

LE MELANGE DU LIANT D'AGREGATS D'ENROBE DURANT LE PROCESSUS DE RECYCLAGE EN FONCTION DES CONDITIONS DE FABRICATION : DEVELOPPEMENT D'UN ESSAI D'EXTRACTION PROGRESSIVE DU LIANT

J. NAVARO, I. DROUADAINÉ, B. POUTEAU
EUROVIA Research center, EUROVIA, France

julien.navaro@eurovia.com

D. BRUNEAU

Laboratory TREFLE, ENSAM, France

denis.bruneau@bordeaux.ensam.fr

J. COLIN & A. DONY

Laboratory MO IRC, ESTP, France

colin@profs.estp.fr

RÉSUMÉ

Les entreprises de travaux publics réduisent leur impact environnemental en développant des solutions permettant de diminuer d'une part l'utilisation de bitume et de granulats naturels, et d'autre part, l'énergie nécessaire au processus industriel de fabrication des enrobés bitumineux. Ces solutions permettent un gain de 40% l'énergie nécessaire

Afin de contrôler, si le mélange entre des matériaux bitumineux recyclés et les matériaux neufs d'apport s'opère, un dispositif d'extraction progressive du liant a été mise au point. L'extraction progressive du liant est obtenue en pulvérisant du solvant sur une couche mince d'enrobé bitumineux recyclé. L'analyse par spectrométrie infra rouge de fonctions chimiques présentent dans les solutions récupérées permet de caractériser l'homogénéité de l'échantillon d'enrobé bitumineux recyclé étudié.

En complément, des photographies d'un enrobé modèle sont réalisées. Les images obtenues sont utilisées afin de traduire visuellement et à l'échelle du liant de l'enrobé recyclé le degré de mélange entre les divers constituants

Cette approche innovante doit permettre d'assurer, par la maîtrise du mélange des constituants, de la qualité des enrobés recyclés à fort taux. Les résultats obtenus au moyen de cet essai seront par la suite corrélées aux performances mécaniques des enrobés bitumineux recyclés.

1. INTRODUCTION

En vue de contribuer à l'amélioration de la protection de l'environnement, l'industrie routière optimise, en faisant évoluer depuis une quarantaine d'année ses techniques de fabrication des enrobés bitumineux, le recyclage des matériaux routiers récupérés au cours de l'entretien des chaussées en les introduisant dans le processus de fabrication des produits routiers. L'enrobé recyclé ainsi fabriqué est composé de produits d'apport (granulats d'apport -GA- et liant d'apport -LA-) et d'agrégats d'enrobé -AE- composés de granulats d'agrégats d'enrobé -GAE et de liant d'agrégats d'enrobé -LAE-.

Aujourd'hui, les efforts industriels portent simultanément sur une maximisation des taux de recyclage et une diminution des températures, tout en maintenant une qualité des produits ainsi fabriqués identique à celle des produits fabriqués de manière traditionnelle à 160°C et sans agrégats d'enrobé (Rap). L'empreinte environnementale des produits routiers bitumineux se trouve ainsi réduite par une diminution cumulée de la consommation de matières premières et de la consommation d'énergie [1-3].

En l'état actuel des connaissances, l'adaptation des propriétés des matériaux d'apport (GA et LA) est réalisée de manière empirique jusqu'à l'obtention des performances mécaniques souhaitées. L'empirisme de la méthode se justifie techniquement du fait que la manière dont le matériau recyclé (AE) se mélange avec les matériaux d'apport n'est pas connue. La formulation d'un enrobé recyclé de faible taux de rebase repose sur l'hypothèse d'un mélange parfait entre le liant d'apport (LA) et le liant d'agrégats d'enrobé (LAE). L'enrobé recyclé est alors considéré comme étant identique à un enrobé classique sans Rap ; sa formulation se résume par une proportion en matériaux minéraux et bitumineux, sans distinction entre matériaux recyclés et matériaux vierges [4].

Il est essentiel de comprendre que dans le cas d'un fort taux de recyclage, le liant de l'enrobé de recyclage est composé pour une grande part de liant d'agrégats d'enrobé, qui, du fait de son vieillissement subi en chaussée, est par nature très visqueux aux températures de fabrication classiques. Le LA, alors présent en faible quantité, est choisi de viscosité faible en comparaison de celle des liants utilisés pour la fabrication d'enrobés à taux de recyclés faibles ou nuls [4-6].

En outre, la nature bitumineuse du LA et du LAE rend leur viscosité très sensible aux fluctuations de températures. Une augmentation de viscosité du LAE provoquée par l'abaissement de la température de fabrication altère son aptitude à se mélanger avec le LA. Une part de LA (et aussi de LAE) ne participe alors pas au mélange de liants ; cette part est d'autant plus importante que la durée de fabrication (durée de malaxage des constituants) est courte. La présence de ce LA « pur », de consistance molle à température ambiante, constitue alors selon certains auteurs [6-8] un point faible du produit en termes de résistance mécanique. La concomitance d'une maximisation des taux de recyclage et d'une diminution des températures de fabrication, parce qu'elle est susceptible de conduire à une baisse de qualité du produit fini, nécessite donc la mise en place de procédures de suivi de caractéristiques au cours de la fabrication et de procédures de qualification du produit fini.

La connaissance de la quantité de RapB et de VB qui sont parfaitement mélangés est un élément clé de cette qualification [9,10]. Ces trois dernières décennies, ce besoin de caractériser le mélange de ces deux liants a été à l'origine de travaux sur les enrobés bitumineux recyclés. Ces travaux mettent en œuvre une technique de trempages multiples, dans un solvant de bitume, d'échantillons d'enrobés prélevés en sortie de centrale de

fabrication avant leur compactage sur chantiers routiers ; ces trempages successifs permettent d'extraire progressivement et entièrement le liant du Rac. En particulier, en 1979, Zearley [11] a obtenu successivement deux solutions (mélange de solvant et de liant – VB + RapB) par trempages doubles d'enrobés, puis a évaporé en totalité le solvant qu'elles contenaient [12] et a enfin étudié la consistance du liant ainsi récupéré [13,14]. De cette expérience, il conclut que le mélange entre VB et RapB est homogène (parfait) lorsqu'il est réalisé à chaud (température de fabrication supérieure ou égale à 160°C). L'année suivante, en utilisant la même méthode que Zearley, Carpenter [15] a pu montrer que même en cas de mélange initial imparfait des liants VB et RapB (enrobés recyclés fabriqué à une température faible : 116°C), ce mélange tend à se parfaire progressivement par diffusion sur une durée de l'ordre de 3 mois après fabrication. Plus récemment (1992), Bicheron [16] a effectué des essais de trempage quadruple sur des échantillons de Rac fabriqués soit à chaud, soit à température ambiante ; l'analyse de la composition des mélanges de bitumes extraits par chromatographie sur gel perméable amène l'auteur à confirmer les observations de Zearley [11] pour des fabrications à chaud et à mettre en évidence un phénomène idéalisé de double enrobage pour des fabrications à température ambiante (une couche de VB « pur » enrobant le RapB « pur » situé sur les RapA).

