliter l'acceptation de l'essai dans les laboratoires suisses. Pour cette série le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) a été appliqué avec les granulats minéraux sélectionnés (Chapitre 3.4.1). La granulométrie qui a été testée est de 0.063-2mm, contrairement au sable de Fontainebleau (0.125-0.5mm). Les liants hydrocarbonés testés ont été le 70-100 Feyzin et le Styrelf C 85. Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés sur la figure ci-après (Figure 17).

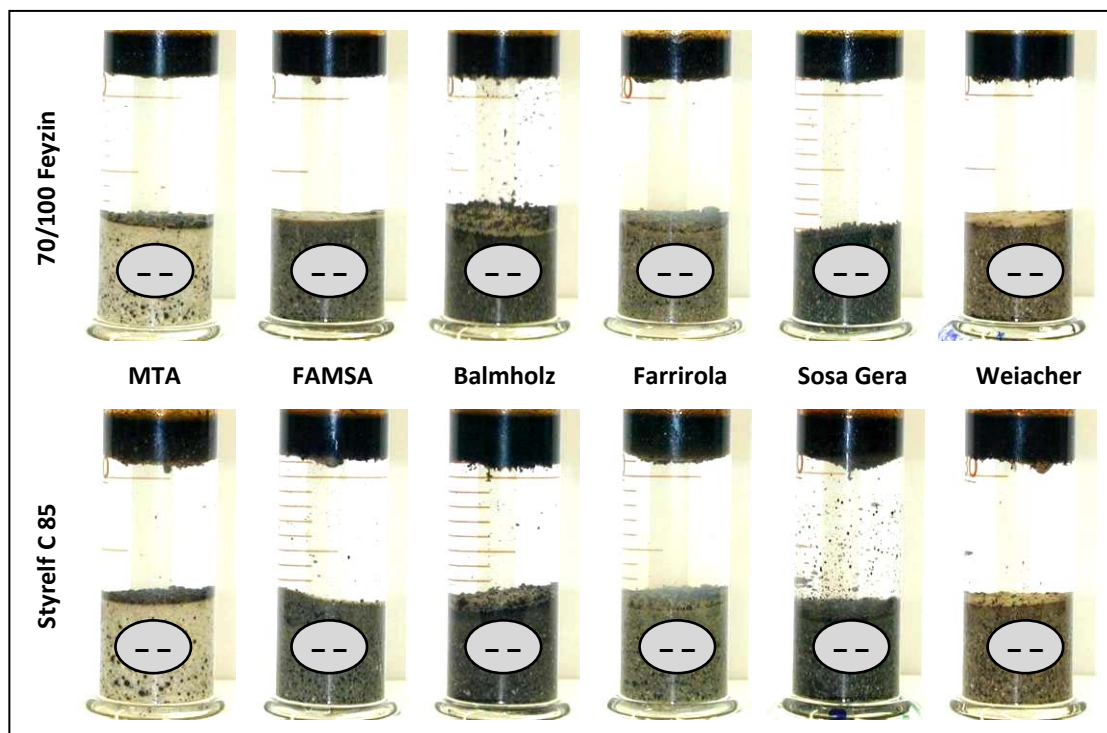


Figure 17 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé avec granulométrie adaptée

Les résultats de cette série sont également tous négatifs et la granulométrie plus large pourrait donc remplacer celle du sable de Fontainebleau pour des essais non dopés. Néanmoins, certains problèmes ont été observés lors de la phase d'agitation des récipients. En effet, l'obtention de phases bien distinctes est encore plus difficile à atteindre et la façon d'agiter les récipients peut avoir une influence très grande sur les résultats (formation de couches). La granulométrie du sable de Fontainebleau semble être mieux adaptée à cet essai délicat. La granulométrie testée a donc été abandonnée pour la suite du projet et celle du sable de Fontainebleau (0.125-0.5mm) a été employée.

4.3.2.3 Essai dopé avec granulats sélectionnés

Cette série d'essai s'inscrit dans la suite de l'essai avec les granulats sélectionnés. Ayant démontré que les granulats sélectionnés pourraient remplacer le sable de Fontainebleau pour les essais non dopés, il reste à confirmer cette hypothèse avec des solutions liant-solvant dopées. L'objectif est donc d'analyser l'influence de l'ajout d'un dope d'adhésivité sur les résultats de l'essai d'efficacité.

Pour cette série le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) a été appliqué avec les granulats minéraux sélectionnés (Chapitre 3.4.1). Les liants hydrocarbonés testés ont été le 70-100 Feyzin avec deux dopes (BITHAFTIN-BIT et Cecabase 200P) et le Styrelf C 85 avec un dope (BITHAFTIN-BIT). Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés sur la figure ci-après (Figure 18).

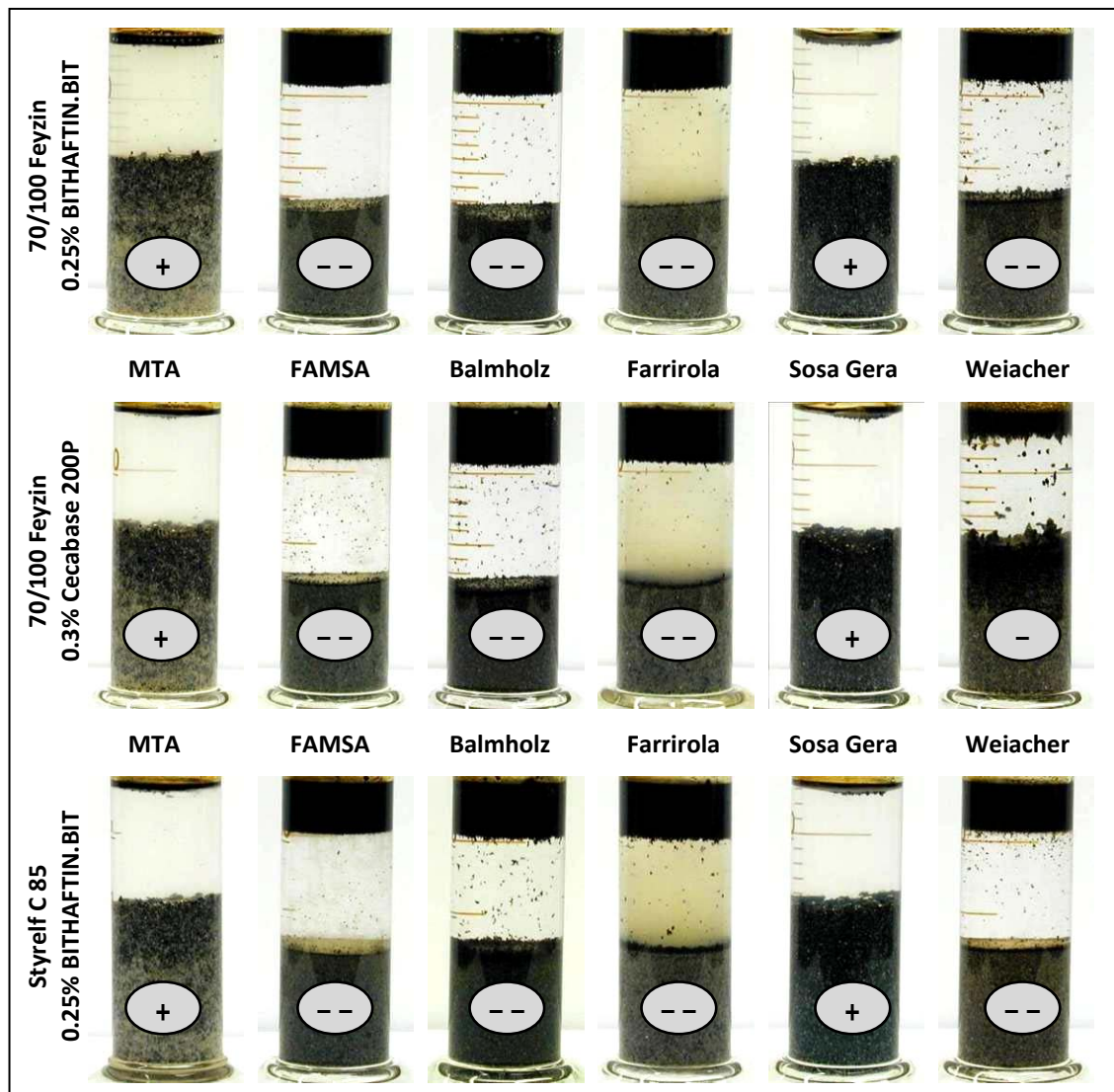


Figure 18 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai dopé avec granulats sélectionnés

L'utilisation des granulats sélectionnés, à la place du sable de Fontainebleau, pour l'essai avec dope indique des résultats contradictoires. En effet, si les granulats MTA et Sosa Gera donnent des résultats positifs, les quatre autres granulats indiquent clairement des résultats négatifs avec les deux dopes testés. Les deux types de liant (70/100 Feyzin et Styrelf C 85) indiquent en outre des résultats identiques. Une différence mineure existe entre les deux dopes utilisés avec les granulats Weiacher. En effet, pour le dope Cecabase une certaine réaction entre la solution liant-solvant-dope avec les granulats peut être notée.

Le granulat MTA est caractérisé par un mélange complet avec la solution liant-solvant-dope, même si celle-ci est non uniforme. Du fait de la composition du granulat MTA proche de celle du sable de Fontainebleau, les résultats observés étaient attendus. Le granulat Sosa Gera de son côté présente un mélange qui s'effectue principalement au niveau de la surface du sable. Du fait de la couleur foncée de ce granulat, il est difficile de juger du mélange se produisant entre les deux phases du récipient.

Pour la suite du projet, les granulats sélectionnés ont été abandonnés et l'analyse a été poursuivie avec le sable de Fontainebleau du fait des résultats plus tranchants avec ce dernier sable. Des essais plus poussés pour une utilisation des granulats MTA ou Sosa Gera pour l'essai d'efficacité d'un liant dopé pourraient être réalisés dans un projet ultérieur.

4.3.2.4 Essai non dopé avec différents solvants

Cette série d'essai avait pour objectif l'analyse de l'influence du type de solvant sur les résultats de l'essai d'efficacité. L'utilisation de solvants plus communément utilisés peut faciliter l'acceptation de l'essai dans les laboratoires suisses.

Pour cette série le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) a été appliqué avec le sable de Fontainebleau traité aux acides. Le kérosène, utilisé comme solvant dans la méthode standard de l'essai, a été remplacé dans un premier temps par le toluène, puis par le perchloréthylène. Les liants hydrocarbonés testés pour le toluène ont été le 70/100 Feyzin et le Styrelf C 85. Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés sur la figure ci-après (Figure 19).

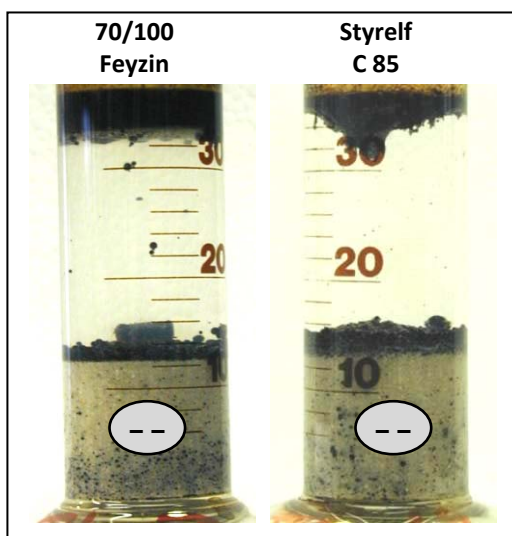


Figure 19 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé (solvant : toluène)

Le toluène a donné des résultats négatifs avec les deux liants testés. Le toluène pourrait donc dans certains cas remplacer le kérosène pour des essais non dopés.

Les liants hydrocarbonés testés pour le perchloréthylène ont été le 70/100 Feyzin et le Styrelf C 85. Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés sur la figure ci-après (Figure 20).

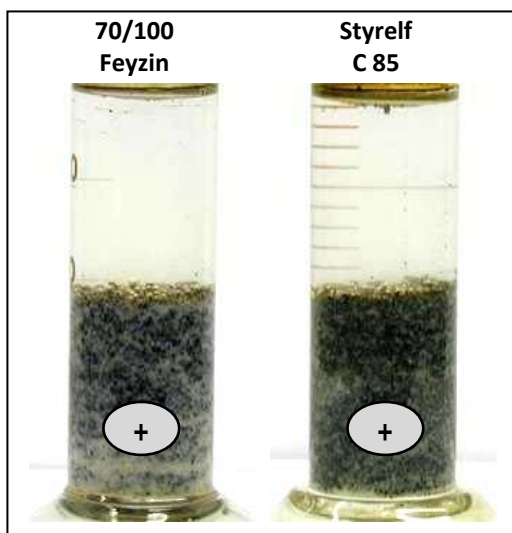


Figure 20 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai non dopé (solvant : perchloréthylène)

Les deux essais ont indiqué un mélange complet alors qu'il n'y avait pas de dope d'adhésivité. Le perchloréthylène n'est donc pas adapté pour une utilisation formelle comme solvant pour l'essai d'efficacité d'un liant dopé. Ceci s'explique par sa densité supérieure à l'eau (1.62) qui rend une séparation de phase sable-eau-liant improbable.

4.3.2.5 Essai dopé avec différents solvants

Cette série d'essai avait pour objectif l'analyse de l'influence du type de solvant sur les résultats des essais dopés. Le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) a une nouvelle fois été appliqué avec le sable de Fontainebleau traité aux acides. Seul le toluène a été testé pour cette série. Les liants hydrocarbonés testés ont été le 70/100 Feyzin et le Styrelf C 85. Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés sur la figure ci-après (Figure 21).

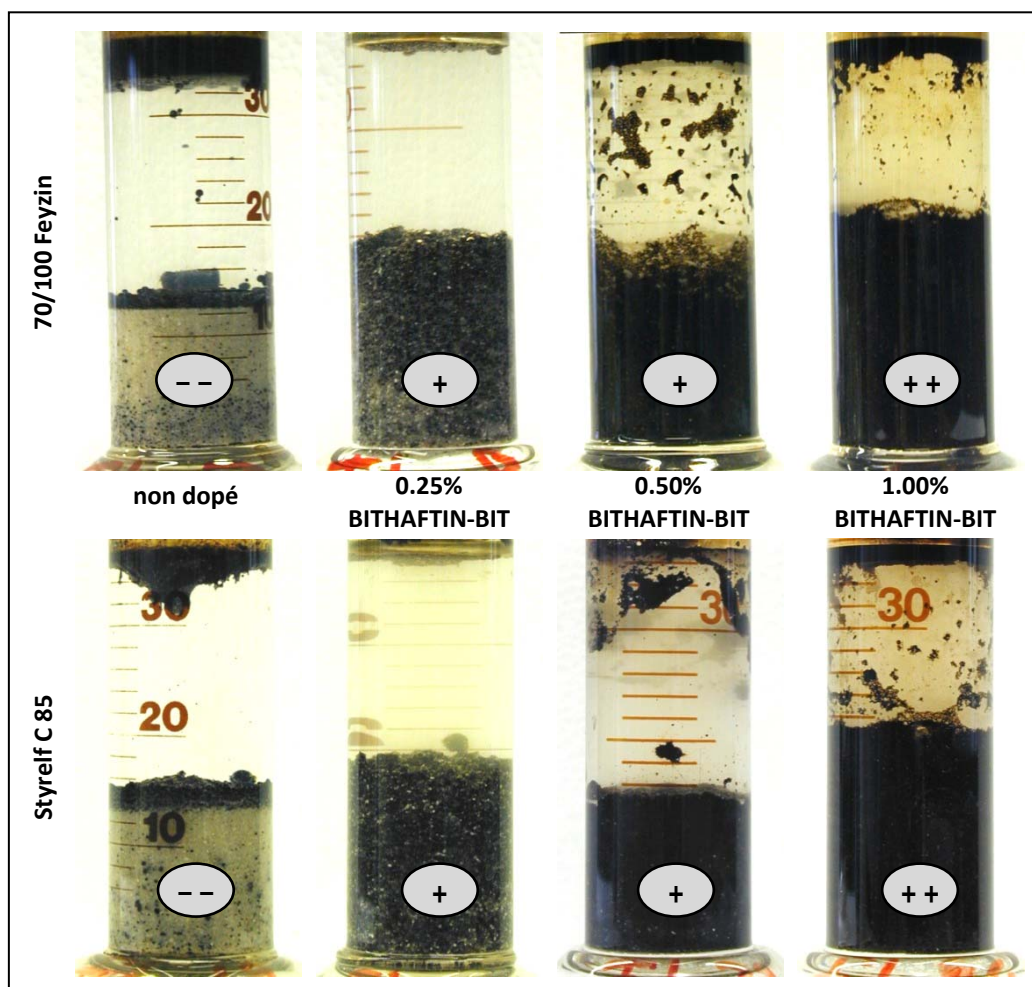


Figure 21 – Essai d'efficacité d'un liant dopé – Essai dopé (solvant : toluène)

L'ajout d'un dope d'adhésivité au liant a eu l'effet attendu, soit le mélange complet sable-liant pour les deux types de liant. Cet effet a déjà été complet avec l'ajout de 0.25% de dope (BITHAFTIN-BIT) et l'ajout d'une quantité supérieure (0.5 ou 1%) a démontré des réactions supplémentaires. En effet, un dosage trop élevée s'est traduit par une augmentation du volume sable-liant, conséquence déjà remarquée lors de surdosage en dope des essais précédents.

Les résultats observés indiquent que le toluène peut être utilisé pour remplacer le kérosène, moins courant dans les laboratoires en Suisse, pour l'exécution de l'essai d'efficacité d'un liant dopé.

4.3.3 Essai d'efficacité d'un dope

Le mode opératoire adapté d'après les résultats obtenus (essai d'efficacité d'un dope – Méthode LAVOC) présente plusieurs changements par rapport à l'essai standard (essai d'efficacité d'un liant dopé – Méthode LCPC). Le mode opératoire adapté est décrit en détail en annexe (Annexe 8.1).

Les changements apportés au mode opératoire standard sont les suivantes :

- Remplacement du kérosène par du toluène, solvant couramment utilisé en Suisse par les laboratoires
- Changement de la phase d'agitation afin de présenter des résultats plus tranchants
- Changement de la phase d'interprétation des résultats à l'aide d'une nouvelle échelle (Figure 11)

Notons, que les accessoires utilisés pour le déroulement de l'essai doivent être parfaitement propres.

4.4 Influence de l'histoire thermique sur l'efficacité des dopes d'adhésivité

Afin de juger de l'influence de l'histoire thermique sur l'efficacité d'un dope, plusieurs essais ont été effectués. Premièrement, l'essai d'efficacité d'un dope a été utilisé (Chapitre 4.4.1) pour déterminer l'influence de l'histoire thermique sur des liants stockés à différentes températures pendant des laps de temps divers et avec différents dosages et types de dope d'adhésivité. Ensuite, ces résultats ont été comparés avec des essais de désenrobage (SN 670 460 [70] – Chapitre 4.4.2) et des essais de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65] – Chapitre 4.4.3).

