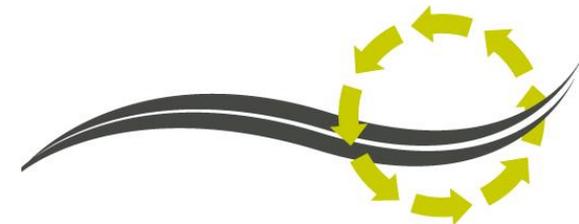


Journée de restitution des résultats du Projet ANR IMPROVMURE  
6 décembre 2018 Paris

# Formulation, fabrication en laboratoire et propriétés d'usage

Paul MARSAC, Ifsttar  
(MAST/MIT)



PN MURE - ANR IMPROVMURE

# Objectif



Préciser l'influence combinée des nouveaux procédés tièdes (mousse et additif) et du multi-recyclage sur les propriétés d'usage usuelles:

- ✓ la compactabilité
- ✓ la sensibilité à l'eau
- ✓ le module complexe
- ✓ la résistance à la fatigue

à une échelle semi-industrielle (*entre chantier et laboratoire*):

- ✓ machine à mousse (Foamlab AQUABlack® – MARINI-ERMONT) conçue dans le cadre du projet
- ✓ malaxeur double arbre horizontal
- ✓ raboteuse industrielle





- ⇒ Référence à chaud (170°C)
- ⇒ Tiède additif (140°C)
  - EVOTHERM® VM30 – Ingevity
- ⇒ Tiède mousse (140°C)
  - Procédé AQUABlack® – MARINI-ERMONT