Les travaux présentés précédemment sont basés sur une récupération totale et progressive du liant du Rac par trempage multiple dans un solvant. Cette récupération « par couches » est suivie d'une analyse des propriétés du liant récupéré au cours de chaque trempage qui renseigne sur l'aptitude que le LA et le LAE ont eu à se mélanger au cours de la fabrication de l'enrobé recyclé.

L'objet de ce papier est de présenter un système expérimental original d'extraction progressive du liant d'un Rac et d'analyse quantitative des produits extraits. Le dispositif expérimental et la mesure de la proportion de LA et LAE dans les solutions récoltées sont décrit et l'analyse d'échantillons d'enrobé recyclé est réalisée.

2. METHODE EXPERIMENTALE

2.1. Système d'extraction du liant d'enrobés recyclé par lixiviation

Les figures 1 et 2 présentent un schéma et une photographie du dispositif expérimental d'extraction par lixiviation. Ce système est composé des éléments présentés dans la liste ci-dessous.

- Un circuit d'approvisionnement de solvant, dont les principaux organes sont :
 - un système de pulvérisation du solvant (1) constitué d'une buse d'atomisation de type 1,5 GPH / DELAVAN SPRAY TECHNOLOGY munie d'un écran conique de protection de l'utilisateur, le débit de solvant de cette buse (4,3 litres par heure) étant contrôlé par une mesure de charge en amont assurée par un manomètre à aiguille (2) ;
 - une pompe à piston unique (3) de type GAMMA / L (PROMINENT) qui vient puiser le solvant liquide dans un réservoir (5), associée à une soupape de décharge (4), qui assurent conjointement une fonction de charge en amont de la buse ;
 - un vase d'expansion (6) (tube en téflon de section 6 mm et de longueur 1200 mm, obturé à une extrémité) rempli d'air et connecté, en partie haute du système expérimental, au circuit de circulation du solvant (il a pour fonction d'atténuer les fluctuations de pressions engendrées par la pompe).
 -
- Une cellule de lixiviation constituée :

- d'un tube vertical (7) de diamètre intérieur 200 mm et de hauteur 400 mm, fermé en partie basse par un entonnoir dont la fonction est de récupérer le lixiviat, et recouvert par le système de pulvérisation ;
 - d'un tamis constitué d'une toile en acier tissé (8) de maille 63 µm, posée sur une grille en acier (9) de maille 2 mm, l'échantillon de Rac (10) étant posé sur ce tamis (voir Figure 2b).
- Un système d'échantillonnage du lixiviat recueilli consistant en :
- une pompe à vide (11) créant une dépression sous le tamis et amenant le lixiviat recueilli vers une station d'échantillonnage constituée de deux sites de stockage (flacons 12 et 13) au remplissage contrôlé par deux vannes 3 voies (14, 15), station qui permet un remplissage des flacons en place, un couple évent-vanne (16, 17) étant associé à chacun des flacons de façon à autoriser le remplacement de ceux-ci à pression atmosphérique (ceci au cours de la lixiviation et au gré de l'échantillonnage souhaité) ;
 - un récipient (18) situé en amont de cette pompe protégeant celle-ci d'une aspiration accidentelle de lixiviat.

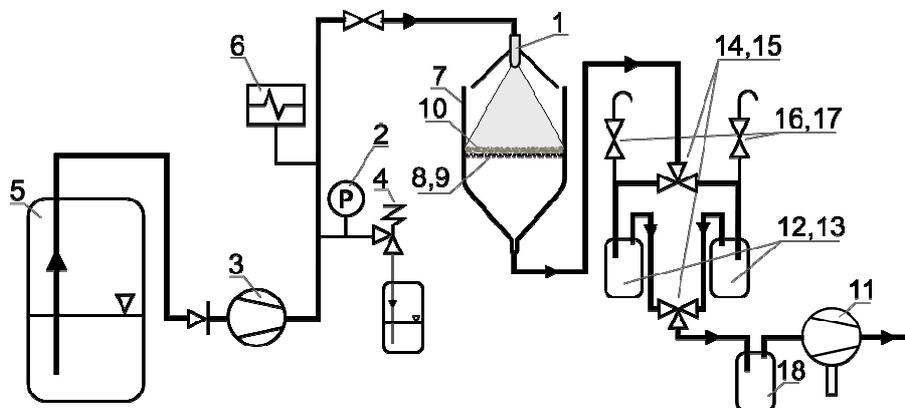


Figure 1 - Schéma du dispositif expérimental d'extraction par lixiviation.



Figure 2 - Photographie du dispositif expérimental d'extraction par lixiviation

Du fait du classement CMR (Cancérigène, Mutagène et Reprotoxique) du solvant utilisé, le dispositif expérimental a été réalisé afin de réduire les volumes de ce solvant. A l'issue

d'un essai et des mesures associées, le solvant est débarrassé du bitume par un procédé d'évaporation-condensation, puis recyclé.

2.2. Préparation des échantillons d'enrobés recyclés

L'objectif premier des résultats de mesures présentées ici est de montrer que le système expérimental mis en place permet de distinguer entre eux des enrobés recyclés à fort taux de recyclage de formules identiques, mais dont les modes de fabrication diffèrent par la température de fabrication T_m et la durée t_m de malaxage des constituants.

Pour garantir une composition constante des échantillons d'enrobé recyclé fabriqués, les agrégats d'enrobé ont été minutieusement fractionnés en 0/4 mm, 4/6 mm et 6/10 mm. Les échantillons fabriqués possèdent la même formule d'enrobé à fort taux de recyclage et un même ratio de liant / granulats.

- fraction massique de granulats recyclés GAE dans les granulats de l'enrobé recyclé (GER) $C_{GAE}^{GER} = 0,700 \pm 0,001$,
- fraction massique de liant d'enrobé recyclé (LER) dans l'enrobé recyclé (ER) $C_{LER}^{ER} = 0,054 \pm 0,002$,
- fraction massique de liant d'agrégats d'enrobé (LAE) dans le liant d'enrobé recyclé (LER) $C_{LER}^{LER} = 0,67 \pm 0,04$.