4.4.1 Essai d'efficacité d'un dope

Pour l'essai d'efficacité d'un dope, le mode opératoire adapté (Méthode LAVOC – Annexe 8.1) a une nouvelle fois été appliqué. Les paramètres de cette série d'essais étaient les suivantes :

- Sable : Sable de Fontainebleau traité aux acides.
- Liant hydrocarboné : Reichstett 70/100.
- Solvant : Toluène.
- Dope d'adhésivité : Cecabase 260 à 0.25% et 0.5% ; BITHAFTIN-BIT à 0.25% et 0.5%.
- Température de stockage : 140, 170 et 200°C.
- Effet de vieillissement : Temps = 0, 1, 3 et 7 jours.

Les photos des essais pour le dope d'adhésivité BITHAFTIN-BIT peuvent être consultées sur la figure ci-après (Figure 22). Et les résultats complets de la série d'essai peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 22).

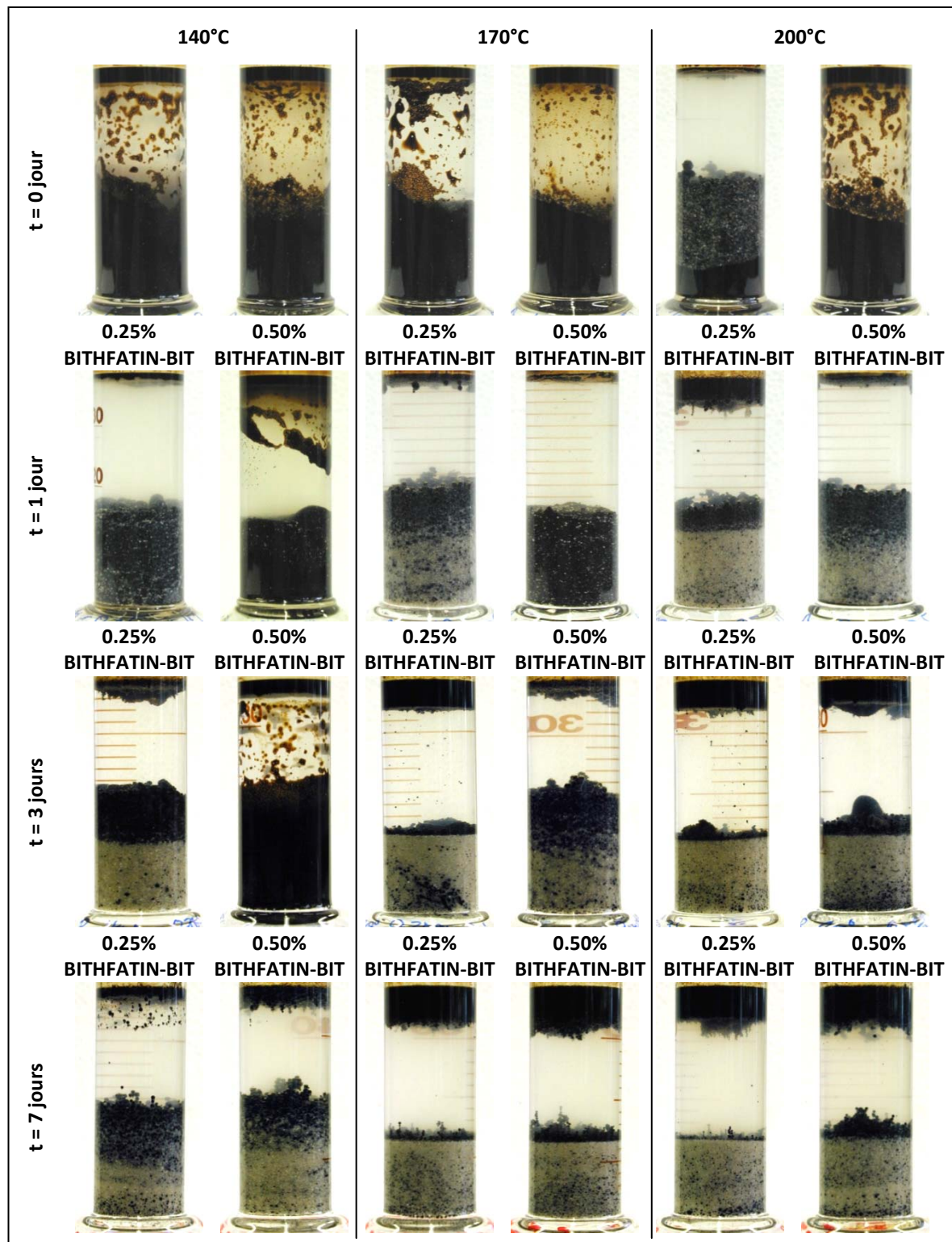


Figure 22 – Essai d'efficacité d'un dope – Essai avec différentes histoires thermiques (Liant : 70/100 Reichstett ; Dope : BITHAFTIN-BIT ; Solvant : Toluène)

Dope	Age	Température			Température			Age	Dope
		140°C	170°C	200°C	140°C	170°C	200°C		
Cecabase 0.25%	0 jour	+	+	+	+	+	++	0 jour	Cecabase 0.5%
	1 jour	+	+	-	++	+	+	1 jour	
	3 jours	-	--	--	+	--	--	3 jours	
	7 jours	--	--	--	-	--	--	7 jours	
BITHAFTIN-BIT 0.25%	0 jour	+	+	+	+	+	+	0 jour	BITHAFTIN-BIT 0.5%
	1 jour	+	-	-	+	+	-	1 jour	
	3 jours	-	--	--	+	-	--	3 jours	
	7 jours	-	--	--	-	--	--	7 jours	

Légende : -- - + ++

Tableau 22 – Essai d'efficacité d'un dope – Résultats de l'essai avec différentes histoires thermiques

Les résultats obtenus indiquent une forte influence de l'histoire thermique sur l'efficacité du dope d'adhésivité dans le liant. Des températures de stockage élevées du liant (200°C) peuvent engendrer des résultats négatifs après seulement un jour, alors que des températures de stockage usuelles (140°C) ont entraînées des résultats négatifs après 3 ou 7 jours. Le dosage du dope d'adhésivité a également joué un rôle important, en effet à dosage élevé les résultats restent plus longtemps positifs. Par contre, le type de dope a eu moins d'influence sur les résultats de l'essai.

4.4.2 Essai de désenrobage

L'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]) a été utilisé pour vérifier l'affinité des couples granulats-liant, afin de comparer les résultats avec ceux de l'essai d'efficacité d'un dope. Pour cette série, les histoires thermiques extrêmes ont été testées, c.-à-d. un stockage du liant à 200°C pendant 0 et 7 jours. Les granulats MTA et Farrirola et les dopes d'adhésivité BITHAFTIN-BIT et Cecabase 260 ont été utilisées. Les résultats de cette série d'essai peuvent être consultés dans le tableau ci-après (Tableau 23).

Granulats (Composition)	Histoire thermique	70/100 Reichstett		
		non dopé	BITHAFTIN-BIT 0.25%	Cecabase 260 0.25%
MTA (Quartzite)	(140°C pour le liant dopé)	26		100
	0 jour à 200°C		84	93
	7 jours à 200°C		93	88
Farrirola (Rhyolite)	(140°C pour le liant dopé)	31		100
	0 jour à 200°C		96	95
	7 jours à 200°C		92	79

Tableau 23 – Taux d'enrobage [%] sur liant vieilli thermiquement selon l'essai de désenrobage SN 670 460 [70]

L'essai de désenrobage [70] a indiqué de manière générale une baisse de l'adhésivité entre un liant non vieilli et un liant vieilli à température élevée (200°C). Par contre le degré d'enrobage a présenté des changements contradictoires entre 0 et 7 jours selon le type de dope d'adhésivité et le type de granulat testé. En effet, pour les granulats MTA, on a noté une augmentation du degré d'enrobage pour le BITHAFTIN-BIT, alors que pour le Cecabase 260, une diminution a été remarquée. Pour les granulats Farrirola, une diminution faible du degré d'enrobage entre 0 et 7 jours a été notée pour le BITHAFTIN-BIT et une diminution plus marquée pour le Cecabase 260.

Lorsque l'essai de désenrobage est effectué directement après la fabrication du liant dopé, une baisse du taux d'enrobage est constatée pour une augmentation de la température de fabrication, et ceci pour les deux types de granulats. Deux phénomènes contradictoires se présentent à ce stade : Premièrement, une augmentation de la température de fabrication devrait se solder par un enrobage plus facile (diminution de la viscosité), et deuxièmement une augmentation de la température de fabrication devrait se solder par une altération plus rapide du dope d'adhésivité, impliquant un enrobage plus faible. Il peut être constaté que dans les essais effectués, l'altération du dope d'adhésivité semble être rapide à une température du liant de 200°C, ce qui explique la diminution du taux d'enrobage.

4.4.3 Essai de sensibilité à l'eau

L'essai de sensibilité à l'eau (EN 12697-12 [65]) a été utilisé pour vérifier l'impact de l'humidité sur les performances mécaniques des couples granulat-liant, afin de comparer les résultats avec ceux de l'essai d'efficacité d'un dope et de l'essai de désenrobage. Pour cette série, des enrobés non dopés, des enrobés dopés sans vieillissement thermique et des enrobés avec vieillissement thermique moyen (7 jours à 170°C) ont été testés. Les granulats MTA et Sosa Gera et le dope Cecabase 260 ont été utilisés pour cette occasion.

L'essai a été effectué à 22°C sur des enrobés AC 11 S. Six éprouvettes par couple granulat-liant-dope (trois à sec et trois à l'état humide) ont été testées. Les valeurs moyennes des résultats peuvent être consultées dans le tableau ci-après (Tableau 24).

Granulats (Composition)		70/100 Feyzin					
		non dopé		Cecabase 260 0.25%		Cecabase 260 0.25% (7j/170°C)	
MTA (Quartzite)	Teneur en vides [%]	7.6		9.0		9.4	
	ITSd / ITSw [kPa]	976	969	978	1008	1037	1024
	ITSR [%]	99		103		99	
Sosa Gera (Amphibolite)	Teneur en vides [%]	3.1		3.2		4.3	
	ITSd / ITSw [kPa]	862	854	938	926	1053	1037
	ITSR [%]	99		99		98	

Tableau 24 – ITSR selon l'essai de sensibilité à l'eau [65] avec liant vieilli thermiquement

L'essai de sensibilité à l'eau [65] a indiqué de manière générale une sensibilité à l'eau très similaire pour un liant non dopé-non vieilli, un liant dopé-non vieilli et un liant dopé-vieilli pendant 7 jours à température élevée (170°C). Par contre une augmentation des performances mécaniques à sec et humides a pu être noté pour les enrobés stockés pendant 7 jours à 170°C. Ce phénomène montre bien le durcissement de l'enrobé lors du stockage et sa rigidité plus élevée.

4.4.4 Remarques

Les résultats de l'essai de désenrobage ne sont pas en accord avec ceux de l'essai d'efficacité d'un dope. Alors que le dernier indique une forte diminution de l'efficacité du dope pour un temps de stockage à 7 jours, l'essai de désenrobage ne permet pas de tirer la même conclusion. Il convient de noter que les conditions des deux essais ne sont pas les mêmes. Alors que l'essai d'efficacité d'un dope se déroule dans du toluène, l'essai de désenrobage utilise de l'eau pour son exécution. Le vieillissement thermique pourrait avoir une influence plus marquée sur l'interaction entre le liant et le toluène. L'essai d'efficacité d'un dope semble donc être plus contraignant.

L'essai de sensibilité à l'eau de son côté indique aucune influence de l'histoire thermique sur les propriétés mécaniques des enrobés bitumineux. Ces résultats démontrent une fois de plus, qu'il est difficile d'utiliser les essais mécaniques pour détecter l'impact de l'ajout d'un dope d'adhésivité sur les caractéristiques mécaniques.

Le processus de vieillissement des dopes d'adhésivité et des liants hydrocarbonés est accéléré par des températures de stockage élevées. En effet, les réactions entre les dopes et les liants sont plus rapides lors de telles températures. Les résultats de l'essai d'efficacité d'un dope sont donc en accord avec les mécanismes théoriques. De même, les fabricants de dopes ont pu confirmer ces résultats par des essais effectués en interne.

Les dopes d'adhésivité restent très stables aussi à hautes températures. Les dopes étant fabriqués à des températures d'environ 200°C, aucune restructuration chimique des dopes ne devrait intervenir lors d'un stockage à des températures de 200°C et inférieures. Compte tenu des essais réalisés et des expériences acquises, les fabricants de dopes recommandent un stockage maximal des dopes dans le liant pendant 2 jours.

4.5 Etude sur la récupération du liant d'un enrobé dopé

Une nouvelle procédure de récupération du liant d'un enrobé dopé a été mise au point et testée. Ceci dans le but de faciliter l'utilisation du liant récupéré pour l'essai d'efficacité d'un dope. Malheureusement, cette méthodologie n'a pas livrée de résultats concluants pour tous les enrobés dopés testés. De plus amples recherches seraient nécessaires dans ce domaine pour élaborer une méthodologie satisfaisante. Malgré tout, la méthodologie détaillée (Chapitre 4.5.1) et les résultats obtenus (Chapitre 4.5.2) sont brièvement décrits dans la suite de ce chapitre.

4.5.1 Description et fonctionnement de la méthode de récupération du liant

Afin de faciliter l'emploi de l'essai d'efficacité d'un dope, une méthode de récupération du liant d'un enrobé dopé a été mise au point. Ceci dans le but de disposer d'un procédé permettant de récupérer du liant avec une concentration de solvant-liant adaptée à l'essai et exempte de particules minérales. Ainsi une utilisation rapide de l'essai d'efficacité d'un dope est possible, sans devoir passer par des étapes superflues. En effet, la solution liant-toluène récupérée présente les caractéristiques nécessaires pour un emploi direct par l'essai.

La méthode se compose de deux étapes, premièrement une étape d'élimination dont le but est d'éliminer toutes particules minérales de l'enrobé. Puis une deuxième étape d'ajustement de la concentration de solvant dans le liant hydrocarboné. Plusieurs procédés ont été testés, dont un qui a été retenu pour une phase de validation (étude paramétrique). Les différents procédés testés sont indiqués dans la figure ci-après (Figure 23).

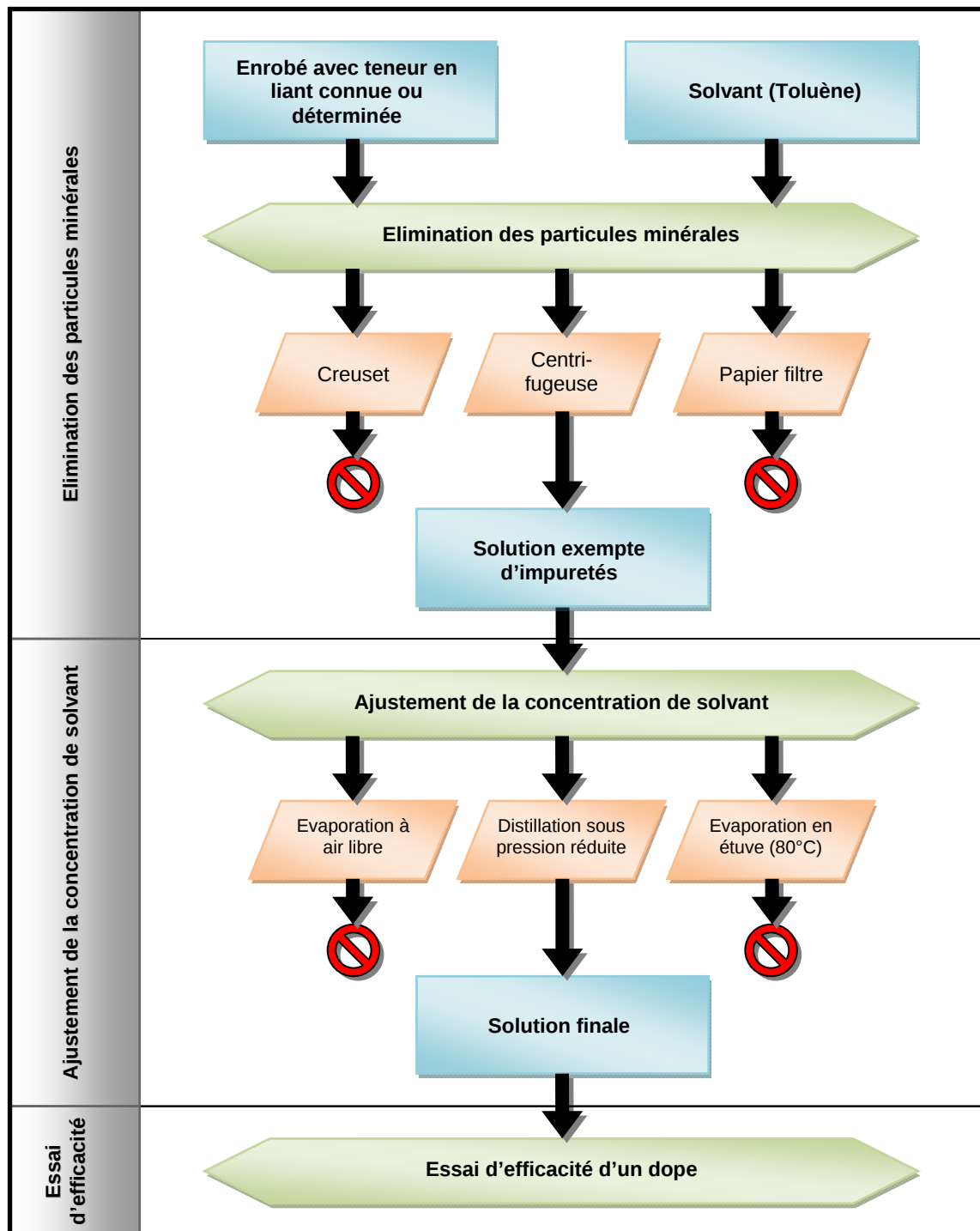


Figure 23 – Méthode de récupération – Evaluation de différents procédés

La méthodologie retenue se compose d'une élimination des particules minérales par centrifugation et d'un ajustement de la concentration de solvant par distillation sous pression réduite. Le mode opératoire de cette méthodologie est donné en annexe (Annexe 8.2).

4.5.2 Essai d'efficacité d'un dope

Pour une éventuelle validation de la méthode élaborée, deux séries d'essais ont été menées avec l'essai d'efficacité d'un dope. Tout d'abord, la procédure a été testée pour une récupération directe de liants dopés et refroidis, sans passer par la phase de fabrication d'un enrobé. Les résultats pour cette phase, qui ne se composait que du procédé de distillation, ont toutes été positifs et ont permis d'ajuster la phase de distillation pour le mode opératoire final (Annexe 8.2).