**3 procédés**

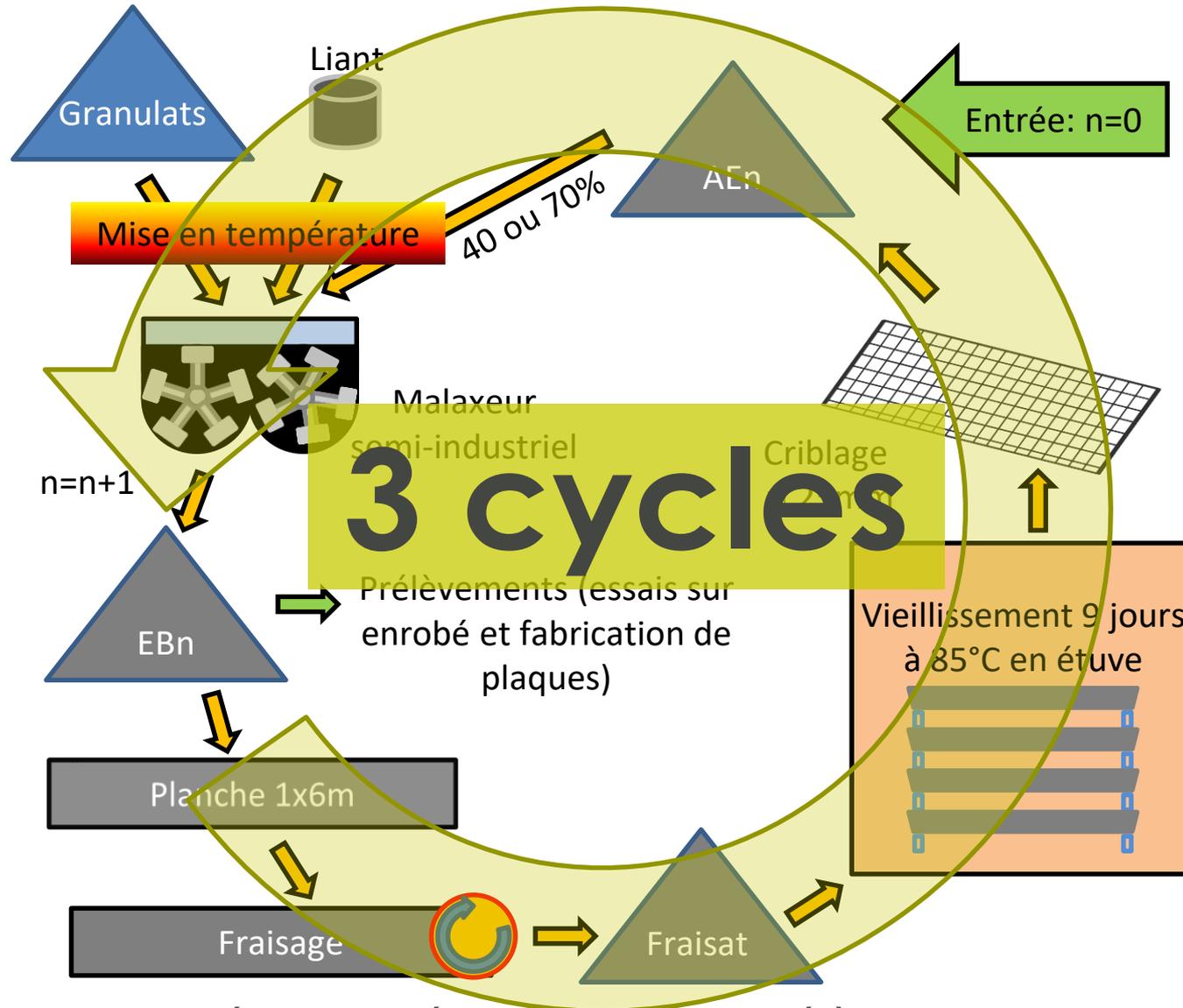
# Taux de recyclage



- ⇒ Moyen : 40% d'agrégats
- ⇒ Fort : 70% d'agrégats

**2 taux**

# Synoptique du multi-recyclage



Succession des étapes d'élaboration, de prélèvement et de recyclage

# En pratique ...



Malaxage



Mise en température



Stockage des matériaux (≈30t)



Planche de fraisage



Récupération des fraisats



Fraisage



Viellissement



Stockage des AE

# Modalités testées



- ⇒ 3 procédés
  - ⇒ 2 taux
  - ⇒ 3 cycles de recyclage
- 18
- ⇒ 3 modalités sans recyclage
- 21 modalités

Modalité	Sans recyclage	Recyclage cycle 1	Recyclage cycle 2	Recyclage cycle 3
Chaud 0%	LH0-0	-	-	-
Tiède additif 0%	LWA0-0	-	-	-
Tiède mousse 0%	LWF0-0	-	-	-
Chaud 40%	-	LH40-1	LH40-2	LH40-3
Chaud 70%	-	LH70-1	LH70-2	LH70-3
Tiède additif 40%	-	LWA40-1	LWA40-2	LWA40-3
Tiède additif 70%	-	LWA70-1	LWA70-2	LWA70-3
Tiède mousse 40%	-	LWF40-1	LWF40-2	LWF40-3
Tiède mousse 70%	-	LWF70-1	LWF70-2	LWF70-3



## ➔ BBSG3 0/10

- Reconstitutions initiales (cycle 1) issues des chantiers du PN MURE

Matériaux	Sans recyclage	Cycle 1 40% AE	Cycle 1 70% AE
6/10 Malavaux	39,7%	31,6%	21,8%
2/6 Malavaux	18,0%	10,0%	2,8%
0/2 Malavaux	33,1%	13,0%	2,9%
Filler calcaire	3,8%	1,8%	0,0%
Agrégats	0,0%	40,0%	70,0%
Bitume Total Feyzin	5,4%	3,6%	2,5%

- Matériaux et bitumes fournis par le PN

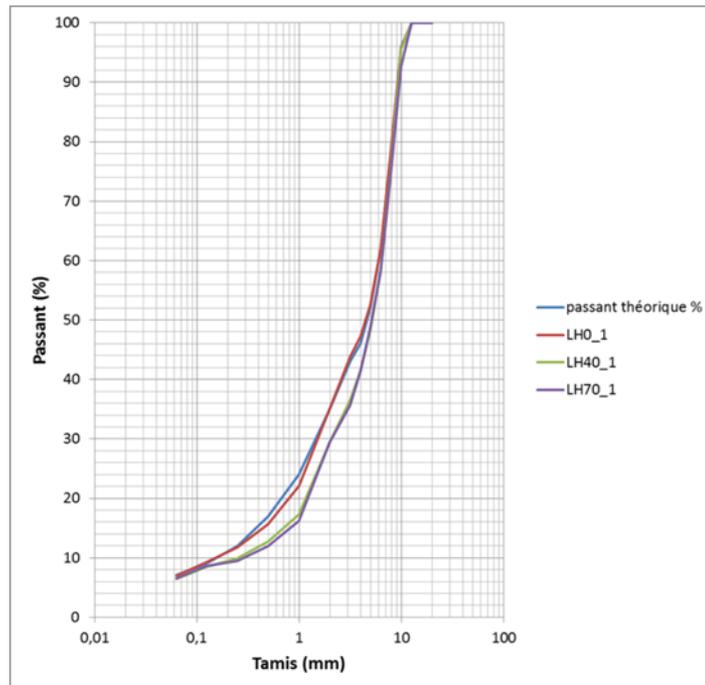




- ⇒ Choix du bitume d'apport
  - Décalage d'une classe entre le cycle 1 et les cycles 2 et 3