Pour permettre la fabrication de ces enrobés en laboratoire, les agrégats d'enrobé ont été préchauffés 2 heures et 30 min à 110°C afin de réduire la température maximale de chauffe des granulats d'apport à 300°C dans le cas d'une température de fabrication de 160°C. La température de chauffe des granulats d'apport a été calculée au moyen d'une simple loi d'équilibre thermodynamique en supposant un échange adiabatique.

Le liant d'apport est un bitume de grade 160/220 permettant l'obtention, d'un liant d'une pénétrabilité de 32 ^{1/10} mm. Les agrégats d'enrobé et les granulats d'apport ont été mélangés durant 30 s avant l'introduction du liant d'apport (GZM-12+ / FREUNDL, vitesse : 60 tr/mn). Le comptage de la durée de mélange t_m débute à l'introduction du liant d'apport.

A l'issue du malaxage, ces enrobés recyclés (ER) sont répartis en couches minces de façon à ce qu'ils refroidissent jusqu'à atteindre la température ambiante (environ 20°C). Ils sont ensuite tamisés de façon à ne retenir que la fraction granulométrique 0-14 mm.

Par la suite, quatre échantillons dénommés $ER_{T_m, t_m}^{0/14}$ sont considérés. Ils correspondent à deux températures de fabrication T_m (110°C and 160°C) et deux durées de malaxage t_m (40 s and 240 s). Le liant des échantillons d'enrobé de recyclage a ensuite été extrait au moyen du dispositif précédemment présenté. Pour chaque extraction progressive, onze solutions filtrées (6µm) sont obtenues. Elles sont identifiées de Sol_1 à Sol_10 et Sol_1m est une dernière solution obtenue par immersion dans du solvant des résidus d'enrobé de recyclage existant après la récupération de la solution Sol_10.

La concentration de ces solutions a été ajustée successivement par comparaison visuelle de l'opacité des solutions puis précisément par une mesure d'atténuation UV-VIS. Après cette détermination de la concentration des solutions, la dilution des échantillons a permis d'obtenir une gamme de concentration de l'ordre de [0,0076; 0,0084]. Cette gamme est fixée par la technique de spectrométrie infra rouge utilisée par la suite pour déterminer la part de liant d'agrégats d'enrobé dans le liant présent dans les solutions.

2.3. Mesure de la part massique de liant d'agrégats d'enrobé dans le liant en solution

Ces mesures ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIRs) de type *Spectrum 400FT-IR/FT-NIR / PerkinElmer*. La gamme de nombre d'onde explorée est de 450 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} . La cellule de transmission utilisée possède deux fenêtres en Chlorure de Sodium espacées de $500\text{ }\mu\text{m}$. Les composés hydrocarbonés d'origine pétrolière sont couramment étudiés par spectrométrie IR afin de caractériser l'évolution de leurs compositions chimiques au cours de leur vieillissement (artificiel ou naturel) [22,23].

En particulier, le vieillissement des liants bitumineux se caractérise par la création de fonctions chimiques carboxyles (fonction $\text{C}=\text{O}$) produites par l'interaction des liants bitumineux avec l'oxygène de l'air. Ces fonctions chimiques oxygénées sont détectées en IR respectivement aux nombres d'ondes 1700 cm^{-1} . La figure 3 permet de comparer trois solutions bitumineuses de même concentration ($0,008\pm 0,0002$) et de niveau d'oxydation différents.

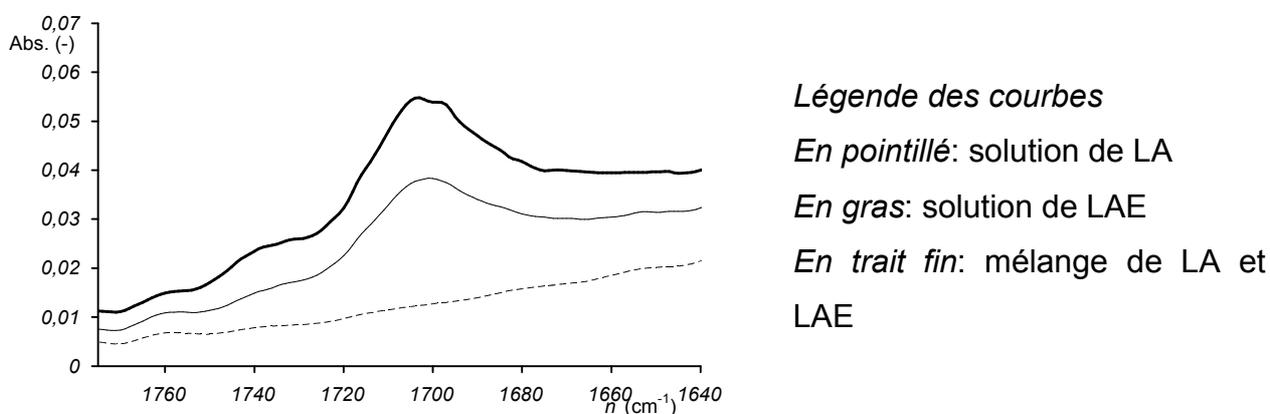


Figure 3 - Pic de la fonction carboxyle à 1700 cm^{-1}

Une analyse précise de ce pic est menée de façon à obtenir une mesure de la concentration C_{LAE}^{LER} en liant d'agrégats d'enrobés (LAE) dans le liant d'enrobé recyclé en solution (LER)

Premièrement, nous avons normalisé le spectre de chaque solution en utilisant le pic d'atténuation situé à $\nu=2950\text{ cm}^{-1}$ comme un étalon interne ; l'aire située en dessous de ce pic peut être considérée comme indépendante de la nature des liants considéré ici (LA ou LAE) [19-20].

Dans un second temps, le pic correspondant à la fonction carboxyle ($\nu=1700\text{ cm}^{-1}$) de chaque spectre normalisé a été utilisé pour considérer sa hauteur en utilisant les surfaces présentées sur la figure 4. La somme des surfaces grise et hachurée qui représente la solution est comparée à la somme des surfaces noire et hachurée qui correspondent au niveau d'oxydation maximum possible des solutions.