La deuxième série d'essai consistait à récupérer le liant à partir d'enrobés produits en laboratoire. L'enrobé testé (AC 11 S ; âge : 8 jours) se composait du liant 70/100 Reichstett et des granulats Balmholz. Les résultats de ces essais sont donnés dans la figure ci-après (Figure 24).

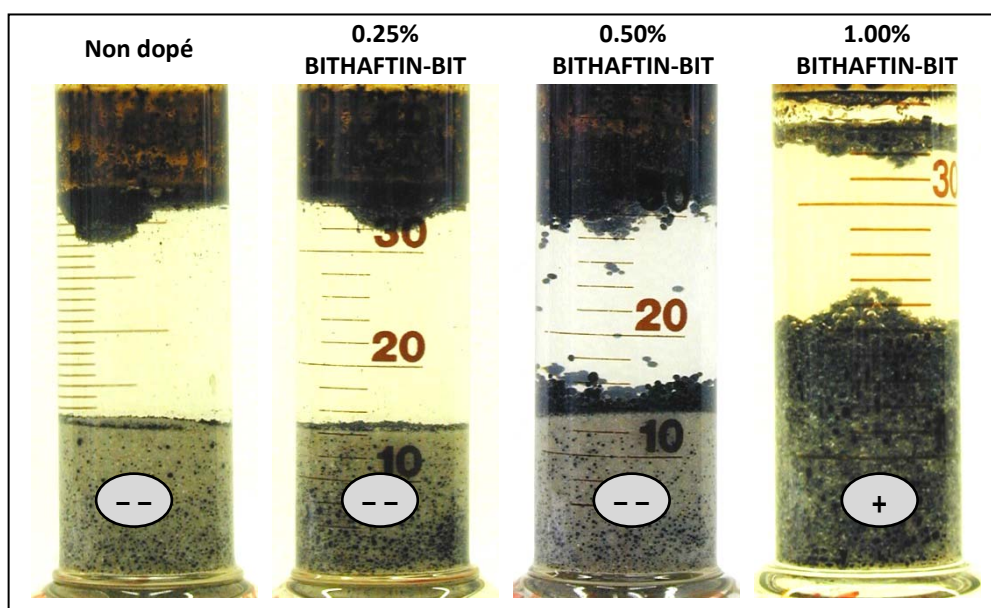


Figure 24 – Essai d'efficacité d'un dope – Essai sur liant récupéré

La procédure de récupération du liant d'un enrobé dopé semble avoir une incidence certaine sur les résultats de l'essai d'efficacité d'un dope. En effet, les résultats d'essais sont négatifs pour des teneurs en dope d'adhésivité pratiques (0.25% à 0.5%). Par contre pour l'enrobé dopé à 1%, cas exagéré ne se présentant pas dans la pratique, l'essai indique un résultat positif.

4.5.3 Remarques

La méthodologie de récupération du liant d'un enrobé dopé fonctionne parfaitement, comme l'ont démontré les résultats de la première phase d'essai. Elle permet d'obtenir les concentrations liant-solvant souhaité. Par contre le liant dopé récupéré d'un enrobé fabriqué en laboratoire se comporte d'une manière non conventionnelle lors de l'essai d'efficacité d'un dope. Seulement à très haut dosage en dope d'adhésivité, l'essai arrive à détecter le dope dans le mélange liant-solvant.

L'explication de ce phénomène se trouve probablement dans les réactions chimiques se produisant lors de la fabrication de l'enrobé. Les dopes d'adhésivité réagissent avec les granulats et le liant pour former des couples amide-liant et amine-granulats. Ces couples ne peuvent lors de la récupération que difficilement être séparés, ce qui se traduit par une altération des éléments chimiques composant les dopes d'adhésivité. Le dope ne peut donc plus être détecté avec l'essai d'efficacité d'un dope, car une partie du dope reste à l'interface des granulats.

Le temps de stockage de l'enrobé ainsi que le dosage en dopes peut influencer les résultats de l'essai d'efficacité d'un dope sur liant récupéré. Avec des temps de stockage faibles ou des teneurs en dopes élevées, certains résidus complets du dope peuvent être récupérés et l'essai montre donc un résultat positif (voir Figure 24 pour un dosage à 1%).

Une possibilité pour vérifier la présence d'un dope d'adhésivité dans un enrobé fabriqué, serait d'essayer de détecter les composants d'amides dans le liant récupéré (détection chimique). Ces questions sortent malheureusement du cadre de ce projet, mais mériteraient d'être étudiées plus en détail dans une autre recherche.

4.6 Remarques générales

Les différents essais effectués dans le cadre de ce projet ont clairement montrés la difficulté à "mesurer" l'adhésivité entre les granulats minéraux et les liants hydrocarbonés. Les conditions d'essais et les caractéristiques mesurées peuvent fortement varier d'un essai à l'autre.

La mise au point d'un essai novateur, l'essai d'efficacité d'un dope, a pu être effectuée. Cet essai, basé sur un essai développé par le LCPC, présente de part sa simplicité et sa rapidité un moyen intéressant de détection de l'efficacité de dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés.

L'utilisation d'essais mécaniques, qui sont des essais astreignants, ne semble par contre pas être adaptée pour atteindre les objectifs fixés pour cette recherche. Comme déjà mentionné, le manque évident de sensibilité de ce type d'essais est un inconvénient trop important.

Les essais mécaniques ont par contre montré que l'ajout d'un dope d'adhésivité à un liant pour enrobés bitumineux n'a que peu d'influence sur les performances mécaniques du mélange. Dans certains cas, une légère augmentation des performances a pu être notée (essai de sensibilité à l'eau pour certains couples), mais des influences négatives ont également été remarquées (essai Cantabro et micro-Deval modifié).

L'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]) de son côté est largement utilisé en Suisse et présente plusieurs avantages qui le rendent satisfaisant pour la détermination de l'adhésivité d'un couple liant-granat. Par contre, dans le cadre de ce projet, ces résultats n'ont pas pu être confirmés positivement avec les résultats des autres essais. La comparaison avec les résultats de l'essai d'efficacité d'un dope est très délicate. En effet, l'essai de désenrobage mesure l'affinité entre un granulat et un liant dans de l'eau, alors que l'essai d'efficacité d'un dope s'intéresse à l'affinité d'un sable spécifique, présentant des compositions chimiques et pétrographiques différentes que les gravillons, et du liant dans un mélange eau distillée – toluène.

L'essai d'efficacité d'un dope a démontré des résultats prometteurs et sa simplicité, sa rapidité et son coût faible sont des signes très encourageants à une application plus large. La modification et l'amélioration du mode opératoire standard (méthode LCPC) a permis de réaliser des résultats plus tranchants, mais il a également été constaté que ce mode opératoire doit être suivi avec rigueur. Surtout au niveau de la propreté du matériel utilisé et de la phase d'agitation des échantillons, les gestes doivent être précis afin de parvenir à une bonne répétabilité de l'essai.

L'essai d'efficacité d'un dope fonctionne correctement avec les liants testés (dopés ou non), mélangés au sable de Fontainebleau traité aux acides et sous certaines conditions avec les granulats MTA ou Sosa Gera, mais n'a pas donné des résultats concluants avec les autres granulats suisses testés. L'essai est donc limité à relever une efficacité de dopes d'adhésivité dans un liant hydrocarboné, sans en indiquer les phénomènes d'affinité avec les granulats réellement utilisés dans un mélange bitumineux. Au niveau des teneurs en dope, l'essai peut indiquer un surdosage de dope mais aucun lien direct avec le dosage optimal ou minimal pour un granulat réel n'a pu être remarqué. De même, l'essai ne permet pas de détecter la présence d'un dope ayant perdu ses capacités dopantes ou son efficacité dans un liant hydrocarbonés.

Concernant l'histoire thermique, l'essai d'efficacité d'un dope indique une diminution de l'efficacité des dopes d'adhésivité pour des températures et des temps de stockage croissants. Ces résultats, qui ont été validés par les fabricants de dopes, n'ont par contre pas pu être confirmés avec les essais de désenrobage ou les essais mécaniques. En effet, pour ces derniers un changement de l'adhésivité n'a pas pu être prouvé, indiquant même des résultats contradictoires pour certains essais.

En ce qui concerne la méthodologie de récupération du liant d'un enrobé dopé, celle-ci fonctionne correctement pour aboutir à des concentrations liant-solvant souhaitées. Néanmoins, l'utilisation des liants récupérés pour l'essai d'efficacité d'un dope donne des résultats peu concluants. L'explication de ce phénomène se trouve dans les réactions chimiques se produisant lors de la fabrication de l'enrobé. Des recherches supplémentaires sont nécessaires dans ce domaine, afin de pouvoir détecter l'efficacité des dopes d'adhésivité contenu dans des enrobés posés.

L'essai d'efficacité d'un dope représente un moyen rapide et simple pour détecter la présence d'un dope d'adhésivité efficace dans un liant hydrocarboné. Les résultats des différentes séries d'essai effectués selon le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) sont prometteurs. Grâce à cet essai, un contrôle rapide de l'efficacité d'un dope dans un liant peut être effectué, mais l'essai ne donne aucune information sur la nécessité d'un dope pour un couple liant-granulat donné. Afin de déterminer cette nécessité, il est recommandé d'avoir recours à l'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]). L'essai d'efficacité d'un dope pourrait également sans problème être effectué sur chantier lors d'une réception d'un nouveau liant dopé et livrer immédiatement des résultats.

Un résultat positif de l'essai d'efficacité d'un dope est synonyme de présence d'un dope d'adhésivité efficace. Par contre un résultat négatif peut aussi bien signifier qu'il n'y ait pas de dope ou alors qu'il y ait eu un dope mais qui a perdu toute son efficacité.

5 NOUVELLE MÉTHODOLOGIE DE CARACTÉRISATION DE LA PRÉSENCE ET DE L'EFFICACITÉ DES DOPES D'ADHÉSIVITÉ

L'étude sur la présence et l'efficacité des dopes d'adhésivité menée pour le compte de la présente recherche a permis de proposer des prescriptions et recommandations pour une meilleure évaluation des phénomènes d'adhésivité des enrobés bitumineux. D'autre part des recommandations pour une nouvelle méthodologie de caractérisation de la présence et de l'efficacité des dopes sont décrites (Figure 25).

5.1 Considérations lors du choix des matériaux

Avec un choix adapté des matériaux composant l'enrobé bitumineux, il est possible de limiter considérablement les problèmes liés à une faible affinité entre les granulats minéraux et le liant hydrocarboné. Néanmoins, dans certaines conditions le choix des matériaux est dicté par des facteurs externes et il convient dans ce cas de prévoir le comportement de ces matériaux.

5.1.1 Choix des granulats minéraux

Comme déjà mentionné, la nature pétrographique des granulats minéraux correspond souvent au facteur déterminant pour décider de l'adjonction d'un dope d'adhésivité ou non. L'expérience acquise avec les différents granulats Suisses permet souvent de prévoir à l'avance le comportement de ces matériaux. Par exemple, des granulats basiques sont rarement dopés, car ils ont pour la plupart une bonne affinité avec les liants. Par contre, les granulats du type quartz sont presque toujours dopés car l'expérience a montré que ces granulats présentaient une mauvaise affinité avec les liants.

Néanmoins, il existe plusieurs exceptions concernant l'affinité entre les granulats et les liants. Certains types de granulats peuvent avoir une mauvaise affinité, alors qu'ils sont basiques et vice-versa. Donc, il ne devrait pas être acquis que telle ou telle nature pétrographique présente une bonne ou mauvaise affinité. Des essais d'adhésivité devraient être effectués avec tous les types de granulats.

5.1.2 Choix du liant hydrocarboné

Certains types de liants, tels que les liants modifiés aux polymères ou les liants caoutchoucs, sont susceptibles à avoir une meilleure affinité avec tous les types de granulats. Les essais effectués lors de la présente recherche ont montré que les liants modifiés présentent tous une affinité moyenne à excellente avec n'importe quel type de granulats minéraux. Néanmoins, certains cas limites ont également été détectés qui mériteraient d'être contrôlés avant la fabrication de l'enrobé.

Egalement à cause du fait que les liants hydrocarbonés sont des produits en constant développement, il est recommandé d'effectuer des essais d'adhésivité entre le liant et les granulats réellement employés pour la fabrication de l'enrobé à chaque fois qu'il y a changement d'un des composants.

Lorsque les liants hydrocarbonés sont déjà dopés par leurs fabricants, des questions de confiance se posent : Le liant est-il réellement dopé ? Le dope est-il toujours actif ? Etc. Il convient donc d'effectuer des essais de présence et d'efficacité des dopes d'adhésivité. Dans ces cas il est recommandé d'effectuer l'essai de présence et d'efficacité d'un dope, développé dans cette recherche (Chapitre 4.3).

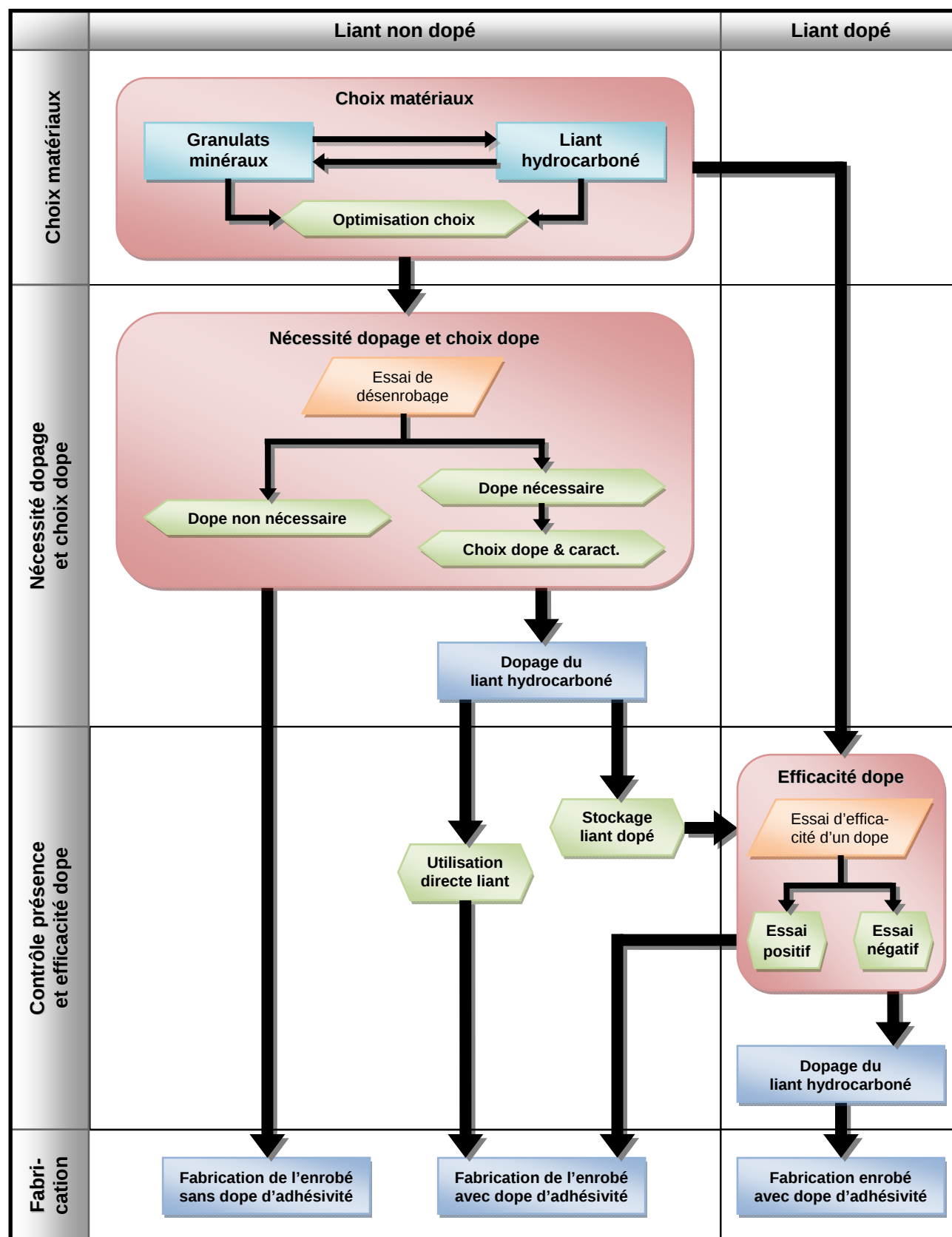


Figure 25 – Méthodologie de caractérisation

5.2 Nécessité de dopage et choix du dope d'adhésivité

Lorsque les matériaux composant l'enrobé bitumineux sont choisis, il convient dans un premier temps de vérifier s'il y a nécessité de doper l'enrobé ou non. Au cas où l'ajout d'un dope d'adhésivité est nécessaire, il convient de choisir le dope d'adhésivité adéquat.

5.2.1 Nécessité de dopage

Afin de juger de la nécessité d'ajouter un dope d'adhésivité, il est recommandé d'effectuer un essai de désenrobage (p.ex. essai de désenrobage Suisse SN 670 460 [70]). Comme mentionné ci-dessus (Chapitre 5.1), il est recommandé d'effectuer un tel essai pour tous les couples granulats-liant réellement employés pour la fabrication de l'enrobé. Il est également recommandé de veiller à ce que la nature pétrographique reste la même pour de grandes quantités d'enrobé fabriqués et que la nature chimique du liant n'ait pas été soumise à des changements.

Si l'essai d'adhésivité ne demande pas l'utilisation d'un dope d'adhésivité, l'enrobé peut être fabriqué tel quel. Si par contre un dope est nécessaire, il convient par la suite de choisir le type de dope, ainsi que les caractéristiques du dopage.

5.2.2 Choix du dope d'adhésivité et des caractéristiques de dopage

Les dopes d'adhésivité étudiés lors de la présente recherche sont très polyvalents et recouvrent un large spectre d'utilisation. Selon les résultats des essais effectués, ils peuvent être utilisés avec toutes les natures pétrographiques et tous les types de liants testés.

Les caractéristiques de dopage à employer sont données par les fabricants des dopes d'adhésivité. Les caractéristiques telles que la teneur en dope, la température de mélange du dope dans le liant hydrocarboné, la chronologie de l'ajout du dope, etc. sont données dans les fiches techniques des dopes d'adhésivité. Lors de la recherche les caractéristiques fournies par les fabricants ont été employées et aucun impact négatif sur l'adhésivité n'a été détecté à cause de ces caractéristiques.

Concernant les teneurs en dope, les essais effectués dans la présente recherche et principalement les résultats de l'essai de désenrobage ont montré qu'un dosage habituel est suffisant pour atteindre une excellente affinité quelque soit le type de granulats ou de liant utilisé.

5.2.3 Dopage du liant hydrocarboné

Une fois le dope d'adhésivité choisie et ses caractéristiques connues, le liant hydrocarboné peut être dopé selon les instructions du fabricant du dope d'adhésivité utilisé.