Modalités	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3
40% AE	35/50	50/70	50/70
70% AE	50/70	160/220	160/220

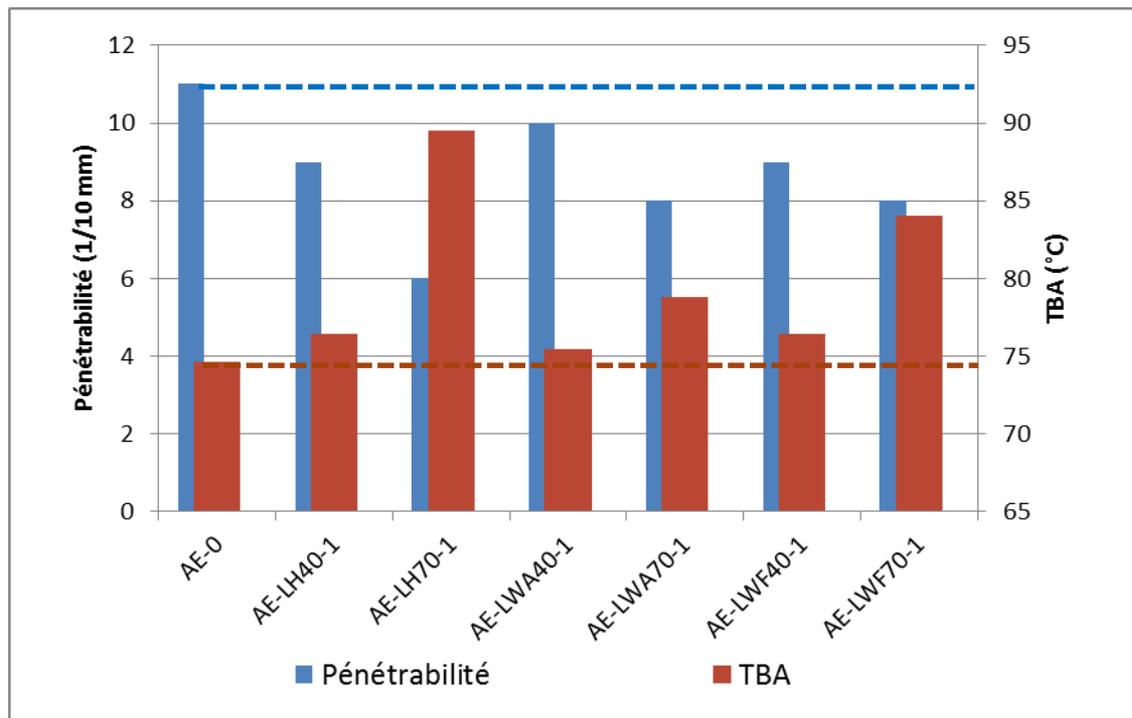
- ⇒ Ajustement de la courbe granulométrique
  - AE0: courbe granulaire différente de la courbe granulaire de recombposition



- ⇒ Courbe théorique et modalités sans recyclage
  - Passant à 2mm  $\approx$  35%
- ⇒ Modalités avec recyclage
  - Passant à 2mm  $\approx$  30%



- ➔ Pénétrabilité et TBA des bitumes extraits des AE du cycle 1 après vieillissement