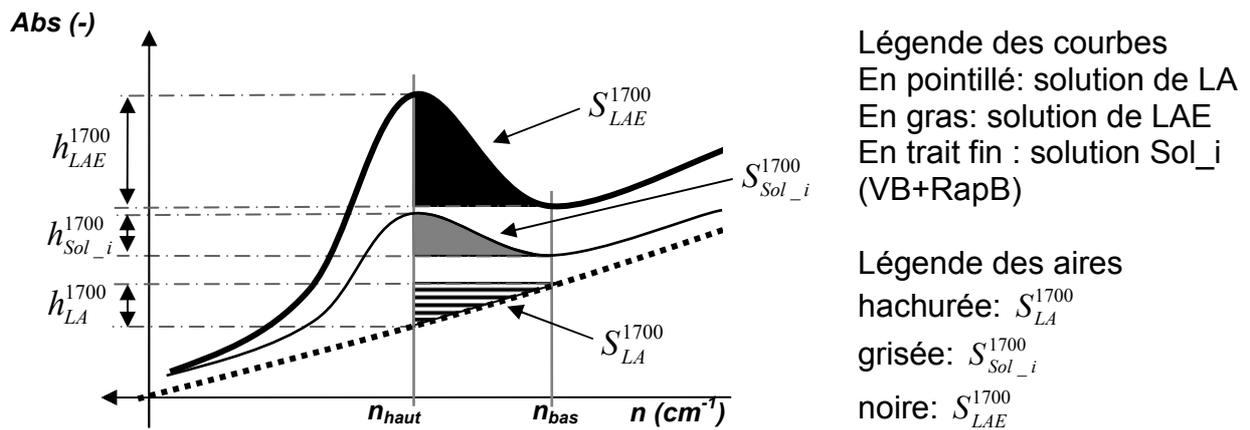


Figure 4 - Graphique présentant les aires considérées pour déterminer la part de liant d'agrégats d'enrobé dans une solution Sol_i

La manière dont les mesures sont réalisées est décrite dans la thèse relative à ces travaux. L'incertitude élargie à un intervalle de confiance de 95% de cette mesure est de ± 0.023

3. RESULTATS EXPERIMENTAUX

3.1. Résultats en laboratoire

Les figures 5 et 6 présentent la concentration C_{LAE}^{LER} en liant d'agrégat d'enrobés (RapB) dans le liant (RacB) lixivié en fonction de fraction massique F de liant lixivié, ceci pour les quatre échantillons d'enrobés recyclés étudiés $ER_{T_m, t_m}^{d/D}$. Les échantillons $ER_{T_m, t_m}^{d/D}$ correspondant à deux températures de fabrication T_m (110°C et 160°C), et deux durées de malaxage t_m (40 seconds and 240 seconds) sont utilisés pour valider l'aptitude du dispositif d'extraction progressive de différencier des enrobés possédant strictement la même composition mais dont les conditions de fabrication diffèrent en terme de température T_m et de durée de malaxage t_m .

La figure 5 correspond à une température de fabrication de 160°C (○ ou □), la figures 6 correspond à une température de fabrication de 110°C (● ou ■). Sur chaque figure, eux série de points expérimentaux sont présentée : l'une pour un malaxage de 40 s (carré) et l'autre pour un malaxage de 240 s (rond).

Rappelons ici que la formulation des enrobés étudiés correspond à une concentration en liant d'agrégats d'enrobés moyenne C_{LAE}^{LER} égale à $0,67 \pm 0,04$. Cette concentration moyenne est représentée par la droite horizontale grise en tirets à l'ordonnée 0,67 ; à cette droite est associée une barre d'erreur, représentée en gris en $F=1$, précisant l'incertitude $\pm 0,04$. Il faut noter que la principale origine de l'incertitude de C_{LAE}^{LER} provient de l'hétérogénéité des agrégats d'enrobé ($C_{LAE}^{AE} = 0,052 \pm 0,002$).

Des valeurs moyennes expérimentales de concentration en liant d'agrégats d'enrobé C_{LAE}^{LER} , pour les fractions granulométriques 0/14 mm des quatre enrobés recyclés considérés dans cette étude, ont été calculées à partir des résultats expérimentaux présentés sur les

figures 5 et 6. Pour les échantillons testés $ER_{160,40}^{0/14}$, $ER_{160,240}^{0/14}$, $ER_{110,40}^{0/14}$ et $ER_{110,240}^{0/14}$, celles-ci sont respectivement de 0,657, 0,660, 0,633 et 0,609

Compte tenu de l'incertitude relevant de l'hétérogénéité des enrobés fabriqués ($C_{LAE}^{LER} = 0,67 \pm 0,04$) et des incertitudes de mesure par spectrométrie de la concentration en liant d'agrégats d'enrobés dans le liant de l'enrobé recyclé C_{LAE}^{LER} ($\pm 0,023$), ces valeurs moyennes expérimentales sont en cohérences avec celle prévue par la fabrication de ces enrobés

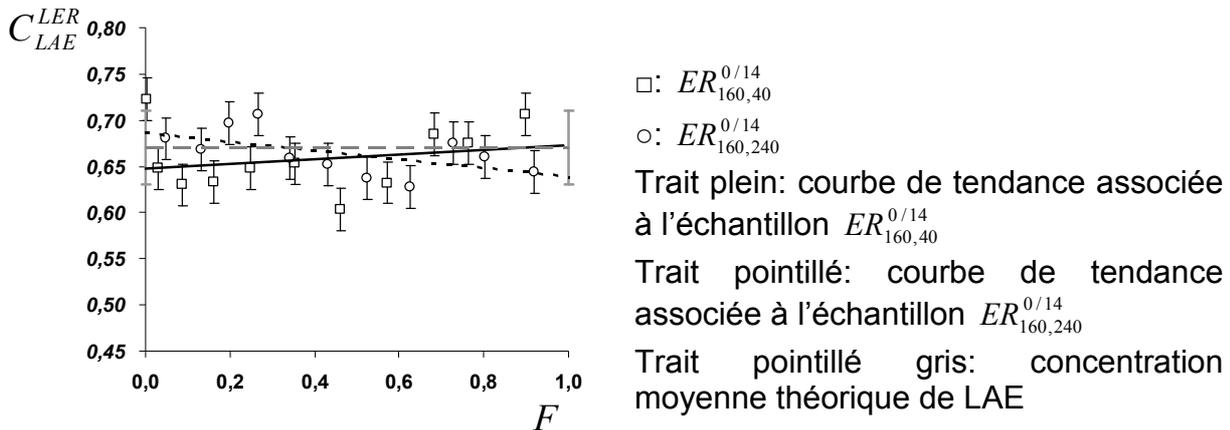


Figure 5 - Concentration C_{LAE}^{LER} de liant d'agrégats d'enrobé en fonction de l'avancée de la lixiviation quantifiée par la part de liant d'enrobé recyclé extraite F des échantillons fabriqués à 160°C