5.3 Contrôle de la présence et de l'efficacité du dope d'adhésivité

Dans certains cas il est recommandé d'effectuer des contrôles de la présence des dopes d'adhésivité dans le liant hydrocarboné et de juger de son efficacité. Plusieurs cas peuvent se présenter et nécessitent des traitements différents :

5.3.1 Utilisation sans délai du liant hydrocarboné dopé

Lorsque tous les matériaux composant l'enrobé bitumineux ont été définis (granulats minéraux, liant hydrocarboné, dope d'adhésivité) et que le liant a été dopé pour une fabrication sans délai de l'enrobé, aucun contrôle de la présence et de l'efficacité du dope n'est nécessaire. En effet, l'utilisation directe du liant dopé empêche une dégradation du dope d'adhésivité dans le liant comme c'est le cas pour un liant stocké en cuve.

5.3.2 Stockage du liant hydrocarboné dopé

Lorsque le liant hydrocarboné dopé est stocké en cuve pendant plus que 24h, il est recommandé d'effectuer l'essai d'efficacité d'un dope. De cette manière, la présence réelle du dope efficace (dope actif) peut être contrôlée après le stockage.

Il est recommandé d'effectuer le dopage d'un liant juste avant la fabrication d'un enrobé bitumineux. Si un stockage est effectué, celui-ci ne devrait pas excéder une durée de 2 jours et devrait se faire à des températures inférieures à 170°C.

Lorsqu'un liant dopé est employé dont l'histoire thermique n'est pas connue, il est recommandé d'effectuer également l'essai d'efficacité d'un dope avant la fabrication de l'enrobé bitumineux.

5.3.3 Utilisation d'un liant hydrocarboné dopé par le fabricant

Lorsqu'un liant hydrocarboné déjà dopé est employé, il n'est pas nécessaire d'effectuer un essai d'adhésivité. En effet, les résultats des essais effectués lors de la présente recherche ont clairement montrés que l'ajout d'un dope d'adhésivité implique une excellente affinité entre les granulats et le liant. Dans ce cas il est suffisant d'effectuer un essai d'efficacité d'un dope afin d'être persuadé de la présence réelle d'un dope efficace (dope actif) lors de la livraison du liant dopé.

5.3.4 Essai d'efficacité d'un dope

L'essai d'efficacité d'un dope, développé lors de la présente recherche, permet de juger de l'efficacité d'un dope d'adhésivité (dope actif) dans un liant hydrocarboné. Il est recommandé d'effectuer l'essai sur les liants dopés par les fabricants (Chapitre 5.3.3) et sur les liants dopés et stockés en cuve (Chapitre 5.3.2).

Lors d'un résultat positif de l'essai, un dope d'adhésivité actif est présent dans le liant et l'enrobé peut être fabriqué avec le liant. Si le résultat de l'essai est négatif, le dope d'adhésivité a perdu son efficacité ou alors le liant n'a probablement pas été dopé.

Le mode opératoire de l'essai d'efficacité d'un dope est donné en annexe (Annexe 8.1) et doit être suivi avec rigueur.

6 CONCLUSIONS GÉNÉRALES

L'utilisation de dopes d'adhésivité pour améliorer l'affinité granulats-liant est un procédé courant. En effet, la plupart des postes d'enrobage emploient des liants dopés, mais souvent ils ne savent pas quel type de dope est utilisé, ni s'il est adapté par rapport aux granulats utilisés, ni quel est la teneur de celui-ci dans le mélange liant-dope. De même, la vérification de l'efficacité des dopes est un procédé peu habituel. Il manque une méthodologie solide derrière le choix des postes d'enrobage à utiliser un dope d'adhésivité. De nombreuses questions restent également posées en ce qui concerne le rôle et l'évolution liée à l'altération de ces ajouts.

Il n'existe pas actuellement de méthode unanimement reconnue afin de déterminer la présence d'un dope d'adhésivité dans un liant hydrocarboné et d'en apprécier l'efficacité. Les essais utilisés en Suisse dans ce domaine sont peu nombreux et une comparaison directe entre les résultats des différentes méthodes reste délicate. Les différents essais effectués dans le cadre de cette recherche ont clairement montrés la difficulté à "mesurer" l'adhésivité entre les granulats minéraux et les liants hydrocarbonés. Les conditions d'essais et les caractéristiques estimées peuvent fortement varier d'un essai à l'autre.

L'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]) est largement utilisé en Suisse et présente plusieurs avantages qui le rend intéressant pour la détermination de l'affinité d'un couple liant-granat donné. Par contre, dans le cadre de ce projet, ces résultats n'ont pas pu être corrélés avec les résultats des autres essais.

Les essais mécaniques, qui sont des essais contraignants, ont montré que l'ajout d'un dope d'adhésivité à un enrobé bitumineux n'a que peu d'influence sur les performances mécaniques du mélange. Dans certains cas, une légère augmentation de celles-ci a pu être notée (essai de sensibilité à l'eau pour certains couples), mais des influences négatives ont également été remarquées (essai Cantabro et micro-Deval modifié). Il a également été constaté que les essais mécaniques présentent un manque évident de sensibilité.

La mise au point d'un essai novateur, l'essai de d'efficacité d'un dope, a pu être effectuée dans le cadre de cette recherche. Cet essai, basé sur un essai français développé par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), correspond, de part sa simplicité et sa rapidité, à un moyen intéressant de détection de l'efficacité de dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés.

Cet essai permet de mettre en évidence l'aptitude d'un liant à déplacer l'eau de la surface de grains de sable (essai d'adhésivité active). Le déroulement de l'essai est le suivant : 20g de sable de Fontainebleau (sable de silice presque pure, traité aux acides, granulométrie 0.125-0.5mm) sont mélangé avec 25ml d'eau distillée et 5ml d'une solution à 10% de liant et 90% de toluène. Puis le mélange est agité pendant une minute et l'interprétation du résultat indique une réponse négative (pas de dope ou dope inefficace) ou positive (dope efficace). Le mode opératoire adapté ainsi que les caractéristiques du sable de Fontainebleau et du solvant sont données en annexe (Annexe 8.1).

L'essai a démontré des résultats prometteurs et sa simplicité, sa rapidité et son coût faible en font un essai intéressant. La modification et l'amélioration du mode opératoire a permis de réaliser des résultats plus pertinents, pour autant que le mode opératoire soit suivi avec rigueur.

L'essai fonctionne correctement avec les liants testés (dopés ou non), mélangés au sable de Fontainebleau traité aux acides, mais n'a pas donné des résultats concluants lors du remplacement du sable de Fontainebleau par des sables provenant des granulats Suisses sélectionnés. L'essai est donc limité actuellement à relever la présence d'un dope d'adhésivité efficace dans un liant hydrocarboné. Au niveau des teneurs en dope, l'essai peut indiquer un surdosage de dope mais ne donne pas le dosage optimal ou minimal pour un granulat choisi. De même, l'essai ne permet pas de détecter la présence d'un dope ayant perdu ses capacités dopantes ou son efficacité dans un liant hydrocarbonés.

La première étude complémentaire sur l'impact de l'histoire thermique sur l'efficacité des dopes d'adhésivité mélangés dans les liants hydrocarbonés a donné des informations pertinentes. L'essai indique une diminution de l'efficacité des dopes d'adhésivité pour des températures et des temps de stockage croissants. Ces résultats, qui ont été confirmés par les fabricants de dopes, n'ont par contre pas pu être corrélés avec les essais de désenrobage ou les essais mécaniques. En effet, pour ces derniers un changement de l'adhésivité n'a pas pu être prouvé, indiquant même des résultats contradictoires pour certains essais.

La deuxième étude complémentaire sur la mise au point d'une méthodologie de récupération du liant d'un enrobé dopé fonctionne correctement pour aboutir à des concentrations liant-solvant adéquates. Néanmoins, l'utilisation des liants récupérés pour l'essai d'efficacité d'un dope donne des résultats peu concluants. L'explication de ce phénomène se trouve probablement dans les réactions chimiques se produisant lors de la fabrication de l'enrobé.

L'essai d'efficacité d'un dope représente un moyen rapide et simple pour détecter la présence d'un dope d'adhésivité efficace dans un liant hydrocarboné. Les résultats des différentes séries d'essai effectués selon le mode opératoire adapté (Annexe 8.1) sont prometteurs. Grâce à cet essai, un contrôle rapide de l'efficacité d'un dope dans un liant peut être effectué, mais l'essai ne donne aucune information sur la nécessité d'un dope pour un couple liant-granulat donné. Afin de déterminer cette nécessité, il est recommandé d'avoir recours à l'essai de désenrobage (SN 670 460 [70]). L'essai d'efficacité d'un dope pourrait également sans problème être effectué sur chantier lors d'une réception d'un nouveau liant hydrocarboné dopé et livrer immédiatement des résultats.

L'essai d'efficacité d'un dope fonctionne correctement avec les paramètres testés lors de la recherche. Afin de valider l'essai, il serait néanmoins nécessaire d'effectuer certaines recherches approfondies (voir propositions pour des recherches ultérieures Chapitre 6.3).

6.1 Propositions pratiques

L'étude sur la présence et l'efficacité des dopes d'adhésivité menée pour le compte de la présente recherche a permis de proposer des prescriptions et recommandations pour une meilleure évaluation des phénomènes d'adhésivité des enrobés bitumineux. Les recommandations suivantes peuvent être exprimées :

- Le choix des matériaux granulaires composant l'enrobé bitumineux est dicté. La nature pétrographique des granulats correspond au facteur souvent déterminant pour décider de l'adjonction d'un dope d'adhésivité ou non, suivi du type de liant.
- Il ne devrait pas être acquis que tel ou tel type de granulats minéraux ou de liants hydrocarbonés présente une bonne ou mauvaise affinité. Des essais d'adhésivité doivent être effectués avec tous les matériaux employés et il est recommandé d'effectuer des essais d'adhésivité à chaque fois qu'il y a changement d'un des composants.

- Lorsque les matériaux composant l'enrobé bitumineux sont choisis, il convient dans un premier temps de juger de la nécessité d'ajouter un dope d'adhésivité ou non. Pour ceci, il est recommandé d'effectuer un essai de désenrobage (p.ex. essai de désenrobage Suisse SN 670 460 [70]). Si l'essai de d'adhésivité ne demande pas l'utilisation d'un dope d'adhésivité, l'enrobé peut être fabriqué tel quel. Si par contre un dope est nécessaire, il convient de choisir le type de dope adéquat, ainsi que les caractéristiques de dopage correspondantes.
- Les dopes d'adhésivité étudiés lors de la présente recherche sont très polyvalents et recouvrent un large spectre d'utilisation. Selon les résultats des essais effectués, ils peuvent être utilisés avec toutes les natures pétrographiques et tous les types de liants testés. Les caractéristiques de dopage (teneur en dope, température de mélange du dope dans le liant, chronologie de l'ajout du dope, etc.) données par les fabricants des dopes d'adhésivité peuvent être employées. Les résultats de l'essai de désenrobage ont montré qu'un dosage habituel est suffisant pour atteindre une excellente affinité quelque soit le type de granulats ou de liant utilisé.
- Lorsque le liant hydrocarboné dopé est stocké en cuve pendant plus que 24h, il est recommandé d'effectuer l'essai d'efficacité d'un dope avant la fabrication de l'enrobé. De cette manière, la présence réelle d'un dope efficace (dope actif) peut être contrôlée après le stockage.
- Lorsque le liant a été dopé pour une fabrication sans délai de l'enrobé, aucun contrôle de l'efficacité du dope n'est nécessaire. Il est recommandé d'effectuer le dopage d'un liant juste avant la fabrication de l'enrobé bitumineux. Si un stockage est effectué, celui-ci ne devrait pas excéder une durée de 2 jours et devrait se faire à des températures inférieures à 170°C.
- Lorsqu'un liant dopé est employé dont l'histoire thermique n'est pas connue, il est recommandé d'effectuer l'essai d'efficacité d'un dope avant la fabrication de l'enrobé.
- Lorsqu'un liant déjà dopé par son fabricant est employé, il n'est en principe pas nécessaire d'effectuer un essai d'adhésivité. En effet, les résultats des essais effectués lors de la présente recherche ont clairement montrés que l'ajout d'un dope d'adhésivité implique une excellente affinité entre les granulats et le liant. Dans ce cas il est suffisant d'effectuer l'essai d'efficacité d'un dope afin d'être persuadé de la présence réelle d'un dope efficace (dope actif) lors de la livraison du liant dopé.
- Lors d'un résultat positif de l'essai, un dope d'adhésivité actif est présent dans le liant et l'enrobé peut être fabriqué avec le liant. Si le résultat de l'essai est négatif, le dope d'adhésivité a perdu son efficacité ou alors le liant n'a probablement pas été dopé.

6.2 Propositions pour l'adaptation des normes

Les normes suisses ne donnent pas de prescriptions spécifiques concernant l'utilisation des dopes d'adhésivité et des essais permettant de détecter leur présence et leur efficacité. L'essai d'efficacité d'un dope pourrait être inclus dans les normes suisses.

Les recommandations et propositions sur la nouvelle méthodologie de caractérisation de la présence et de l'efficacité des dopes pourraient mener à une méthodologie globale pour l'évaluation des phénomènes d'adhésivité des enrobés bitumineux.

6.3 Propositions pour des recherches ultérieures

Plusieurs propositions pour des recherches ultérieures dans le domaine étudié peuvent être exprimées. Les propositions qui mériteraient des analyses complémentaires sont les suivantes :

- Approfondissement de l'étude sur le nouvel essai : Elargissement du champ d'étude avec prise en compte de plus de types de dopes d'adhésivité (autres familles chimiques de dope), étude paramétrique poussée avec les sables suisses testés positivement, recherche des dosages optimaux et/ou minimaux en dope d'adhésivité, etc.
- Automatisation du procédé : Automatisation du déroulement de l'essai d'efficacité d'un dope.
- Histoire thermique : Approfondissement de l'étude sur l'impact de l'histoire thermique sur l'efficacité des dopes, détection des conditions extrêmes à respecter (température maximale et temps maximal de stockage), etc.
- Nouvelle méthode de détection de l'efficacité des dopes dans les enrobés bitumineux : Mise au point d'un procédé permettant de détecter directement la présence d'un dope d'adhésivité (actif ou non) dans un enrobé bitumineux, continuation de l'étude sur la récupération du liant d'un enrobé dopé, etc.

D'autres domaines d'étude non abordés dans la recherche nécessiteraient également d'être traités. L'on peut mentionner l'impact d'un deuxième dopage sur les phénomènes d'adhésivité, l'analyse de l'impact d'une utilisation de matériaux recyclés pour la fabrication des enrobés sur les phénomènes d'adhésivité, etc.

7 BIBLIOGRAPHIE

7.1 Littérature

7.1.1 Livres et périodiques

- [1] AJOUR M., *"Le problème de l'adhésivité liants hydrocarbonés – granulats"*, Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de recherches sur les Matériaux et les constructions (RILEM), Cahier 17 BM/n°3, 1979.
- [2] ASCHENBRENER T.B., MCGENNIS R.B., *"Investigation of AASHTO T283 to predict the stripping performance of pavements in Colorado"*, Transportation Research Record (TRR) n°1469, p.26-33, 1994.
- [3] ASCHENBRENER T.B., *"Evaluation of Hamburg Wheel-Tracking Device to predict moisture damage in hot-mix asphalt"*, Transportation Research Record (TRR) n°1492, p.193-201, 1995.
- [4] BAGAMPADDE U., ISACSSON U., KIGGUNDU B.M., *"Influence of aggregate chemical and mineralogical composition on stripping in bituminous mixtures"*, International Journal of Pavement Engineering Vol.6 n°4, p.229-239, 2005.
- [5] BAHIA H., HANZ A., KANITPONG K., WEN H., *"Test method to determine aggregate/asphalt adhesion properties and potential moisture damage"*, Wisconsin Department of Transportation, 2007.
- [6] BHASIN A., LITTLE D., *"Characterizing surface properties of aggregates used in hot-mix asphalt"*, International Center for Aggregates Research (ICAR), 2006.
- [7] BHASIN A., MASAD E., LITTLE D., LYTTON R., *"Limits on adhesive bond energy for improved resistance of hot-mix asphalt to moisture damage"*, Transportation Research Record (TRR) n°1970, p.3-13, 2006.
- [8] BIRGISSON B., ROQUE R., PAGE G.C., *"Ultrasonic Pulse Wave Velocity Test for monitoring changes in hot-mix asphalt mixture integrity from exposure to moisture"*, Transportation Research Record (TRR) n°1832, p.173-181, 2003.
- [9] BIRGISSON B., ROQUE R., TIA M., MASAD E., *"Development and evaluation of test methods to evaluate water damage and effectiveness of antistripping agents"*, Florida Department of Transportation, 2005.
- [10] CHENG D.X., LITTLE D.N., LYTTON R.L., HOLSTE J.C., *"Moisture damage evaluation of asphalt mixtures by considering both moisture diffusion and repeated-load conditions"*, Transportation Research Record (TRR) n°1832, p.43-49, 2003.
- [11] COLAS, *"Dictionnaire bilingue COLAS – Français/Anglais"*, 1997.
- [12] CORTE J.-F., DI BENEDETTO H., DUMONT A.-G. et al., *"Matériaux routiers bitumineux 1 – Description et propriétés des constituants"*, Lavoisier, 2005.
- [13] CURTIS C.W., ENSLEY K., EPPS J., *"Fundamental properties of asphalt-aggregate interactions including adhesion and absorption"*, Strategic Highway Research Program (SHRP) report n°A-341, 1993.
- [14] DE LA ROCHE Ch., HAMMOUM F., PIAU J.-M., STEFANI Ch., *"Comportement du bitume en film mince au pseudo-contact entre deux granulats"*, Bulletin LCPC n°242, p.3-14, janvier-février 2003.
- [15] FWA T.F., OH C.B., *"Effect of moisture content on measured properties of asphalt mixtures"*, Transportation Research Record (TRR) n°1492, p.61-70, 1995.