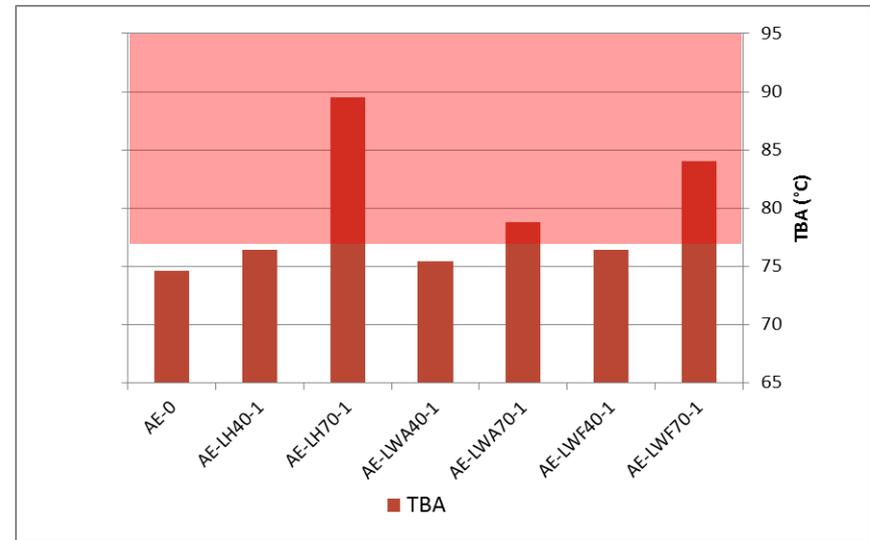
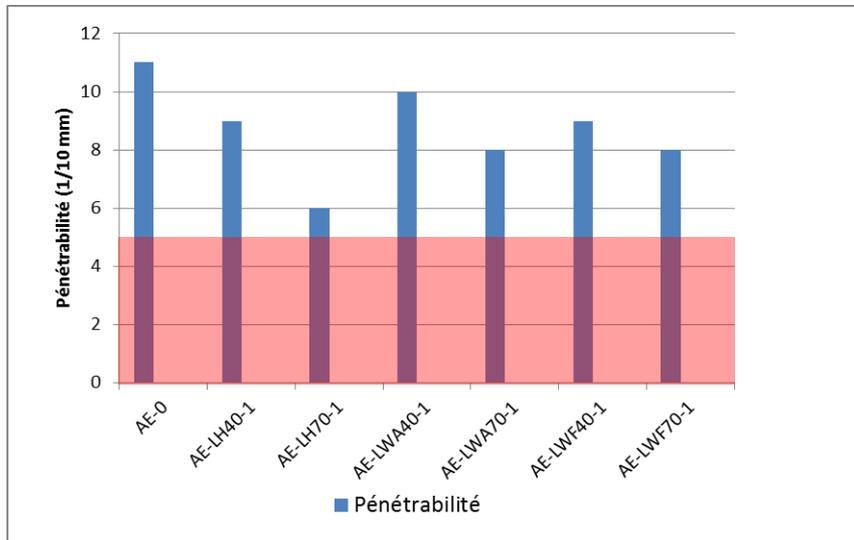


- ➔ Pour tous les AE obtenus:
  - pénétrabilité < pénétrabilité de l'AE-0 (agrégat initial)
  - TBA > TBA de l'AE-0
- ➔ Méthode de vieillissement validée

# AE: comparaison aux seuils du GUNE 2008 (§7)

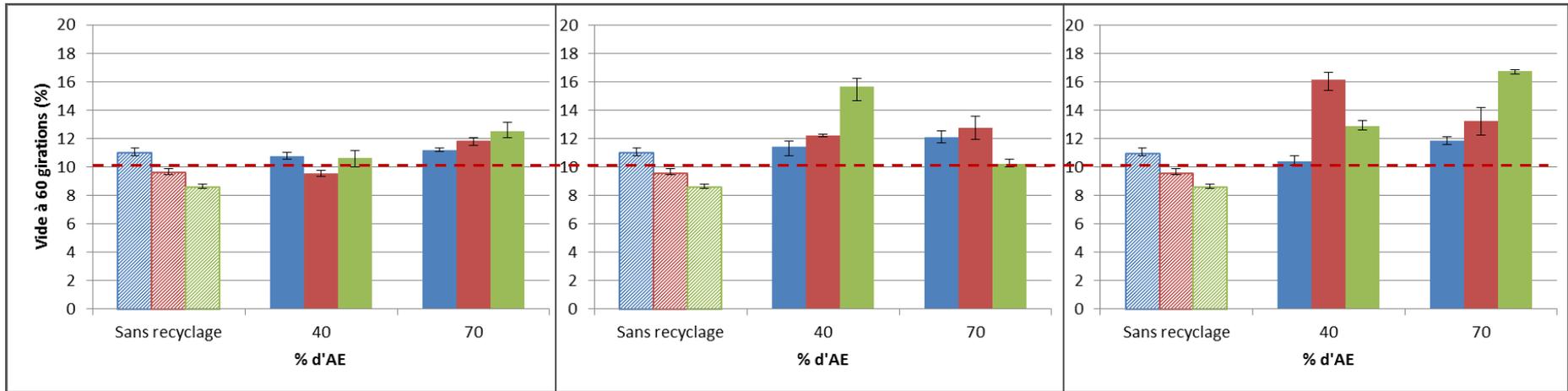
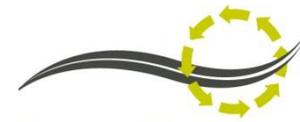