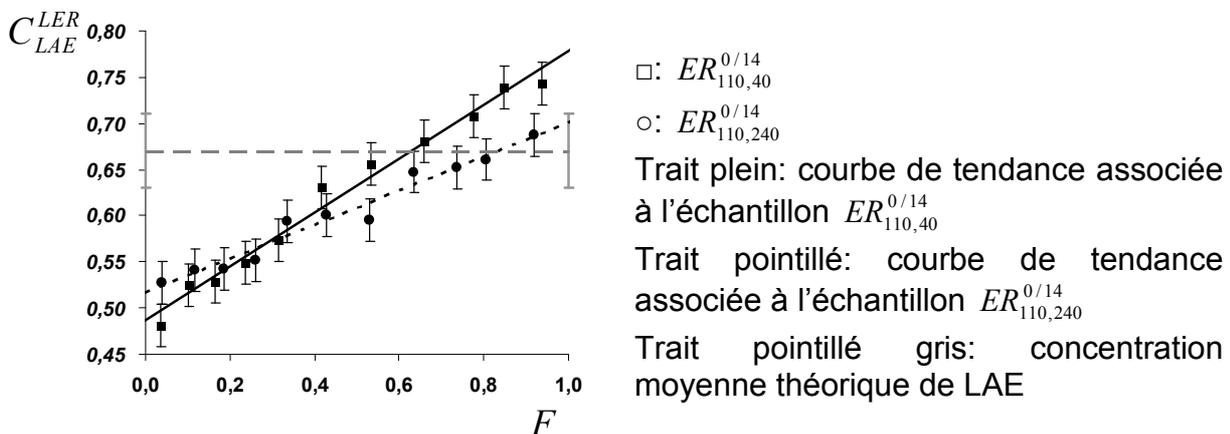


Figure 6 - Concentration C_{LAE}^{LER} de liant d'agrégats d'enrobé en fonction de l'avancée de la lixiviation quantifiée par la part de liant d'enrobé recyclé extraite F des échantillons fabriqués à 110°C

La figure 5 fait apparaître que la concentration en liant d'agrégats d'enrobés présente dans le liant lixivié C_{LAE}^{LER} , pour des échantillons d'enrobés recyclés fabriqués à 160°C, est a priori indépendante de l'avancée de la lixiviation et, sur la gamme de durées de malaxage appréhendées, indépendante de cette durée : 40 secondes de malaxage suffisent donc a priori à obtenir une homogénéité parfaite du liant de l'enrobé recyclé (nous verrons ci-

dessous que ce n'est pas exactement le cas). Cette affirmation est basée sur le fait que, aux erreurs de mesures près, nous considérons les deux courbes de tendances présentées sur cette figure comme étant horizontales. Les pentes associées à 40 s et 240 s de malaxage sont respectivement de $0,02 \pm 0,05$ and $0,00 \pm 0,05$.

Pour conclure, l'analyse des résultats expérimentaux présentés sur la figure 5 nous amène à considérer que le liant d'agrégats d'enrobés participe pleinement à l'agglomération (la cohésion) des composants minéraux du Rac.

La figure 6 fait apparaître que la concentration en liant d'agrégats d'enrobés présente dans le liant lixivié C_{LAE}^{LER} , pour des échantillons d'enrobés recyclés fabriqués à 110°C , est nettement dépendante de l'avancée de la lixiviation.

En début de lixiviation ($F=0$), les lixiviats analysés contiennent, quelle que soit la durée de malaxage, une proportion de RapB inférieure à celle présente en moyenne dans l'enrobé recyclé. On observe en effet, pour des échantillons correspondant respectivement à 40 s et 240 s de malaxage, des valeurs de concentrations en RapB dans le RacB $C_{LAE}^{LER}=0,486$ et $C_{LAE}^{LER}=0,516$ inférieures à la valeur moyenne prévue $C_{LAE}^{LER}=0,67\pm 0,04$

En fin de lixiviation ($F=1$), c'est l'inverse qui est observé : la proportion de RapB est supérieure à celle présente en moyenne dans l'enrobé recyclé. On observe en effet, pour des échantillons correspondant respectivement à 40 secondes et 240 secondes de malaxage, des valeurs de concentrations en RapB dans le RacB $C_{LAE}^{LER}=0,779$ et $C_{LAE}^{LER}=0,701$ supérieures à la valeur moyenne prévue $C_{LAE}^{LER}=0,67\pm 0,04$.

Cette figure 11 fait aussi apparaître que l'évolution de C_{LAE}^{LER} dépend de façon sensible de la durée du malaxage. Les pentes associées à 40 s et 240 s de malaxage sont respectivement de $0,26 \pm 0,08$ et $0,17 \pm 0,07$. Pour résumer, un malaxage des enrobés recyclés à 110°C ne permet pas d'obtenir un liant homogène, contrairement à un malaxage à 160°C ; de plus, l'inhomogénéité de ce liant des enrobés recyclés est accentuée par la brièveté du temps de malaxage.

Les remarques effectuées ci-dessus à propos des résultats expérimentaux présentés sur les figures 5 et 6 sont en accord avec les observations réalisées par les auteurs dont les travaux ont été présentés en introduction [11,15,16] : en effet, ces résultats expérimentaux indiquent une prépondérance de la température de fabrication sur la durée de malaxage en ce qui concerne l'influence de ces paramètres de fabrication sur le degré d'hétérogénéité du liant présent dans l'enrobés recyclés ; la remobilisation du RapB pour participer à la fabrication du RacB dépend principalement de la température de fabrication.

3.2. Résultats en centrale

La caractérisation du niveau d'homogénéité d'échantillon provenant de centrale de fabrication a été réalisée. Ces échantillons sont identifiées ER^1 et ER^2

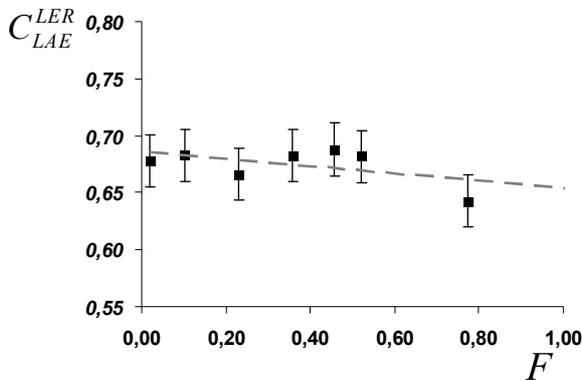
L'échantillon ER^1 a été fabriqué en utilisant un bitume de grade 20/30 dans un tambour malaxeur à contre courant (sans préchauffage des AE). Sa teneur en agrégats d'enrobé est de 50%. La température de sa fabrication était de 160°C .