-
- [16] GUBLER R., *"Analytischer Nachweis von Haftmittelzusätzen in Bitumen – Détection analytique de dopes d'adhésivité dans les bitumes"*, Office Fédéral des Routes (OFROU), Rapport de recherche 042, 1981.
- [17] HEFER A., LITTLE D., *"Adhesion in bitumen-aggregate systems and quantification of the effects of water on the adhesive bond"*, International Center for Aggregates Research (ICAR), 2005.
- [18] ISHAI I., NESICHI S., *"Laboratory evaluation of moisture damage to bituminous paving mixtures by long-term hot immersion"*, Transportation Research Record (TRR) n°1171, p.12-17, 1988.
- [19] JUNKER J.P., *"Haftfestigkeit bituminöser Bindemittel am Gestein – Adhésivité des liants hydrocarbonés aux granulats"*, Office Fédéral des Routes (OFROU), Rapport de recherche 023, 1981.
- [20] KANDHAL P.S., *"Field and laboratory investigation of stripping in asphalt pavements: State of the art report"*, Transportation Research Record (TRR) n°1454, p.36-47, 1994.
- [21] KANITPONG K., BAHIA H., *"Relating adhesion and cohesion of asphalts to the effect of moisture on laboratory performance of asphalt mixtures"*, Transportation Research Record (TRR) n°1901, p.33-43, 2005.
- [22] KENNEDY T.W., ROBERTS F.L., LEE K.W., *"Evaluation of moisture effects on asphalt concrete mixtures"*, Transportation Research Record (TRR) n°911, p.134-143, 1983.
- [23] KENNEDY T.W., ROBERTS F.L., LEE K.W., *"Evaluating moisture susceptibility of asphalt mixtures using the Texas Boiling Test"*, Transportation Research Record (TRR) n°968, p.45-54, 1984.
- [24] KIGGUNDU B.M., ROBERTS F.L., *"Stripping in HMA mixtures: State-of-the-art and critical review of test methods"*, National Center for Asphalt Technology (NCAT) report n°88-2, 1988.
- [25] KIM Y.R., LUTIF J.S., *"Material selection and design consideration for moisture damage of asphalt pavement"*, Nebraska Department of Roads, 2006.
- [26] LOTTMAN R.P., *"Laboratory test method for predicting moisture-induced damage to asphalt concrete"*, Transportation Research Record (TRR) n°843, p.88-95, 1982.
- [27] LOTTMAN R.P., *"Predicting moisture-induced damage to asphaltic concrete"*, National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) report n°192, 1978.
- [28] LOTTMAN R.P., *"Predicting moisture-induced damage to asphaltic concrete: Field evaluation"*, National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) report n°246, 1982.
- [29] LU Q., HARVEY J.T., *"Long-term effectiveness of antistripping additives"*, Transportation Research Record (TRR) n°1970, p.14-24, 2006.
- [30] McCANN M., SEBAALY P.E., *"Evaluation of moisture sensitivity and performance of lime in hot-mix asphalt"*, Transportation Research Record (TRR) n°1832, p.9-16, 2003.
- [31] PARKER JR. F., GHARAYBEH F.A., *"Evaluation of tests to assess stripping potential of asphalt concrete mixtures"*, Transportation Research Record (TRR) n°1171, p.18-26, 1988.
- [32] REHMANN G., GUBLER R., *"Haftvermögen bituminöser Bindemittel an Mineralstoffen – Adhésivité des liants bitumineux aux granulats minéraux"*, Office Fédéral des Routes (OFROU), Rapport de recherche 347, 1995.
- [33] ROETHLISBERGER F., GUBLER R., CUENOUD J.L., CHASTAN L., ADATTE T., HAMMERSCHLAG J.G., *"Filler – Influence des phyllosilicates pour l'utilisation dans la construction routière"*, Office Fédéral des Routes (OFROU), Rapport de recherche 1224, 2008.
- [34] SHATNAWI S., NAGARAJAIAH M., HARVEY J., *"Moisture sensitivity evaluation of binder-aggregate mixtures"*, Transportation Research Record (TRR) n°1492, p.71-84, 1995.
- [35] SOLAIMANIAN M., BONAQUIST R.F., TANDON V., *"Improved conditioning and testing procedures for HMA moisture susceptibility"*, National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) report n°589, 2007.
-

- [36] TARRER A.R., WAGH V., *"The effect of the physical and chemical characteristics of the aggregate on bonding"*, Strategic Highway Research Program (SHRP) report n°A/UIR-91-507, 1991.
- [37] TAYLOR M.A., KHOSLA N.P., *"Stripping of asphalt pavements: State of the art"*, Transportation Research Record (TRR) n°911, p.150-158, 1983.
- [38] TERREL R.L., AL-SWAILMI S., *"Water sensitivity of asphalt-aggregate mixes: Test selection"*, Strategic Highway Research Program (SHRP) report n°A-403, 1994.
- [39] TUNNICLIFF D.G., ROOT R.E., *"Use of antistripping additives in asphaltic concrete mixtures: Laboratory phase"*, National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) report n°274, 1984.
- [40] TUNNICLIFF D.G., ROOT R.E., *"Use of antistripping additives in asphaltic concrete mixtures: Field evaluation"*, National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) report n°373, 1995.
- [41] WASIUDDIN N.M., FOGLE C.M., ZAMAN M.M., O'REAR E.A., *"Characterization of thermal degradation of liquid amine anti-strip additives in asphalt binders due to RTFO and PAV-aging"*, ASTM Journal of Testing and Evaluation vol.35 n°4, p.387-394, 2007.
- [42] YOON H.H., TARRER A.R., *"Effect of aggregate properties on stripping"*, Transportation Research Record (TRR) n°1171, p.37-43, 1988.
- [45] LITTLE D.N., JONES D.R., *"Chemical and Mechanical Processes of Moisture Damage in Hot-Mix Asphalt Pavements"*, Transportation Research Board Seminar "Moisture sensitivity of asphalt pavements", San Diego, California, 4-6 Février 2003.
- [46] HUANG S.-C., TURNER T.F., THOMAS K.P., *"The influence of moisture on the aging characteristics of bitumen"*, 4^{ème} Congrès International Eurasphalt & Eurobitume, Copenhague, 21 – 23 mai 2008.
- [47] SOLAIMANIAN M., HARVEY J., TAHMORESSI M., TANDON V., *"Test methods to predict moisture sensitivity of hot-mix asphalts pavements"*, Transportation Research Board Seminar "Moisture sensitivity of asphalt pavements", San Diego, California, 4-6 Février 2003.
- [48] WASIUDDIN N.M., HOWELL D.C., FOGLE C.M., ZAMAN M.M., O'REAR E.A., *"Acid-base characteristics of an asphalt binder with and without anti-strip additives"*, Airfield and Highway Pavement Specialty Conference, Atlanta, Georgia, 30 avril – 3 mai 2006.
- [49] ZOLOTAREV V.A., KUDRYAVTSEVA S.V., YEFREMOV S.V., *"Influence of joint introduction of polymers and adhesive agents on bitumens properties"*, 4^{ème} Congrès International Eurasphalt & Eurobitume, Copenhague, 21 – 23 mai 2008.

7.2 Normes

7.2.1 Normes générales EN & SN

- [43] BHASIN A., LITTLE D., BOMMAVARAM R., VASCONCELOS K., *"A framework to quantify the effect of healing in bituminous materials using material properties"*, Conference of the European Asphalt Technology Association (EATA), Road Materials and Pavement Design Volume 9 – Special Issue/2008 (p.219-242), Lyon, 14-15 Avril 2008.
- [44] EPPS J., BERGER E., ANAGNOS J.N., *"Treatments"*, Transportation Research Board Seminar "Moisture sensitivity of asphalt pavements", San Diego, California, 4-6 Février 2003.
- [50] EN 12591 (1999), *"Bitume et liants bitumineux - Spécifications des bitumes routiers"*, SN 670 150-1 : Avant-propos national.
- [51] EN 13108-1 (2008), *"Mélanges bitumineux - Spécifications des matériaux - Partie 1 : Enrobés bitumineux"*, SN 640 431-1aNA : Annexe nationale.
- [52] EN 13108-2 à 8 (2002, 2006, 2006, 2000, 2000, 2001, 2004), *"Enrobés bitumineux - Spécifications des matériaux - Parties 2 à 8"*, SN 640431-2NA, SN 640431-5NA, SN 640441-NA, SN 640431-7NA, SN 640431-8NA : Annexes nationales.

-
- [53] EN 13108-20 (2006), "*Mélanges bitumineux - Spécifications des matériaux - Partie 20 : Epreuve-type de formulation*", SN 640 431-20 : Avant-propos national, SN 640 431-20NA : Annexe nationale.
- [54] EN 14023 (2005), "*Bitumes et liants bitumineux - Cadre de spécifications des bitumes modifiés par des polymères*", SN 670 210a : Avant-propos national, SN 670 210a-NA : Annexe nationale.
- [55] SN 670 061 (2008), "*Bitumes et liants bitumineux - Norme de base*".
- 7.2.2 Normes essais EN & SN**
- [56] EN 933-1 (1997/A1:2005), "*Essais pour déterminer les propriétés géométriques des granulats - Partie 1 : Détermination de la granularité - Analyse granulométrique par tamisage*", SN 670 902-1b : Avant-propos national.
- [57] EN 1097-1 (1996/A1:2003), "*Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 1 : Détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval)*", SN 670 903-1a : Avant-propos national.
- [58] EN 1426 (2007), "*Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille*", SN 670 511 : Avant-propos national.
- [59] EN 1427 (2007), "*Bitumes et liants bitumineux - Détermination du point de ramollissement - Méthode Bille et Anneau*", SN 670 512 : Avant-propos national.
- [60] EN 12272-3 (2003), "*Enduits superficiels - Méthode d'essai - Partie 3 : Détermination de l'adhésivité liants-granulats par l'essai à la plaque Vialit*", SN 670 472-3 : Avant-propos national.
- [61] EN 12607-1 (2007), "*Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 1 : Méthode RTFOT*", SN 670 516a : Avant-propos national.
- [62] EN 12607-2 (2007), "*Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 2 : Méthode TFOT*", SN 670 517 : Avant-propos national.
- [63] EN 12607-3 (2007), "*Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 3 : Méthode RFT*", SN 670 518 : Avant-propos national.
- [64] EN 12697-11 (2005/AC:2007), "*Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 11 : Détermination de l'affinité granulats-bitume*", SN 670 411a : Avant-propos national, remplacera la norme SN 670 460 [70] à partir du 1^{er} février 2010.
- [65] EN 12697-12 (2003), "*Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 12 : Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses*", SN 670 412 : Avant-propos national, SN 670 412-NA : Annexe nationale.
- [66] EN 12697-17 (2004), "*Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 17 : Perte de matériau des éprouvettes d'enrobé drainant*", SN 670 457 : Avant-propos national.
- [67] EN 12697-23 (2003), "*Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour enrobés à chaud - Partie 23 : Détermination de la résistance à la traction indirecte des éprouvettes bitumineuses*", SN 670 423 : Avant-propos national.
- [68] EN 13702-1, "*Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la viscosité dynamique des bitumes modifiés - Partie 1 : Méthode cône et plateau*", SN 670 551-1 : Avant-propos national.
- [69] EN 17892-1 (2004/AC:2005), "*Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 1 : Détermination de la teneur en eau*", SN 670 340-1 : Avant-propos national.
- [70] SN 670 460, "*Enrobés bitumineux - Prescriptions d'essai - Adhésivité des liants bitumineux aux granulats minéraux*", ancienne numérotation avec même contenu : SN 671 960, sera remplacée à partir du 1^{er} février 2010 par la norme EN 12697-11 [64].
- [71] SN 671 722, "*Liants bitumineux - Viscosité dynamique*", valeurs indicatives, la norme ne s'appliquant pas pour l'établissement de la conformité des bitumes routiers selon EN 12591 [50].

8 ANNEXES

8.1 Essai d'efficacité d'un dope – Mode opératoire adapté

8.1.1 Objectif

L'essai a pour but de vérifier la présence d'un dope d'adhésivité efficace dans un liant bitumineux.

8.1.2 Principe

L'essai consiste à mettre en évidence l'aptitude d'un liant bitumineux dilué par du toluène à déplacer l'eau déminéralisée de la surface de grains de sable. Il s'agit donc d'un essai d'adhésivité active.

8.1.3 Matériel et produits consommables

Le matériel et les produits nécessaires pour le déroulement de l'essai sont les suivants :

- Liant bitumineux à tester
- Dope d'adhésivité à tester
- Toluène de qualité technique
- Eau déminéralisée
- Sable de Fontainebleau traité aux acides
- Erlenmeyer
- Récipient
- Eprouvette (50ml) & bouchon
- Pipette pasteur
- Baguette de verre

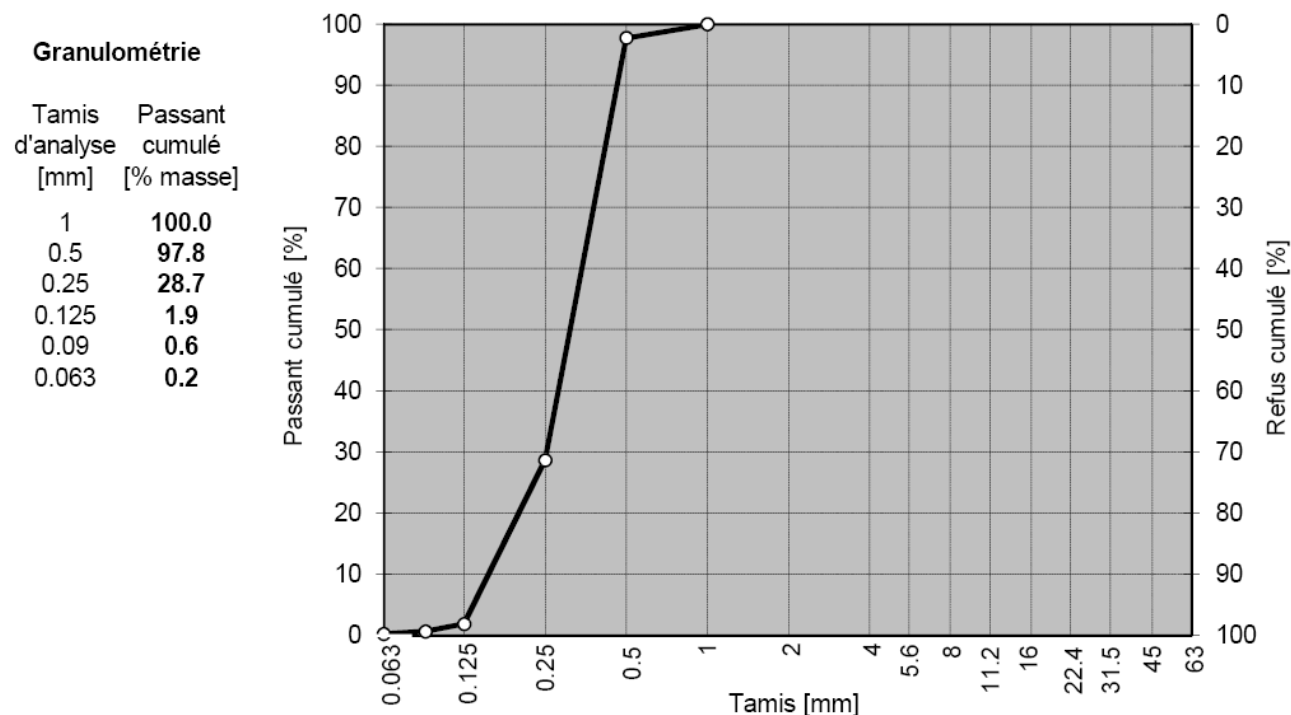


Figure 26 – Courbe granulométrique du sable de Fontainebleau

8.1.4 Fiche technique du sable de Fontainebleau traité aux acides

STANDARD CERTIFICATE OF ANALYSIS

Product : SAND FONTAINEBLEAU RPE
For food analysis

C.E.R. code : 502062
Expiry date : 6 Years

PARAMETER	LIMITS	
	min.	max.
Density at 20°C	2	3
Granulometry (um)	180	500

1. Identification de la substance/préparation et de la société/compagnie**1.1 Identification de la substance ou de la préparation**

Dénomination: Sable de Mer lavé.

1.2 Utilisation de la substance/préparation

Pour usages de laboratoire, analyse, recherche et chimie fine.

1.3 Identification de la société ou compagnie

ERBA REACTIFS S.A

Chaussée du Vexin

Parc d'affaires des portes - BP 616

27106 VAL DE REUIL CEDEX

Téléphone: + 02 32 09 20 00

Télécopie: + 02 32 09 20 20

Contact: Numéro d'appel d'urgence ORFILA : 01 45 42 59 59

2. Composition/Information des composants

Dénomination: Sable de Mer lavé

Formule: O₂Si M.=60,09

3. Identification des dangers

Substance sans danger conformément à la Directive 67/548/CEE.

4. Premiers soins 4.1 Indications générales ----- 4.2 Inhalation ----- 4.3 Contact avec la peau ----- 4.4 Yeux Laver à grande eau en gardant les paupières soulevées. 4.5 Ingestion -----
5. Mesures de lutte contre les incendies 5.1 Moyens d'extinction appropriés ----- 5.2 Moyens d'extinction qui NE doivent PAS être utilisés ----- 5.3 Risques particuliers Incombustible. 5.4 Equipements de protection -----
6. Mesures à prendre en cas de déversement accidentel 6.1 Précautions individuelles ----- 6.2 Précautions pour la protection de l'environnement ----- 6.3 Méthodes de ramassage/nettoyage Ramasser à sec et déposer dans des conteneurs pour résidus, pour leur élimination postérieure, conformément à la législation en vigueur.
7. Manipulation et stockage 7.1 Manipulation Sans indications particulières. 7.2 Stockage Récipients bien fermés. Ambiance sèche.
8. Contrôles d'exposition/protection personnelle 8.1 Mesures techniques de protection ----- 8.2 Contrôle limite d'exposition ----- 8.3 Protection respiratoire ----- 8.4 Protection des mains ----- 8.5 Protection des yeux ----- 8.6 Mesures d'hygiène particulières ----- 8.7 Contrôle d'exposition lié à la protection de l'environnement Remplir les engagements au titre de la législation locale relative à la protection de l'environnement. Le fournisseur de l'équipement de protection doit spécifier le type de protection à porter lors de la manipulation de la substance ou de la préparation, y compris: le type de matière et le délai de rupture de la matière constitutive du équipement, compte tenu du niveau et de la durée du contact.

9. Propriétés physiques et chimiques 9.1 Aspect Solide gris. 9.2 Odeur Inodore. pH:5-8(150g/l) Solubilité: insoluble dans l'eau.	
10. Stabilité et réactivité 10.1 Conditions devant être évitées ----- 10.2 Matières devant être évitées ----- 10.3 Produits de décomposition dangereux ----- 10.4 Information complémentaire -----	
11. Information toxicologique 11.1 Toxicité aiguë ----- 11.2 Effets dangereux pour la santé Des caractéristiques dangereuses ne sont pas à craindre. Observer les précautions habituelles lors de la manipulation de produits chimiques.	
12. Information Ecologique 12.1 Mobilité ----- 12.2 Ecotoxicité Test EC ₅₀ (mg/l): ----- Milieu récepteur: Risque pour le milieu aquatique = ----- Risque pour le milieu terrestre = ----- Observations: ----- 12.3 Dégradabilité Test:----- Classification sur dégradation biotique: DBO ₅ /DCO Biodégradabilité = ----- Dégradation abiotique selon pH: ----- Observations: ----- 12.4 Accumulation Test: ----- Bioaccumulation: Risque = ----- Observations: ----- 12.5 Autres effets possibles sur l'environnement Si les conditions adéquates de manipulation sont respectées, aucun problème écologique n'est à craindre.	