- ➔ Critères catégories  $B_1$  et  $B_2$ 
  - Pénétrabilité minimale = 5
  - TBA maximale = 77



- ➔ TBA > 77 pour AE issus des formules à 70%
- ➔ Critère TBA plus discriminant

# Compactabilité : PCG 60 girations



Cycle 1

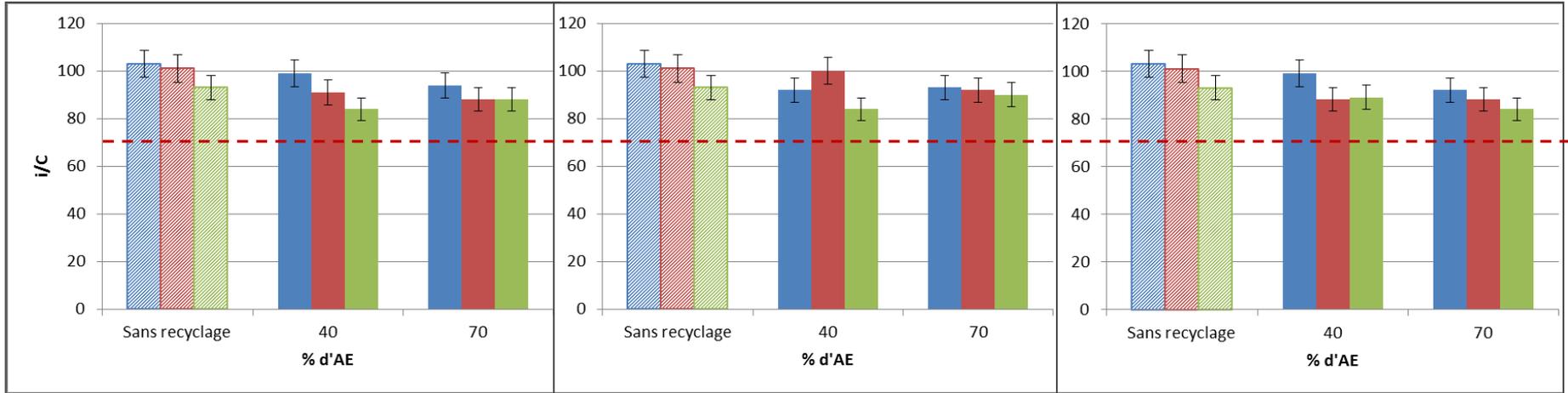
Cycle 2

Cycle 3

■ LH  
■ LWA  
■ LWF

- Formule relativement difficile à compacter
  - seulement 3 modalités conformes à la norme produit NF EN 13108-1 :  
Vmax = 10%.
- Effet de l'écart sur les courbes granulométriques  $\approx + 1$  à 1,5% pour les formules avec recyclés
- % vide plus élevés pour les formules tièdes après 3 cycles
- Compactage plus difficile dans certaines conditions de multi-recyclage avec procédés tièdes
  - Compensable à la formulation