L'échantillon ER^2 a été fabriqué en utilisant un bitume modifié 13/20 dans une centrale à tambour parallèle (avec préchauffage des AE). Sa teneur en agrégats d'enrobé est de 40%. La température de sa fabrication était de 180°C.

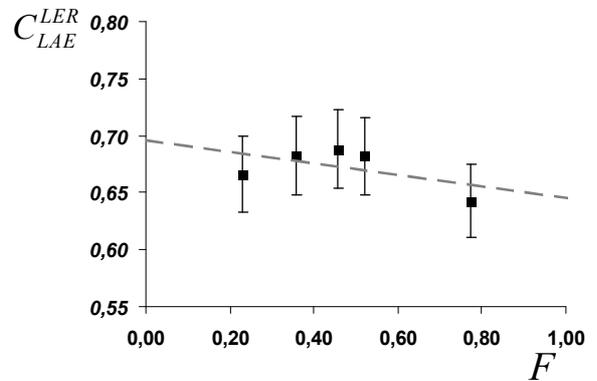
Les résultats sont présentés sur les figures 7 A et 8 B.

Sur les figures 7 A et 8 A qui correspondent respectivement à l'analyse des solutions Sol_i collectées à partir des échantillons ER^1 et ER^2 , la valeur moyenne du niveau d'oxydation est largement supérieure à celle que permettait de supposer la formulation. De plus, sur la figure 8 A, les 30% premiers pourcents de liant d'enrobé de recyclage présentent un profil d'oxydation qui indique que le niveau d'oxydation en centrale sont très différent de ceux existant en laboratoire.

Dans le but tenir compte de cet artéfact et de calculer la pente appropriée, les 30% premiers pourcents de liant d'enrobé de recyclage ne sont pas pris en compte. Les figures résultantes de cette correction sont présentées respectivement pour les échantillons ER^1 et ER^2 sur la partie droite de leur figures respective 7 B t 8 B.

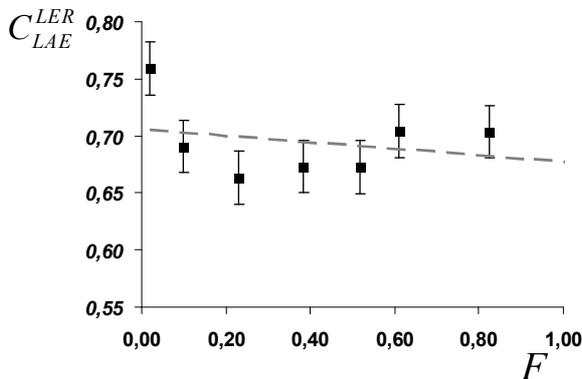


A - Figure non corrigée de l'échantillon ER^1
Pente égale à $-0,03 \pm 0,04$

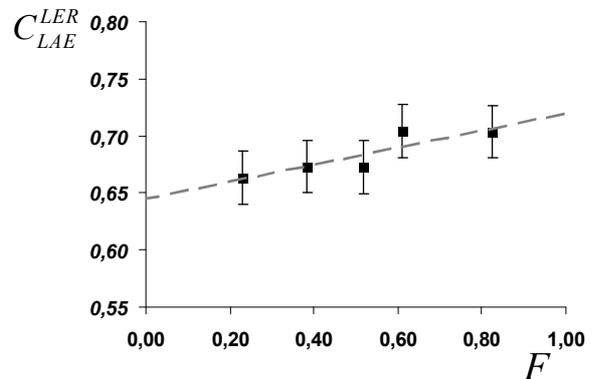


B - Figure corrigée de l'échantillon ER^1
Pente égale à $-0,05 \pm 0,04$

Figure 7 - Figures avant et après correction : échantillon ER^1



A - Figure non corrigée de l'échantillon ER^2
Pente égale à $-0,03 \pm 0,04$



B - Figure corrigée de l'échantillon ER^2
Pente égale à $0,07 \pm 0,06$

Figure 8 - Figures avant et après correction : échantillon ER^2

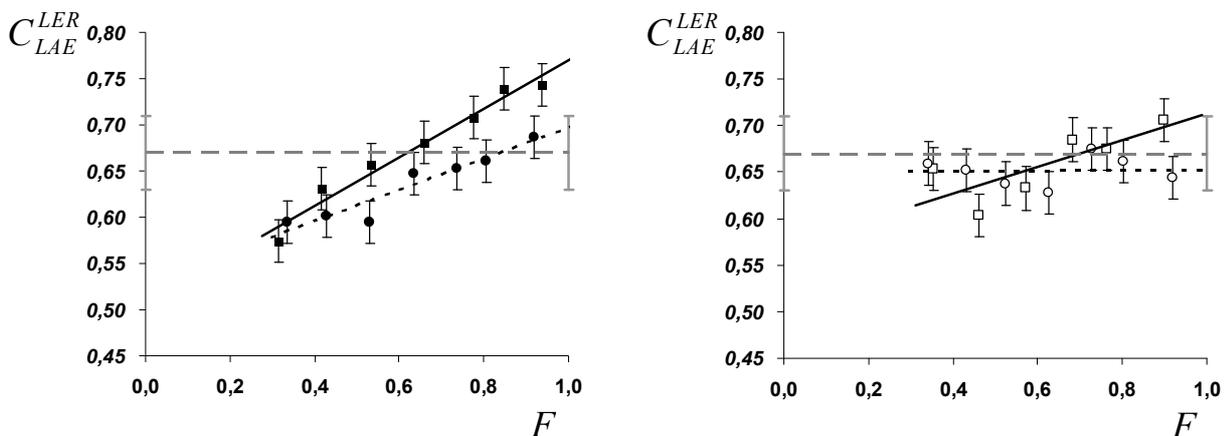
Concernant l'échantillon ER^1 (figure 7), il n'y a pas de modification significative de la pente imputable à la suppression des 30% premiers pourcents de liant d'enrobé de recyclage. En accord avec les remarques précédentes, la pente indique un bon degré d'homogénéité entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé.

Concernant l'échantillon ER^2 (figure 8), il y a une modification significative de la pente imputable à la suppression des 30% premiers pourcents de liant d'enrobé de recyclage. Le degré d'homogénéité indiqué par la pente indique un bon mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé, mais inférieur à l'échantillon précédent.