13. Considérations sur l'élimination 13.1 Substance ou préparation Dans l'Union Européenne, des normes homogènes pour l'élimination des résidus chimiques ne sont pas établies; ceux-ci ont le caractère de résidus spéciaux, et leurs traitement et élimination sont soumis aux législations internes de chaque pays. Il faudra donc, selon le cas, contacter l'autorité compétente, ou bien les entreprises légalement autorisées pour éliminer des résidus. 2001/573/CE: Décision du Conseil du 23 juillet 2001 modifiant la décision 2000/532/CE de la Commission en ce qui concerne la liste de déchets. Directive 91/156/CEE du Conseil du 18 mars 1991 modifiant la directive 75/442/CEE relative aux déchets. 13.2 Conditionnements contaminés Les conditionnements et emballages contaminés des substances ou préparations dangereuses recevront le même traitement que les propres produits qu'ils contiennent. Directive 94/62/CE du Parlement européen et du Conseil, du 20 décembre 1994, relative aux emballages et aux déchets d'emballages.
14. Information relative au transport -----
15. Information réglementaire Etiquetage selon Directive de la CE -----
16. Autres informations Numéro et date de la révision: 0 05.04.02 Les données consignées dans la présente Fiche de Données de Sécurité sont basées sur nos connaissances actuelles, leur unique objet étant d'informer sur les aspects de sécurité, elles ne garantissent pas les propriétés et caractéristiques y mentionnées.

8.1.5 Fiche technique du toluène



FICHE TOXICOLOGIQUE N° 74

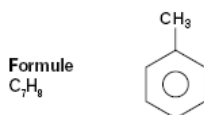
FT 74

1/8

FT n° 74 - Édition 2004

Toluène

Fiche établie par les services techniques et médicaux de l'INRS
(N. Bonnard, M.T. Brondeau, D. Lafon, J.C. Protois, O. Schneider)



Numéro CAS
N° 108-88-3

Numéro CE (EINECS)
N° 203-625-9

Numéro INDEX
N° 601-021-00-3

Synonyme
Méthylbenzène

Caractéristiques

Utilisations [1, 2, 6]

- Intermédiaire de synthèse la fabrication de nombreux produits : benzène et xylènes, phénol, nitrotoluène, diisocyanate de toluylène (TDI), chlorure de benzyle, benzaldéhyde, acide p-toluènesulfonique, vinyltoluène, etc.
- Solvant pour peintures, vernis, encres d'imprimerie, colles, cires (etc.) ; solvant d'extraction dans l'industrie cosmétique, l'industrie pharmaceutique.

Par ailleurs, le toluène est utilisé, non isolé, en mélange avec le benzène et les xylènes, comme additif de carburants pour en améliorer l'indice d'octane. Il est présent dans certains produits pétroliers.

Température d'auto-inflammation : 535 °C
(données variables dans la littérature : la valeur la plus basse est de 480 °C)
Coefficient de partage (octanol/eau) :
 $\log Pow = 2,65$

Limites d'explosivité dans l'air (% en volume) :
Limite inférieure : 1,2
Limite supérieure : 7,1

À 20 °C et 101,3 kPa, 1 ppm = 3,83 mg/m³

Propriétés chimiques [1, 2, 6]

Le toluène est un produit stable dans les conditions normales d'utilisation.

Il réagit avec de nombreux composés organiques. Les réactions peuvent être violentes avec des produits tels que l'acide nitrique concentré, le dichlorure de soufre, le trifluorure de brome, des mélanges acide nitrique/acide sulfurique. Le toluène peut former des mélanges explosifs avec le tétranitrométhane.

Il peut réagir vivement avec les oxydants forts (risque d'incendie et d'explosion).

Il ne corrode pas les métaux usuels. Par contre, certaines matières plastiques subissent des dégradations au contact du toluène : caoutchouc naturel, caoutchouc nitrile, polychloroprène, polyéthylène, PVC notamment, mais pas les polymères fluorés.

Propriétés physiques [1, 2, 6, 8]

Le toluène est un liquide incolore, mobile, d'odeur aromatique.

Il est pratiquement insoluble dans l'eau (0,535 g/l à 25 °C), miscible à de nombreux solvants organiques (acétone, oxyde de diéthyle, chloroforme, éthanol...), soluble dans l'acide acétique glacial.

C'est un excellent solvant pour un grand nombre de substances naturelles ou de synthèse (huiles, graisses, résines...).

Ses principales caractéristiques physiques sont les suivantes :

Masse molaire : 92,14
Point de fusion : - 95 °C
Point d'ébullition : 110,6 °C
à la pression atmosphérique
Densité (D_4^{20}) : 0,867
Densité de vapeur (air = 1) : 3,14
Tensions de vapeur : 3 kPa à 20 °C
3,8 kPa à 25 °C
Point d'éclair (en coupelle fermée) : 4 °C

	
F - Facilement inflammable	Xn - Nocif
TOLUÈNE	
R 11	- Facilement inflammable.
R 20	- Nocif par inhalation.
S 16	- Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles - Ne pas fumer.
S 25	- Éviter le contact avec les yeux.
S 29	- Ne pas rejeter les résidus à l'égout.
S 33	- Éviter l'accumulation de charges électrostatiques.
203-625-9 - Étiquetage CE.	

Cette étiquette est en cours de modification (voir chapitre « Réglementation »).

Récipients de stockage

Le stockage du toluène s'effectue généralement dans des récipients métalliques.

Le verre est également utilisé pour de petites quantités ; les bonbonnes seront protégées par une enveloppe métallique plus résistante, convenablement ajustée.

Les emballages en matière plastique (à l'exception des polymères fluorés) sont déconseillés.

8.1.6 Appareillage

L'appareillage nécessaire au déroulement de l'essai est le suivant :

- Balance (précision à 0.01g)
- Etuve thermo-ventilée
- Agitateur magnétique & aimant
- Plaque thermo-régulée

8.1.7 Sécurité

Les dispositifs de sécurité nécessaires au déroulement de l'essai sont les suivants :

- Lunettes
- Gants
- Blouse

8.1.8 Mode opératoire

Etape 1 : Préparation d'un liant dopé (ajout du dope d'adhésivité)

La première étape consiste à préparer le mélange liant-dope d'adhésivité :

- Chauffer le liant pendant 1 heure à sa température d'équiviscosité,
- Tarer un récipient vide dans lequel sera placé le liant et le dope,
- Ajouter environ 50g de liant,
- Calculer précisément la masse de dope nécessaire (selon le dosage souhaité),
- Ajouter la quantité de dope dans le récipient contenant le liant,
- Homogénéiser le mélange liant-dope au moyen d'une baguette de verre.

Etape 2 : Calcul pour détermination des composants de la solution liant-toluène

La deuxième étape consiste à déterminer les composants de la solution liant-toluène :

- Calculer le volume total d'une solution liant-toluène :

$$V_{sol} = (n \cdot 5) + \left(\frac{n \cdot 5}{3} \right)$$

- avec : – V_{sol} = Volume total de la solution liant-toluène nécessaire [ml]
– n = Nombre d'essais à effectuer avec la même solution [-]

Remarque : Prévoir un tiers du volume nécessaire à l'essai en plus (réserve pour répétition possible). Arrondir la valeur au 5ml supérieur.

- Prendre 9 parts du volume total de la solution et multiplier cette valeur par la masse volumique du toluène afin d'obtenir la masse de toluène :

$$m_{tol} = \frac{V_{sol} \cdot 90}{100} \cdot \rho_{tol}$$

- avec : – m_{tol} = Masse de toluène nécessaire à la fabrication de la solution liant-toluène [g]
– ρ_{tol} = Masse volumique du toluène [g/ml]

- Prendre 1 part du volume total de la solution et multiplier cette valeur par la masse volumique du liant afin d'obtenir la masse de liant :

$$m_{liant} = \frac{V_{sol} \cdot 10}{100} \cdot \rho_{liant}$$

- avec : – m_{liant} = Masse du liant nécessaire à la fabrication de la solution liant-toluène [g]
– ρ_{liant} = Masse volumique du liant [g/ml]

Etape 3 : Préparation d'une solution liant-toluène

La troisième étape consiste à préparer la solution liant-toluène :

- Réchauffer le liant dopé de manière à obtenir une viscosité permettant le prélèvement,
- Dans un Erlenmeyer, ajouter la masse du liant préalablement calculée (m_{liant}) ainsi que la masse de toluène préalablement calculée (m_{tol}),
- Bien homogénéiser la solution à l'aide d'un agitateur magnétique et d'un aimant dont la plaque est chauffée et maintenue à une température de $85 \pm 5^\circ\text{C}$.

Etape 4 : Déroulement de l'essai

La quatrième étape consiste à effectuer l'essai (pour chaque bitume dopé à tester, faire aussi un contrôle avec le bitume équivalent non dopé) :

- Placer 20g de sable de Fontainebleau dans une éprouvette graduée (50ml),
- Le recouvrir avec 25ml d'eau déminéralisée,
- Fermer le tube au moyen d'un bouchon et agiter une dizaine de secondes afin de mouiller les parois,
- Ajouter 5ml de la solution liant-toluène,
- Fermer le tube au moyen d'un bouchon,
- Agiter pendant 1min en prenant soin de diminuer progressivement la vitesse d'agitation sur la fin (environ 10 dernières secondes),
- Poser le tube sur une surface plane et effectuer des cercles avec le tube pendant 10 secondes,

Etape 5 : Interprétation des résultats

Lors de la cinquième étape, les résultats sont interprétés :

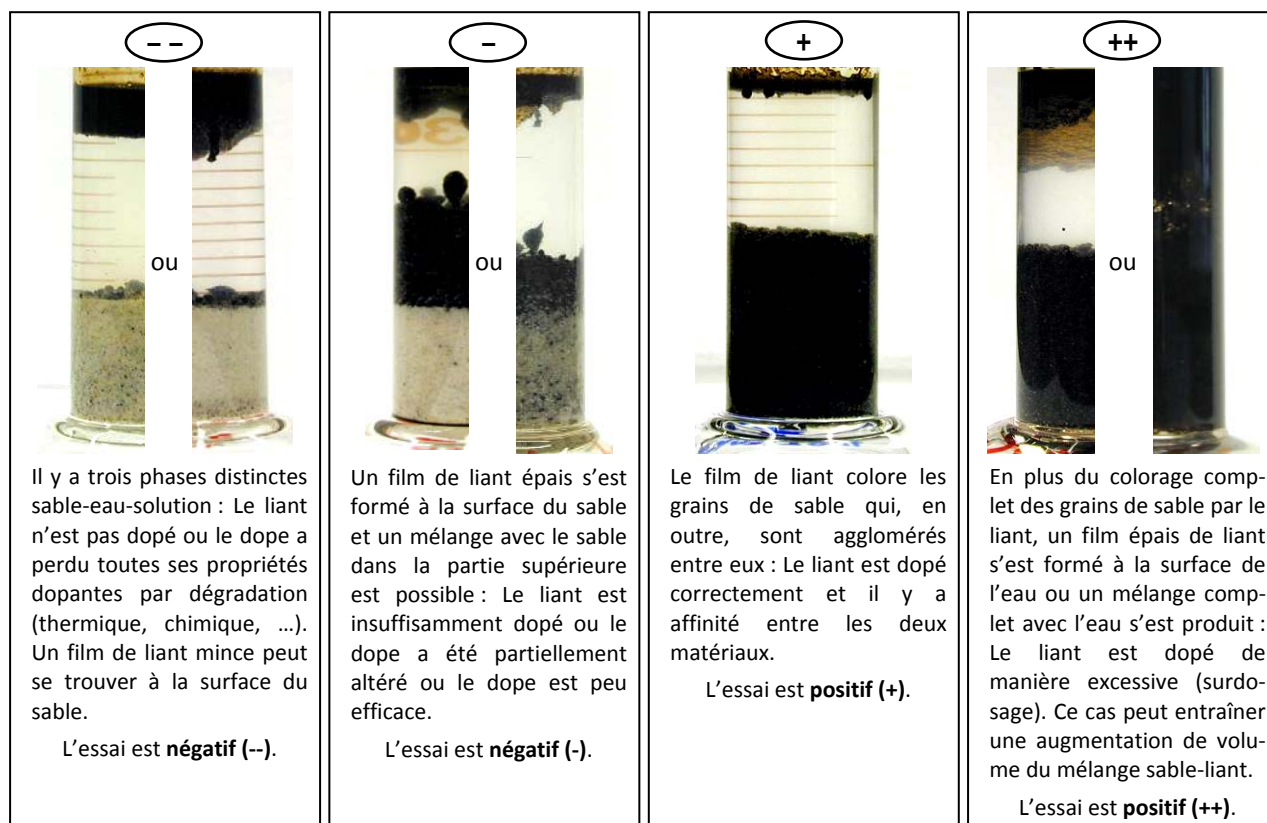


Figure 27 – Interprétation des résultats de l'essai d'efficacité d'un dope

8.2 Procédure de récupération du liant

8.2.1 Objectif

La méthode a pour but d'obtenir une solution liant-solvant dont la concentration est proche de celle de l'essai d'efficacité d'un dopE.

8.2.2 Principe

L'essai consiste à éliminer dans un premier temps les particules minérales d'un enrobé dopé récupéré, puis d'ajuster la concentration de solvant dans la solution liant-solvant.

8.2.3 Matériel et produits consommables

Le matériel et les produits nécessaires pour le déroulement de l'essai sont les suivants :

- Enrobé à tester
- Toluène de qualité technique
- Tamis 80µm ou 63µm
- Récipient pour tamis
- 2x godets de centrifugation
- 2x Erlenmeyer
- Récipient étanche

Note : Tout le matériel doit être rincé au toluène, séché et taré.

Note 2 : Chaque Erlenmeyer et godet de centrifugation doit être distingué à l'aide d'une notation appropriée.

8.2.4 Appareillage

L'appareillage nécessaire au déroulement de l'essai est le suivant :

- Etuve thermo-ventilée
- Centrifugeuse
- Micro-ondes
- Balance précise à 0.01g
- Thermomètre
- Chronomètre

8.2.5 Sécurité

Les dispositifs de sécurité nécessaires au déroulement de l'essai sont les suivants :

- Lunettes
- Gants
- Blouse

8.2.6 Mode opératoire succinct

Etape 1 : Préparation d'un échantillon

La première étape consiste à préparer un échantillon d'enrobé en le chauffant dans un four micro-ondes tout en vérifiant sa température toutes les minutes. Lorsque la température de l'enrobé est à 80°C, une masse d'enrobé peut être prélevée selon le nombre d'essais que l'on veut effectuer. Ensuite la masse d'enrobé peut être diluée avec du toluène.

Etape 2 : Elimination des particules minérales

Il est important de bien séparer les matières minérales de la solution liant-toluène pour éviter toute pollution pouvant générer un résultat négatif. La deuxième étape consiste à éliminer les particules minérales de l'enrobé en effectuant une filtration à l'aide d'un tamis de 80µm ou 63 µm pour éliminer les granulats, puis par une deuxième phase de centrifugation permettant d'éliminer le filler.

Etape 3 : Ajustement de la quantité de toluène pour l'essai d'efficacité d'un dope

La troisième étape consiste à ajuster la quantité de toluène dans la solution liant-solvant, afin de se retrouver dans les conditions pour l'essai d'efficacité d'un dope. Tout d'abord la masse de toluène présente dans la solution liant-solvant est déterminée, puis comparée par rapport à la masse de toluène requise pour l'essai de présence et d'efficacité d'un dope. Si la masse de toluène requise est supérieure à la masse de toluène présente, la différence en toluène peut être ajoutée et l'on peut procéder à l'essai d'efficacité d'un dope. Si la masse de toluène requise est inférieure à la masse de toluène présente, il convient d'effectuer une distillation dans le système Rotavapor sous pression réduite de 550mbar avec un bain d'huile chauffé à 150°C pendant un temps de distillation déterminé, afin d'enlever le toluène en trop. Le temps de distillation nécessaire peut être obtenu empiriquement par la méthode des moindres carrés (Figure 28).

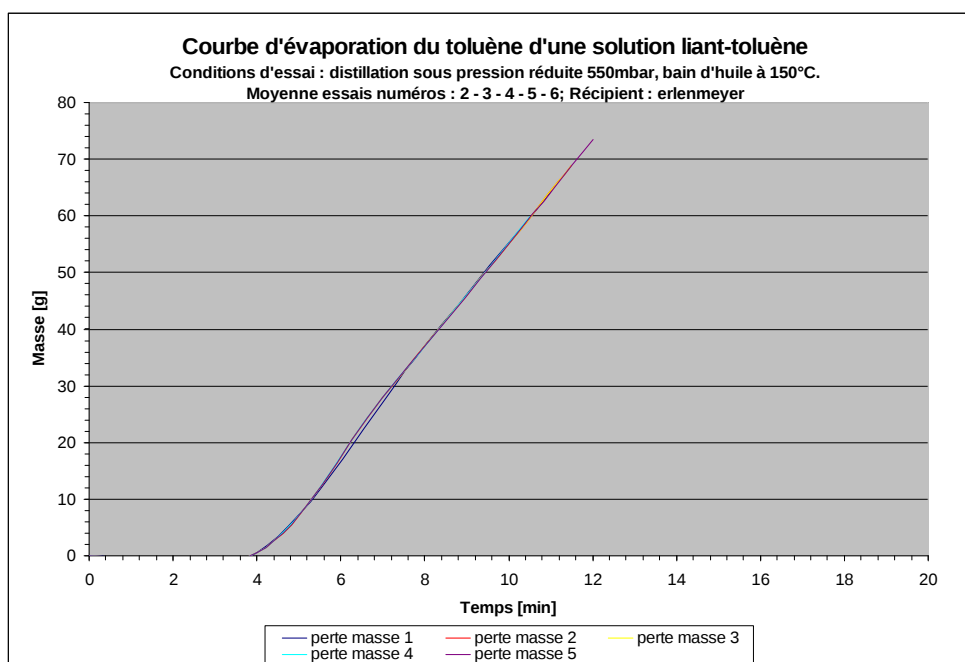


Figure 28 – Courbe d'évaporation du toluène d'une solution liant-toluène

Etape 4 : Essai d'efficacité d'un dope

Une fois la quantité de toluène ajustée, la solution liant-solvant peut être utilisée pour l'essai d'efficacité d'un dope.