# Sensibilité à l'eau : i/C DURIEZ



Cycle 1

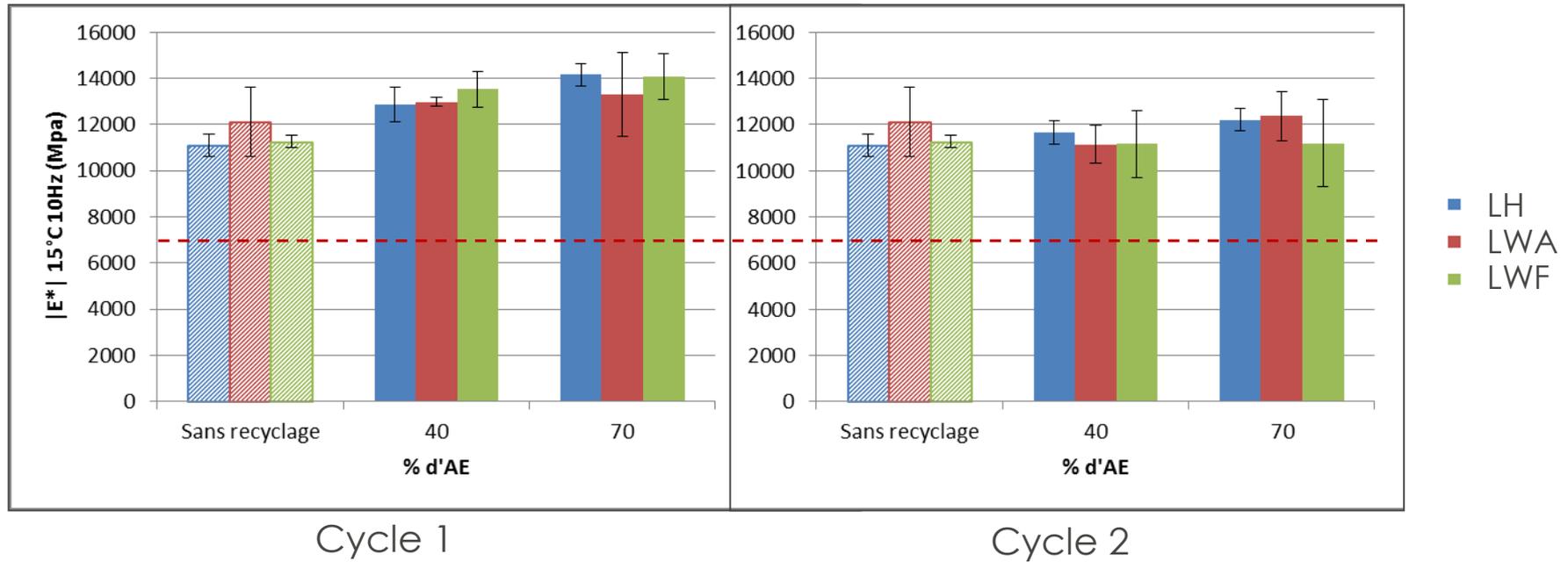
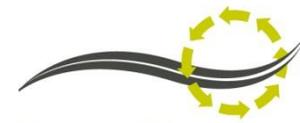
Cycle 2

Cycle 3

■ LH  
■ LWA  
■ LWF

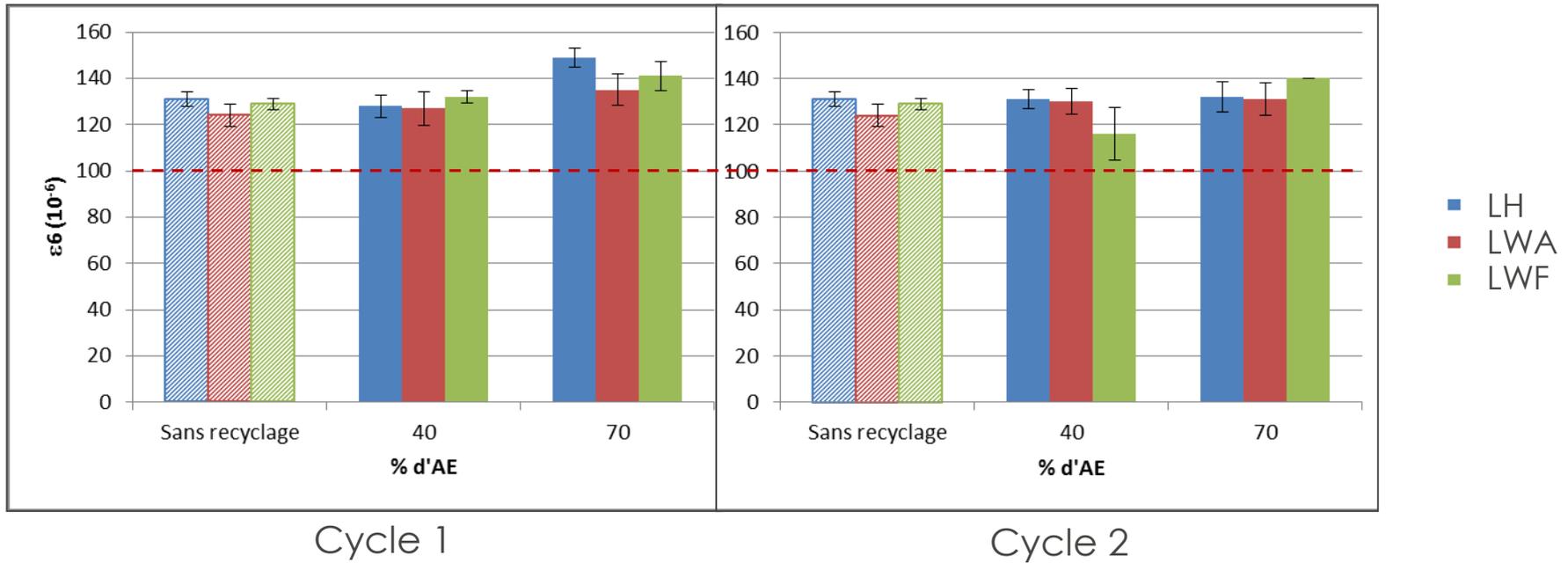
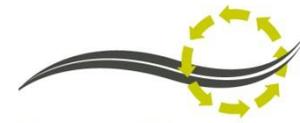
- Toutes les modalités sont conformes à la norme produit ( $i/C \geq 70$ )
- Tendances:
  - chaud > tiède additif > tiède mousse
  - 0% > 40% > 70%
  - pas d'effet multi-recyclage
- Procédés tièdes avec agrégats un peu plus sensibles à l'eau