3.3. Correction de laboratoire

En accord avec les corrections apportées aux échantillons provenant de centrale de fabrication, une correction identique a été apportée aux échantillons précédemment étudiés en laboratoire et les pentes ont été calculées. Les résultats sont présentés sur les figures 9 et 10 pour les températures de fabrication de 110°C et 160°C (les légendes sont identiques à celles précédemment utilisées pour les figure 5 et 6).

Concernant les échantillons $ER_{110,40}^{0/14}$, $ER_{110,240}^{0/14}$ et $ER_{160,240}^{0/14}$, la correction n'amène aucune modification des pentes. Cependant, pour l'échantillon $ER_{160,40}^{0/14}$, la correction conduit à une modification de la pente de $0 \pm 0,05$ à $0,14 \pm 0,07$. Le niveau d'homogénéité n'est donc pas aussi bon que le laissait supposé la figure 5.



$ER_{110,40}^{0/14}$: Pente égale à $0,26 \pm 0,08$

$ER_{110,240}^{0/14}$: Pente égale à $0,17 \pm 0,07$

$ER_{160,40}^{0/14}$: Pente égale à $0,14 \pm 0,07$

$ER_{160,240}^{0/14}$: Pente égale à $0,00 \pm 0,05$

Figure 9 - Figures corrigées correspondant aux échantillons $ER_{110,40}^{0/14} / ER_{110,240}^{0/14}$ (à gauche) et

$ER_{160,40}^{0/14} / ER_{160,240}^{0/14}$ (à droite)

3.4. Observation des agrégats d'enrobé dans les enrobés recyclés.

Dans le but de valider visuellement que la modification de pente reflète une différence en terme de degré d'homogénéité des liants LAE et LA, une technique d'observation a été utilisée. Pour différencier le liant d'apport et le liant des agrégats d'enrobé, un liant fluorescent au UV a été utilisé en remplacement du liant d'apport. Des échantillons d'enrobé recyclés à un taux de 70% ont été fabriqués à 160°C et 110°C.

Les durées de malaxage utilisées sont de 34 s pour la fabrication à 160°C (figure 11) et de 2 mn 26 s pour la fabrication à 110°C (figure 10). Dans chaque échantillon compacté et froid, une plaque d'enrobé recyclé a été découpé au moyen d'une scie circulaire. Les deux plaques résultantes de la découpe des échantillons fabriqués à 110°C et 160°C ont ensuite été polies sous écoulement d'eau à la température de 2°C.

Chaque plaque a été photographiée sous éclairage naturel (A) et sous éclairage UV (B). Les photographies obtenues sont présentées sur les figures 10 et 11. Sous lumière naturelle, on peut distinguer les granulats et le liant de l'enrobé recyclé noir qui est un mélange entre le liant d'apport et le liant d'agrégats d'enrobé. Sous un éclairage UV, on peut voir que la zone noire en éclairage naturel se compose de deux couleurs : La surface en jaune (1) sur les figures 10 B et 11 B correspond au mélange entre le liant d'apport fluorescent et d'agrégats d'enrobé. Les zones plus sombres (2) correspondent à un liant d'agrégat d'enrobé moins bien mélangé que dans la zone jaune (1).

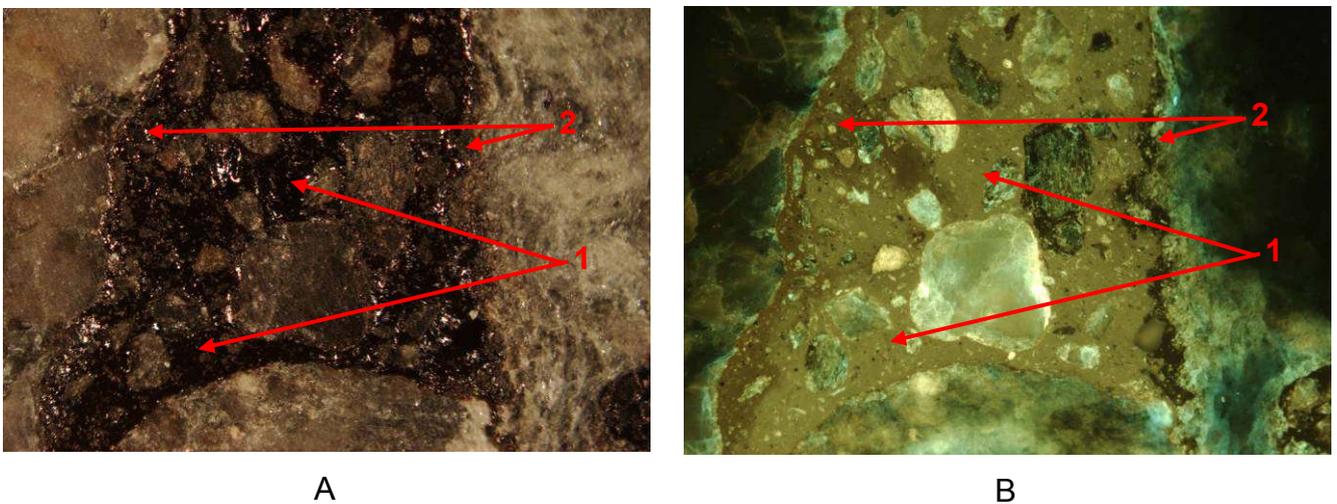


Figure 10 - Images d'un échantillon fabriqué à 110°C et malaxé 2 mn 26 s sous lumière naturelle (A) et sous lumière UV (B)