8.3 Descriptifs des dopes d'adhésivité

8.3.1 BITHAFTIN® -BIT

Société	Hydrior SA
Adresse	Schwimmbadstrasse 35 5430 Wettingen Switzerland
Web / E-mail	www.hydrior.ch / info@hydrior.ch
Produit	BITHAFTIN®-BIT
Commandé le	10/2007
Description	Tensioactif cationique, hydro- et lipophile, basique, liquide
Composition chimique	Fatty acid amide amine
Affinité spécifique granulats/liants	Toutes sortes de granulats Toutes sortes de liants
Teneur en dopes	0.1 à 0.3% par rapport à la masse du liant → optimum à 0.2% (0.2% → degré d'enrobage >90%, augmentation coût total de max. 1%)
Caractéristiques	Consistance (à 20°C) : liquide Couleur : brun foncé pH (10% dans eau) : 9-11 Densité (à 20°C) : env. 1g/ml Point de fusion : en-dessous de 5-10°C le produit commence à cristalliser et devenir trouble Point d'éclair : >100°C Point d'ébullition : >200°C Pression de vapeur : <1000hPa
Manipulation / stockage	Stockage de durée infinie à température comprise entre 5 et 40°C
Remarques	

8.3.2 Cecabase® 200P & Cecabase® 260

Société	CECA SA
Adresse	89, Boulevard National 92257 La Garenne Colombes cedex France
Web / E-mail	www.ceca.fr/sites/ceca/fr/business/additifs_bitume/home.page / info.ceca@ceca.fr
Produit	Cecabase® 200P Cecabase® 260
Commandé le	07/2005 (Cecabase 200P) 02/2009 (Cecabase 260)
Description	Tensioactif liquide
Composition chimique	Imidazopolyamine (200P) Amidoamine (260)
Affinité spécifique granulats/liants	Toutes sortes de granulats sauf calcaires Toutes sortes de liants
Teneur en dopes	0.2 à 0.5% par rapport à la masse du liant → optimum à 0.3% (correspond à environ 2 à 3 g/m ² de surface)
Caractéristiques (260)	Consistance (à 20°C) : liquide Couleur : brun pH : basique Densité (à 20°C) : 0.92-0.95 g/cm ³ Point de fusion : -8°C Point d'éclair : >100°C
Manipulation / stockage	Ajout du dope par batch ou en ligne Manipulation à température usuelle pour enrobés
Remarques	Le produit peut être utilisé aussi bien pour les enduits superficiels que pour les enrobés à chaud et à froid

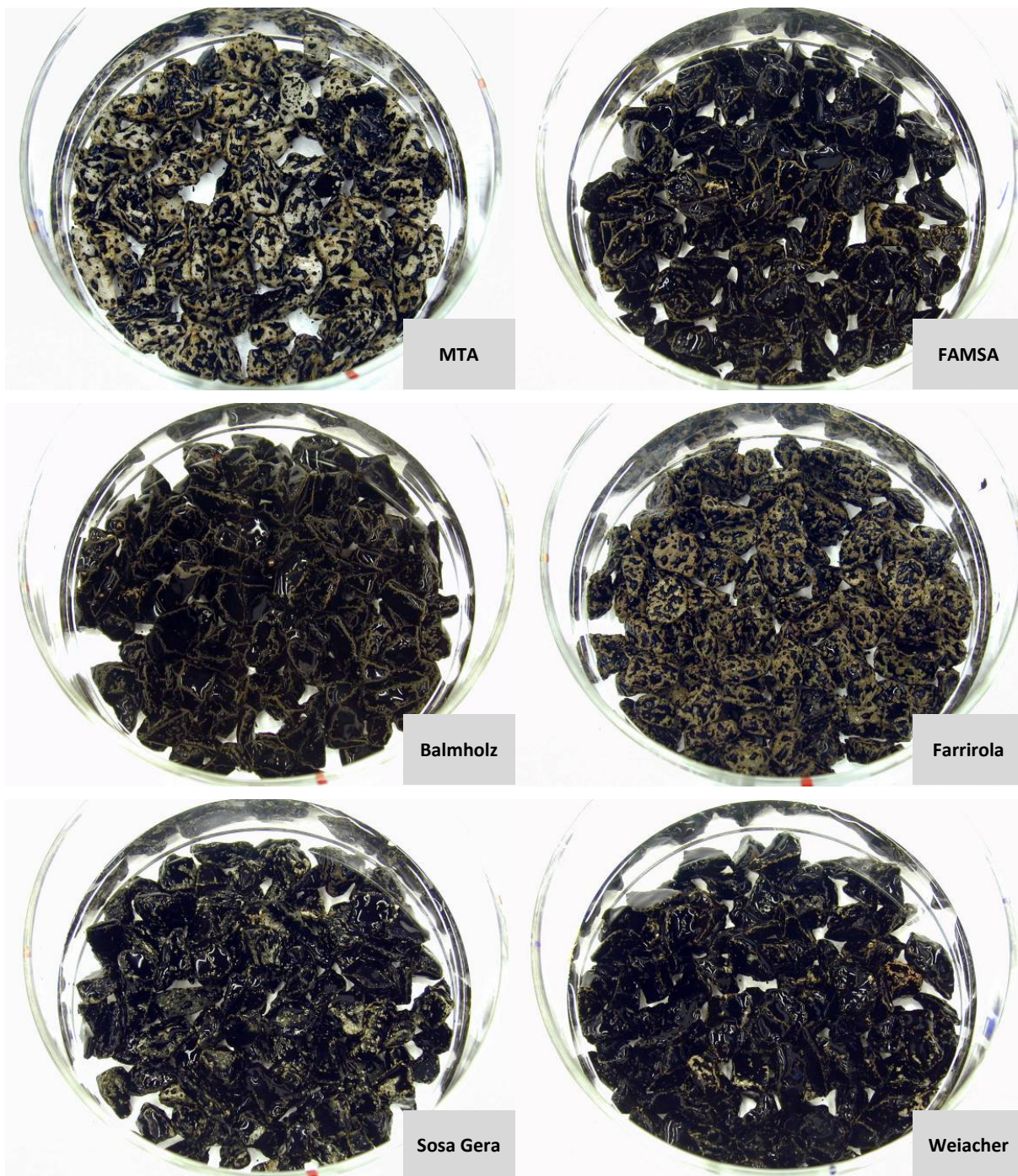
8.3.3 Iterlene IN/400-S

Société	Iterchimica SRL
Adresse	Via G. Marconi 21 24040 Suisio (Bergamo) Italie
Web / E-mail	www.iterchimica.it / info@iterchimica.it
Produit	Iterlene IN/400-S
Commandé le	10/2007
Description	Tensioactif liquide
Composition chimique	Alkylamidopolyamine
Affinité spécifique granulats/liants	Toutes sortes de granulats Toutes sortes de liants
Teneur en dopes	0.2 à 0.4% par rapport à la masse du liant → optimum à 0.3%
Caractéristiques	Consistance (à 20°C) : liquide Couleur : brun foncé pH : basique (>7) Densité (à 20°C) : 0.94-0.96g/cm ³ Viscosité (à 25°C) : 350±50cP Point d'éclair : >180°C
Manipulation / stockage	Ajout du dope directement dans le réservoir du liant ou en ligne Le produit reste stable et son activité n'est pas altérée pendant la conservation dans le liant à température élevée (170°C)
Remarques	Le produit peut être utilisé dans n'importe quelle condition d'application (humidité, conditions météorologiques extrêmes, granulats acides, etc.) Le produit est composé de substances proches du liant et garanti ainsi une parfaite compatibilité sans modification des caractéristiques physiques du liant (pénétrabilité, point de ramollissement, etc.)