# Module (2PB) 15°C 10Hz (corrigé pour 5,3% de vide)



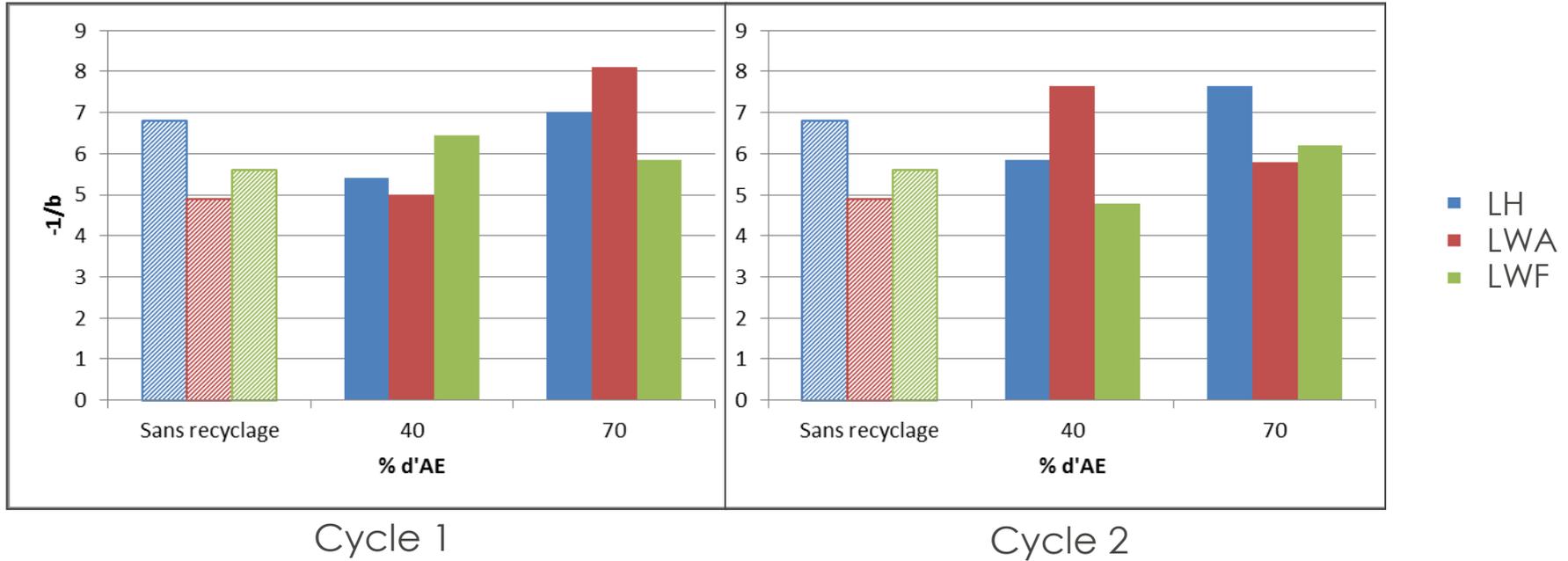
- Toutes les modalités sont conformes à la norme produit ( $S_{\min} \geq 7000$  MPa)
- Tendances:
  - cycle 1: modules supérieurs pour les modalités avec AE
  - cycle 2: modules équivalents
- Effet du liant d'apport (35/50 et 50/70 cycle 1, 50/70 et 160/220 cycle 2)
- Si bonne compensation du liant des AE, modules  $\approx$  constants