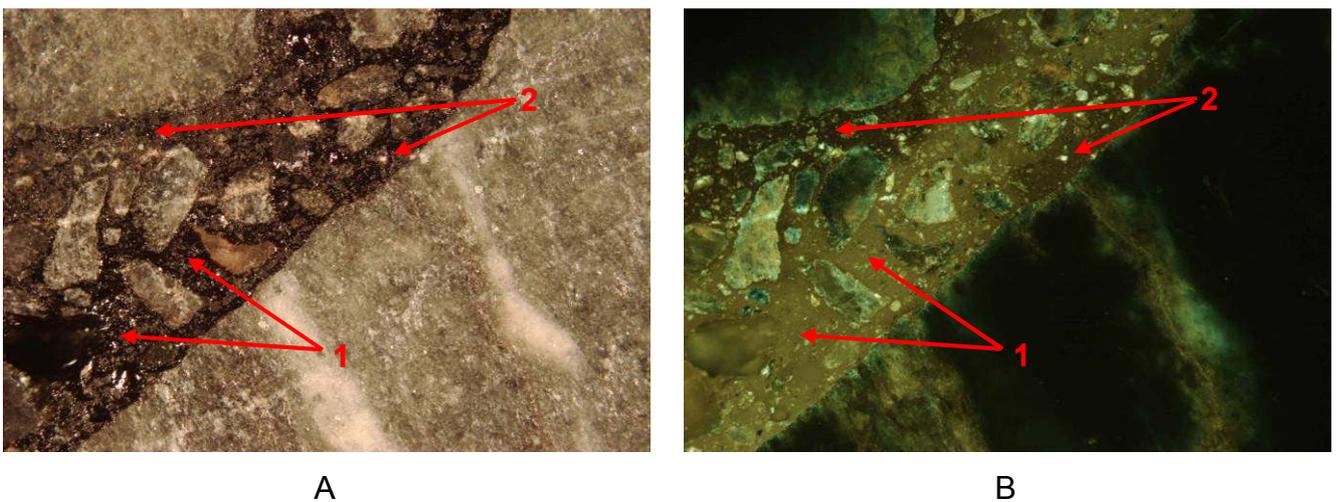


Figure 11 - Images d'un échantillon fabriqué à 160°C et malaxé 34 s sous lumière naturelle (A) et sous lumière UV (B)

Cette technique d'observation a été utilisée pour mesurer la dépendance du degré d'homogénéité des liants en fonction de la température et de la durée du malaxage. Les résultats ne sont pas présentés ici.

Sur ces images des amas d'agrégats d'enrobé sont localisés à la surface des granulats sans savoir si ces derniers sont recyclés ou apportés. Sur la figure 10 B, les deux couleurs sombres diffèrent. Elles peuvent être le résultat de l'existence de deux types de liant dans les agrégats d'enrobé. L'origine de pentes identiques lors de la caractérisation des échantillons $ER_{110,240}^{0/14}$ et $ER_{160,40}^{0/14}$ par le dispositif précédemment présenté peut résulter de la présence d'amas à la surface de leurs granulats.

4. CONCLUSION

Un système d'extraction progressive du liant d'un enrobé recyclé a été développé et mis au point ; il est basé sur la lixiviation d'un échantillon d'enrobé recyclé. Cette lixiviation est réalisée en pulvérisant du solvant sur l'échantillon. Une mesure par spectrométrie infrarouge de la concentration en liant d'agrégats d'enrobés dans le liant lixivié a ensuite été proposée ; sa fiabilité a été validée par des mesures effectuées sur des échantillons modèles.

Des échantillons d'enrobés à fort taux de recyclage (70%), correspondant à des conditions de fabrications différant par la température de fabrication (110°C et 160°C) et la durée de celle-ci (temps de malaxage 40 secondes et 240 secondes), ont été étudié à l'aide du système expérimental mis en place. L'analyse des résultats obtenus a permis de mettre en évidence l'influence du malaxage et de la température sur l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé.

L'influence de la température de fabrication a été identifiée comme étant le principal facteur agissant sur l'homogénéité du liant de l'enrobé recyclé, la durée de malaxage n'intervenant que de façon moins marquée pour des températures de fabrication réduites.

Des images d'échantillons fabriqués à 110°C et 160°C suggèrent l'existence d'amas d'agrégats d'enrobé au sein de l'enrobé recyclé et qui ne participent pas au liant de l'enrobé recyclé.

L'étude des performances mécaniques d'échantillons d'enrobés recyclés, fabriqués dans les mêmes conditions que ceux étudiés dans cet article, est en cours. Elle permettra de connaître l'influence de l'hétérogénéité du liant du Rac sur les performances mécaniques des enrobés recyclés.

Ces premiers essais réalisés en centrale de fabrication sont encourageant. Ils permettront de corriger les temps de collecte des lixiviats. D'autres essais en centrale doivent être réalisés en incluant des fabrications chaudes et tièdes pour poursuivre le développement.

La méthode proposée est la première à mesurer la qualité de l'enrobage. Elle peut contribuer au développement maîtrisé des procédés tièdes contenant un fort taux de produit recyclé. Cette méthode est un moyen de mesurer les limites des procédés d'enrobage actuels et de les caractériser en terme de degré d'homogénéité entre le liant d'apport et de liant d'agrégats d'enrobé.

REMERCIEMENTS

Ces travaux ont été réalisés avec le soutien de l'Agence Nationale de la Recherche et de la Technologie.

RÉFÉRENCES

1. A. Jullien, in *Proceedings of the 3rd Eurasphalt & Eurobitume Congress, Vienna, 2004*, paper 368
2. F. Perez, in *Proceedings of the 3rd Eurasphalt & Eurobitume Congress, Vienna, 2004*, paper 098
3. J.A. González-León, in *Proceedings of the 88th TRB Annual Meeting, Washington D.C., 2009*, 09-1200
4. NF EN 13108-1:2006, Bituminous mixtures - Material specifications - Part 1: Asphalt concrete
5. I.L. Al-Qadi, Illinois Center for Transportation, Report ICT-R27-11, 2009
6. J. Van Der Kooij, in *Proceedings of the 1st Euroasphalt and Bitume Congress, Strasbourg, 1996*, 5.137
7. P. Renken, in *Proceedings of the 4th Euroasphalt and Eurobitume Congress, Copenhagen, 2008*, 403-017
8. P. Renken, in *Proceedings of the 3rd Euroasphalt and Eurobitume Congress, Vienna, 2004*, paper 173
9. R. McDaniel, NCHRP Project 9-12, 2001
10. A. Shah, *Transp. Res. Rec.* **1998**, 103-111 (2007)
11. L.J. Zearley, IOWA DOT, Report MLR 79-3, 1979
12. EN 12697-1:2000, Bituminous mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 1: Soluble binder content
13. EN 12697-3:2005, Bituminous mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 3: Bitumen recovery. Rotary evaporator
14. EN 1426:2000, Methods of tests for petroleum and its products. Bitumen and bituminous binders. Determination of needle penetration
15. S.H. Carpenter, *Transp. Res. Rec.* **777**, 15-22 (1980)
16. G. Bicheron, *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées* **182**, 83-88 (1992)
17. B. Huang, *Transp. Res. Rec.* **1929**, 1, 37-45 (2005)
18. EN 12697-35:2007, Bituminous mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 35: Laboratory mixing
19. M. Dalibart, *Techniques de l'ingénieur* **P2 845**, 1-26 (2000)
20. S. Yoon, *Korean J. Chem. Eng.* **26**, 1, 64-71 (2009)
21. X. Silverstein, *Spectrométrie de composés organiques*, 5th edn. (De Boeck Université, 1998)
22. J. Lamontagne, *Fuel* **80**, 4, 483-488 (2001)
23. V. Mouillet, *Fuel* **87**, 7, 1270-1280 (2008)