8.4 Résultats des essais

8.4.1 Essai de désenrobage – adhésivité passive

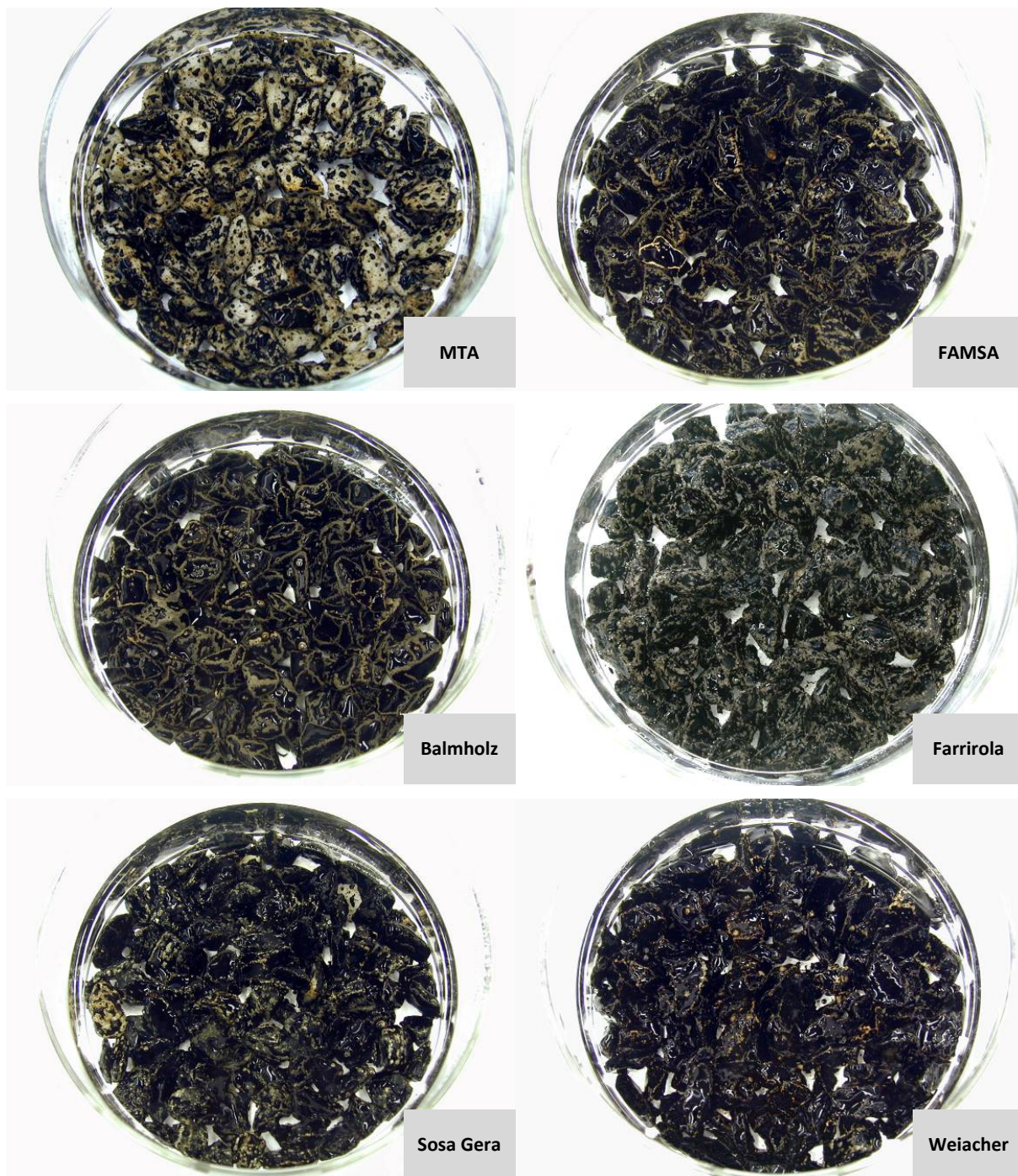
8.4.1.1 Liant 70/100 Cressier



8.4.1.2 Liant 70/100 Feyzin



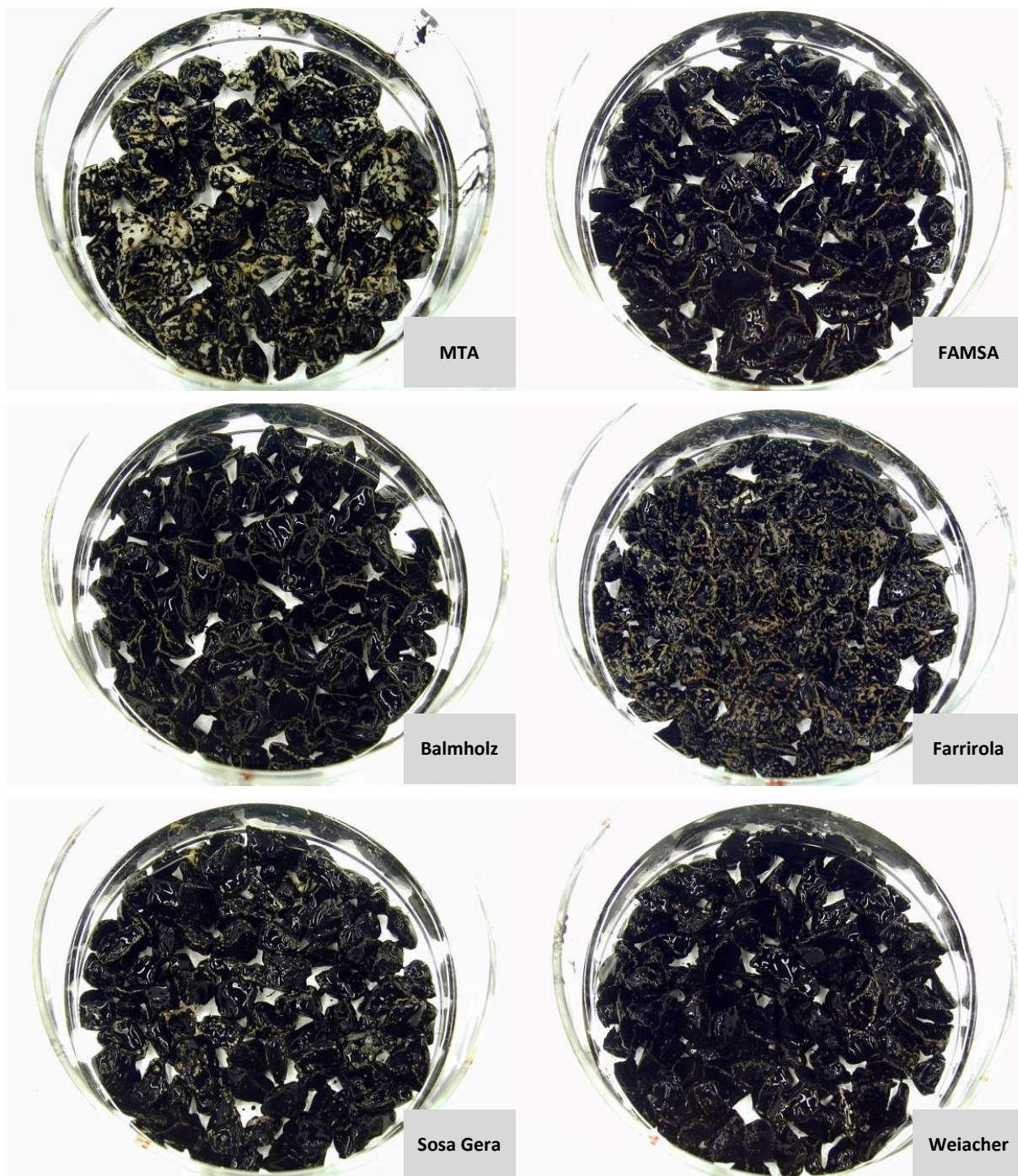
8.4.1.3 Liant 70/100 Reichstett



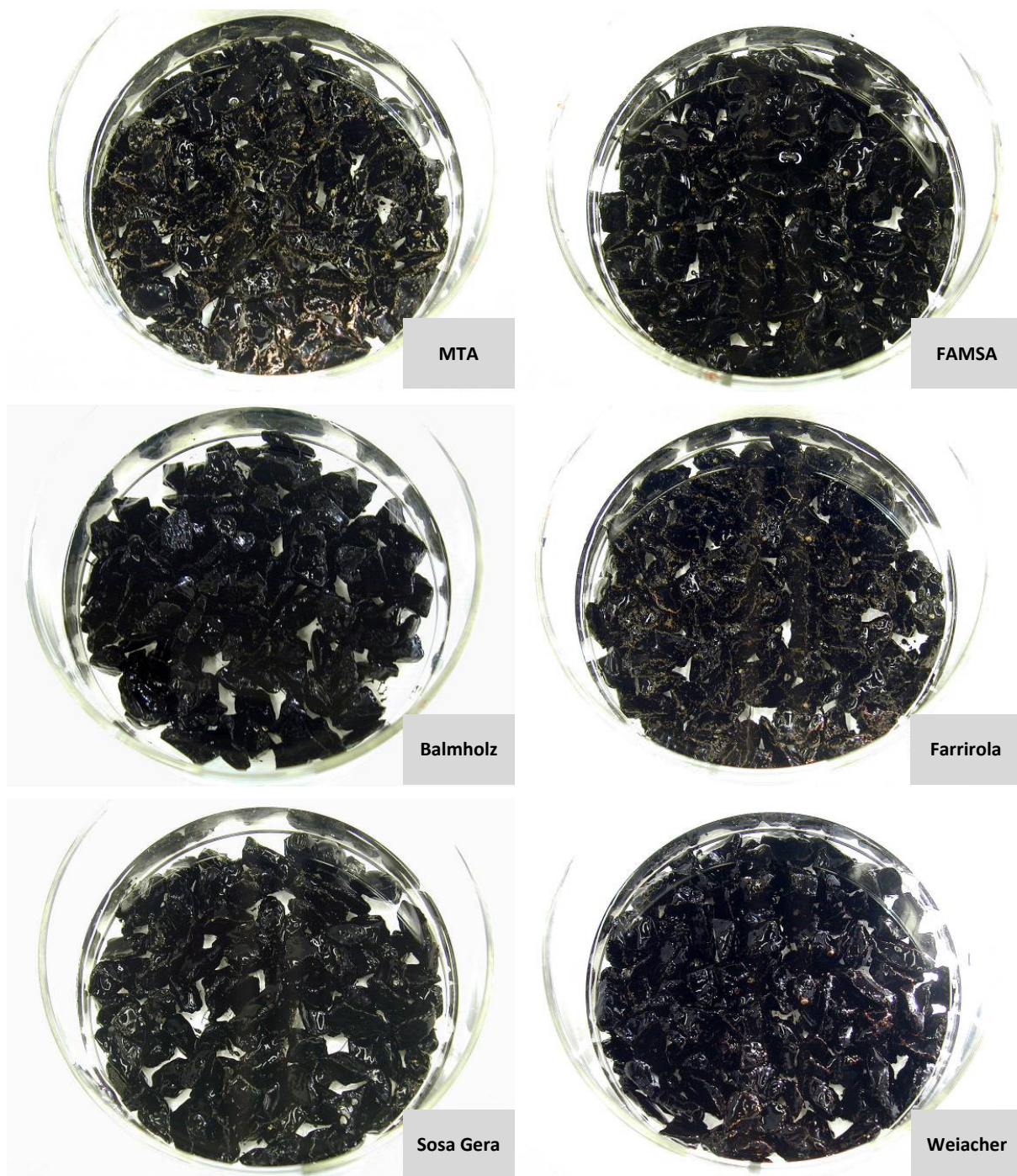
8.4.1.4 Liant 50/70 Feyzin



8.4.1.5 Liant Styrelf C 85



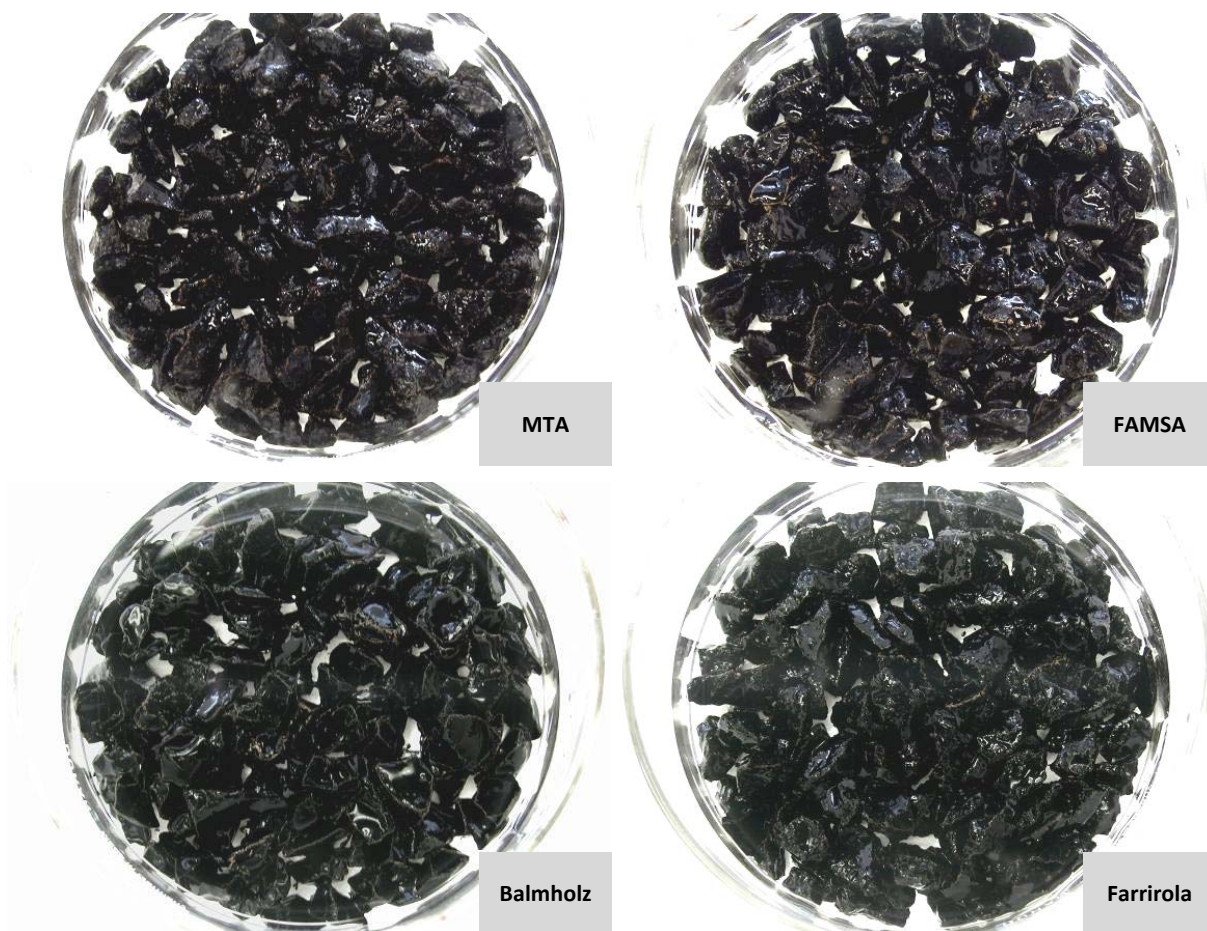
8.4.1.6 Liant Cariphalte 70/100



8.4.1.7 Liant 70/100 Feyzin dopé (BITHAFTIN-BIT 0.3%)



8.4.1.8 Liant 70/100 Reichstett dopé (Cecabase 0.25%)





Sosa Gera

8.4.1.9 Liant Styrelf C 85 Feyzin dopé (BITHAFTIN-BIT 0.3%)



Balmholz



Farriola

8.4.2 Essai d'efficacité d'un dope

8.4.2.1 Etude paramétrique

Liant	Solvant	Granulat (Composition)	Sable de Fontaine- bleau (Silice)	MTA (Quartzite)		FAMSA (Grès alpin)		Balmholz (Calcaire siliceux)		Farricola (Rhylolite)		Sosa Gera (Amphibolite)		Weiacher (Paragneiss)	
				0.125 - 0.5	0.063 - 2	0.125 - 0.5	0.063 - 2	0.125 - 0.5	0.063 - 2	0.125 - 0.5	0.063 - 2	0.125 - 0.5	0.063 - 2	0.125 - 0.5	0.063 - 2
				Granulométrie											
70/100 Feyzin	Kérosène	sans dope	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		BITHAFTIN-BIT 0.25%	+	+	--	--	--	--	--	--	--	+	--	--	--
		BITHAFTIN-BIT 0.5%	++												
		BITHAFTIN-BIT 1.0%	++												
	Toluène	Cecabase 200 P 0.3%	+	+	--	--	--	--	--	--	--	+	--	--	--
		Iterlene IN/400-S 0.3%	+												
		sans dope	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		BITHAFTIN-BIT 0.25%	+												
	Perchlo.	BITHAFTIN-BIT 0.5%	+												
		BITHAFTIN-BIT 1.0%	++	+	--	+	--	+	--	+	--	+	--	+	--
Styrelf C 85	Kérosène	sans dope	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		BITHAFTIN-BIT 0.25%	++	+	--	--	--	--	--	--	--	+	--	--	--
		BITHAFTIN-BIT 0.5%	++												
		BITHAFTIN-BIT 1.0%	++												
	Toluène	Cecabase 200 P 0.3%	+												
		Iterlene IN/400-S 0.3%	++												
		sans dope	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		BITHAFTIN-BIT 0.25%	+												
	Perchlo.	BITHAFTIN-BIT 0.5%	+												
		BITHAFTIN-BIT 1.0%	++	+	--	+	--	+	--	+	--	+	--	+	--
70/100 Cressier 70/100 Karlsruhe	Kérosène	sans dope	--												
		sans dope	--												
	Kérosène	sans dope	--												
		sans dope	--												
	Toluène	BITHAFTIN-BIT 0.25%	+												
		BITHAFTIN-BIT 0.5%	+												
	Perchlo.	Cecabase 260 0.25%	+												
		Cecabase 260 0.5%	+												
	Kérosène	sans dope	--												
		sans dope	--												
50/70 Feyzin Cariphalte 70/100	Kérosène	sans dope	--												
		sans dope	--												
	Kérosène	sans dope	--												
		sans dope	--												
CTS	Kérosène	sans dope	--												
		sans dope	--												

Légende :



8.4.2.2 Influence de l'histoire thermique

Dope	Age	Température			Température			Age	Dope
		140°C	170°C	200°C	140°C	170°C	200°C		
Cecabase 0.25%	0 jour	+	+	+	+	+	++	0 jour	Cecabase 0.5%
	1 jour	+	+	-	++	+	+	1 jour	
	3 jours	-	--	--	+	--	--	3 jours	
	7 jours	--	--	--	-	--	--	7 jours	
BITHAFTIN-BIT 0.25%	0 jour	+	+	+	+	+	+	0 jour	BITHAFTIN-BIT 0.5%
	1 jour	+	-	-	+	+	-	1 jour	
	3 jours	-	--	--	+	-	--	3 jours	
	7 jours	-	--	--	-	--	--	7 jours	

Liant : Reichstett 70/100

Légende : -- - + ++

CLÔTURE DU PROJET



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Département fédéral de l'environnement,
des transports, de l'énergie et de la communication DETEC
Office fédéral des routes OFROU

RECHERCHE EN MATIERE DE ROUTES DU DETEC

ARAMIS RPT

Formulaire N° 3 : Clôture du projet

établi / modifié le:

27.05.2010

Données de base

Projet N°:

VSS 2005/402

Titre du projet:

Détermination de la présence et de l'efficacité de dope dans les bétons bitumineux

Echéance effective:

06.04.2010

Textes:

Résumé des résultats du projet:

La mise au point d'un essai novateur, l'essai d'efficacité d'un dope, a été effectué. Cet essai, basé sur un essai français développé par le LCPC, correspond, de par sa simplicité et sa rapidité, à une méthode pertinente de détection de l'efficacité de dopes d'adhésivité dans les liants hydrocarbonés. L'essai a démontré des résultats prometteurs et sa simplicité, sa rapidité et son coût faible en font un essai intéressant. La modification et l'amélioration du mode opératoire a permis de réaliser des résultats plus pertinents, pour autant que le mode opératoire soit suivi avec rigueur. L'essai fonctionne correctement avec les liants testés (dopés ou non), mélangés au sable de Fontainebleau traité aux acides, mais n'a pas donné des résultats concluants lors du remplacement du sable de Fontainebleau par des sables provenant des granulats suisses sélectionnés. L'essai est donc limité actuellement à relever la présence d'un dope d'adhésivité efficace dans un liant hydrocarboné. Au niveau des teneurs en dope, l'essai peut indiquer un surdosage de dope mais ne donne pas la teneur optimale ou minimale pour un granulats choisi. De même, l'essai ne permet pas de détecter la présence d'un dope ayant perdu ses capacités dopantes ou son efficacité dans un liant hydrocarboné.

Atteinte des objectifs:

Le manque de corrélation avec des propriétés mécaniques trouble la commission de suivi. On a deux méthodes qui sont censés mesurer la résistance au désenrobage (SN 670 460 et la nouvelle méthode). Les méthodes donnent des résultats différents, l'un est très sensible au stockage à chaud, l'autre moins. Un des buts de ce projet était « Etape 3 - Mise au point d'un essai de caractérisation mécanique de l'efficacité de dope » n'a pas pu être traité.

Déductions et recommandations:

Une poursuite de la recherche dans le but de trouver un essai mécanique pour déterminer de l'efficacité des dopes est nécessaire.

Publications:

Aucune.

Appréciation de la commission de suivi:

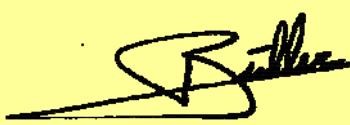
Cette appréciation de la commission de suivi remplace l'ancienne évaluation technique détachée.

Evaluation:	Cette recherche donne de bon résultat et permet d'intégrer un nouvel essai. Toutefois, le manque de corrélation entre les propriétés mécaniques et la nouvelle méthode ainsi qu'entre les propriétés mécaniques et la méthode standard EN 12697-11 pose encore un problème. Ce rapport est clair et parfaitement compréhensible.
Mise en oeuvre:	La mise en œuvre des résultats de cette recherche se fera par la création d'une nouvelle norme d'essai. La norme concernant les exigences sur les liants pourrait être modifiée avec une nouvelle rubrique « Présence ou non d'un dope efficace selon ce nouvel essai ».
Besoin supplémentaire en matière de recherche :	Chercher une corrélation entre la résistance au désenrobage et les propriétés mécaniques. La résistance au désenrobage devrait être mesurée par la nouvelle méthode, par la méthode standard EN 12697-11 et éventuellement par d'autres méthodes. Il serait aussi utile d'étudier propriétés mécaniques des couples liant-granulat connus pour leur affinité élevée ou basse. Le but final étant de pouvoir donner des exigences sur les liants dopé et/ou sur les enrobés dont le liant est dopé.
Influence sur les normes:	Il sera nécessaire d'établir une norme qui décrit le mode opératoire de ce nouvel essai.

Président de la commission de suivi:

Nom:	Bühler	Prénom:	Tony
Service ou entreprise :	Infralab SA		
Rue et N°:	Chemin de Praz-Roussy 3		
NPA:	1032	Email:	tony.buehler@infralab.ch

Signature du président de la commission de suivi:



INDEX DES RAPPORTS DE RECHERCHE EN MATIÈRE DE ROUTE

n° rapport	n° projet	Titre	Date
1240	ASTRA 2002/010 & 2005/009	L'acceptabilité du péage de congestion: Résultats et analyse de l'enquête réalisée en Suisse Die Akzeptanz von Gebühren zur Vermeidung von Stau auf Strassen: Resultate und Analysen von Untersuchungen in der Schweiz	2009
1241	ASTRA 2001/052	Erhöhung der Aussagekraft des LCPC Spurbildungstests Amélioration des informations fournies par l'essai d'orniérage LCPC	2009
1242	VSS 2005/451	Recycling von Ausbauasphalt in Heissmischgut: Initialprojekt Recyclage des matériaux bitumeux de démolition dans les enrobés à chaud: projet initial	2007
1243	VSS 2000/463	Kosten des betrieblichen Unterhalts von Strassenanlagen Les coûts de l'entretien courant des routes	2008
1244	VSS 2004/714	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen: Gesamtnutzen und Nutzen-Kosten-Verhältnis von standardisierten Erhaltungsmassnahmen Bénéfice total - rapport avantages / coûts des mesures d'entretien standardisées	2008
1246	VSS 2004/713	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen: Bedeutung Oberflächenzustand und Tragfähigkeit sowie gegenseitige Beziehung für Gebrauchs- und Substanzwert Influences et interactions de l'état de surface et de la portance sur la valeur intrinsèque et la valeur d'usage	2009
1247	VSS 2000/348	Anforderungen an die strassenseitige Ausrüstung bei der Umwidmung von Standstreifen Requirements for Roadside Equipment for the Case of Using Hard Shoulders for Moving Traffic	2009
1248	VSS 2000/433	Dynamische Eindringtiefe zur Beurteilung von Gussasphalt Appréciation des asphaltes coulés routiers par indentation dynamique	2008
1249	FGU 2003/004	Einflussfaktoren auf den Brandwiderstand von Betonkonstruktionen Facteurs d'influence sur la résistance au feu de structure en béton	2009
1250	VSS 2005/202	Strassenabwasser Filterschacht Traitement des eaux de routes dans des chambres avec sac en géotextile	2007
1251	VSS 2002/405	Incidence des granulats arrondis ou partiellement arrondis sur les propriétés d'adhérence des bétons bitumineux Auswirkung der gerundet oder teilweise gerundet Gesteinkörnungen auf den Griffigkeit der Asphaltbeton	2008
1252	SVI 2003/001	Nettoverkehr von verkehrsintensiven Einrichtungen (VE) Trafic net des installations générant un trafic important (IGT)	2009

1253	VSS 2001/203	Rétention des polluants des eaux de chaussées selon le système "infiltrations sur les talus" – Vérification in situ et optimisation Retention der Schadstoffe des Strassenwassers durch das "über die Schulter Versickerungs-System" – In situ Verifikation und Optimierung	2009
1254	VSS 2006/502	Drains verticaux préfabriqués thermiques pour la consolidation in-situ des sols Vorfabrizierte, vertikale, thermische Entwässerungsleitungen für die in-situ Konsolidierung von Böden	2009
1255	VSS 2006/901	Neue Methoden zur Erkennung und Durchsetzung der zulässigen Höchstgeschwindigkeit Nouvelles méthodes pour reconnaître et faire respecter la vitesse maximale autorisée	2009
1256	VSS 2006/903	Qualitätsanforderungen an die digitale Video-Bildverarbeitung zur Verkehrsüberwachung Exigences de qualité posées au traitement vidéo numérique pour la surveillance du trafic routier	2009
1257	SVI 2004/057	Wie Strassenraumbilder den Verkehr beeinflussen: Der Durchfahrtswiderstand als Arbeitsinstrument bei der städtebaulichen Gestaltung von Strassenräumen L'influence de l'aménagement de l'espace de la route sur le trafic: La résistance de passage du trafic comme instrument de travail pour la conception urbaine de zone routière	2009
1258	VSS 2005/802	Kasphaltestellen; Anforderungen und Auswirkungen Arrêt en cap - exigences et effets	2009
1259	VSS 2004/710	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen; Synthesebericht Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen; Rapport de synthèse	2008
1261	ASTRA 2004/018	Pilotstudie zur Evaluation einer mobilen Grossversuchsanlage für beschleunigte Verkehrslastsimulation auf Strassenbelägen Étude de pilote pour l'évaluation d'une machine mobile à vrai grandeur qui permet de simuler le trafic sur les routes dans une manière accélérée	2009
1262	VSS 2003/503	Lärmverhalten von Deckschichten im Vergleich zu Gussasphalt mit strukturierter Oberfläche Caractéristique de bruit de couches de roulement en comparaison avec des couches d'asphalte coulé (Gussasphalt) avec surface structurée	2007
1263	VSS 2001/503	Phénomène du dégel des sols gélifs dans les infrastructures des voies de communication et les pergélisols alpins Phänomen des Auftauens von frostempfindlichen Böden in den Infrastrukturen der Verkehrswege und im Permafrost der Alpen	2006
1264	SVI 2004/004	Verkehrspolitische Entscheidungsfindung in der Verkehrsplanung; Eine systematische Prozess- und Kommunikationsanalyse Politique des transports; la prise de décision dans la planification des transports (Une analyse méthodique des processus et de la communication)	2009
1265	VSS 2005/701	Zusammenhang zwischen dielektrischen Eigenschaften und Zustandsmerkmalen von bitumenhaltigen Fahrbahnbelägen (Pilotuntersuchung) Relation entre les propriétés diélectriques des revêtements routiers et leur condition	2009

1267	VSS 2007/902	MDAinSVT – Einsatz modellbasierter DatentransfERNormen (INTERLIS) in der Strassenverkehrstelematik am Beispiel der Verkehrsdaten MDAinSVT – Utilisation des standards d'échange de données basés modélisation pour la télématique des transports routiers à l'exemple des données de trafic	2009
1268	ASTRA 2005/007	PM10-Emissionsfaktoren von Abriebspartikeln des Strassenverkehrs (APART) Facteurs d'émission des particules d'abrasion dues au trafic routier	2009
1269	VSS 2005/201	Evaluation von Fahrzeugrückhaltesystemen im Mittelstreifen von Autobahnen Évaluation de dispositifs de retenue de véhicule sur le terre-plein central des autoroutes	2009
1270	VSS 2005/502	Interaktion Strasse Hangstabilität: Monitoring und Rückwärtsrechnung Interaction route - stabilité des versants: Monitoring et calcul à rebours	2010
1271	VSS 2004/201	Unterhalt von Lärmschirmen Entretien des écrans antibruit	2009
1272	VSS 2007/304	Verkehrsregelungssysteme – Behinderte und ältere Menschen an Lichtsignalanlagen Aménagement des feux de signalisation pour les personnes a mobilité réduite ou âgées	2010
1274	SVI 2004/088	Einsatz von Simulationswerkzeugen in der Güterverkehrs- und Transportplanung Applications des modèles simulations dan le domaine de planification en transport marchandises	2009
1275	ASTRA 2006/016	Méthodologie pour l'estimation de matrices origine-destination dynamiques en réseau urbain Methode zur Ermittlung dynamischer Quell-Ziel-Matrizen für städtische Netzwerke	2009
1277	SVI 2007/005	Multimodale Verkehrsqualitätsstufen für den Strassenverkehr – Vorstudie Niveaux de service multimodales de la circulation routière – études préliminaires	2010