# Résistance à la fatigue (2PB) $\epsilon_6$



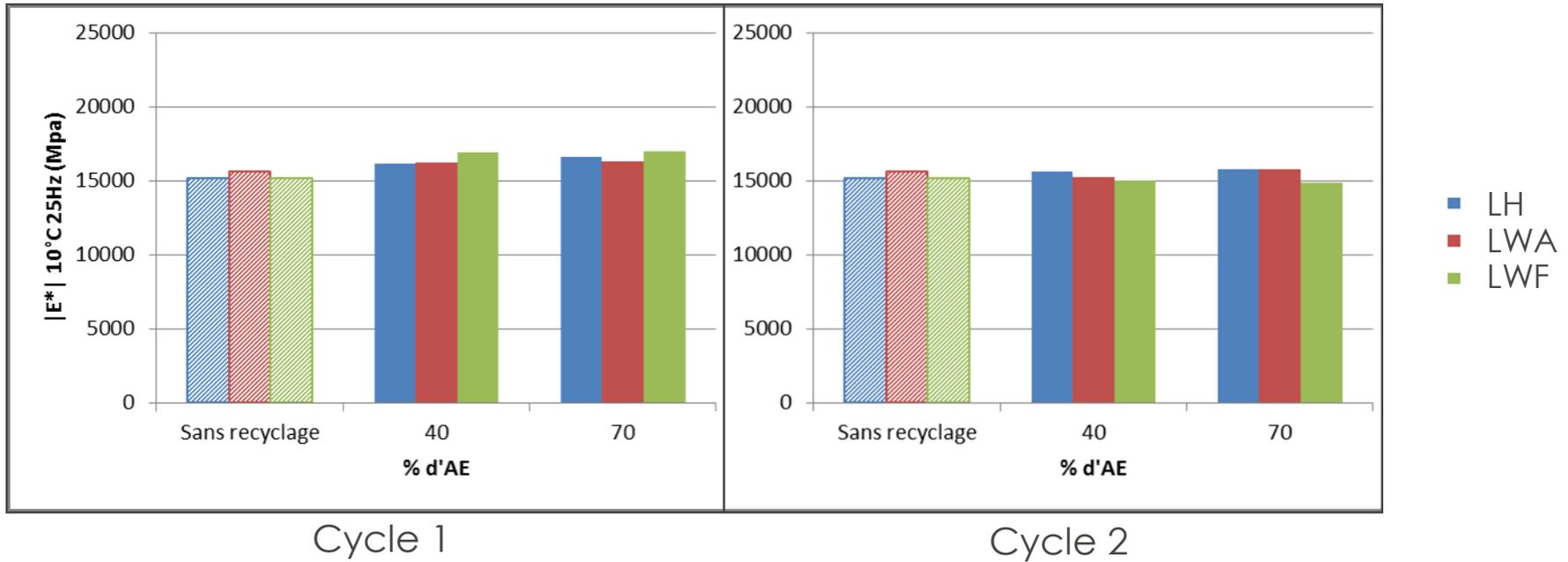
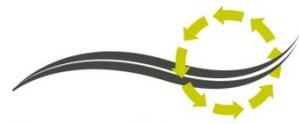
- ➔ Toutes les modalités sont conformes à la norme produit ( $\epsilon_6 \geq 100.10^{-6}$ )
- ➔ Valeurs  $\epsilon_6 \approx$  équivalentes pour toutes les modalités

# Résistance à la fatigue (2PB) pente $-1/b$



- ➔ Pentés dispersées sans tendance claire
- ➔ Peu d'impact sur la résistance en fatigue

# Résistance à la fatigue (2PB) Module initial (10°C 25Hz)



➡ Confirme les tendances observées à 15°C 10Hz

- Effet du liant d'apport (35/50 et 50/70 cycle 1, 50/70 et 160/220 cycle 2)



## ⇒ La compactabilité

- diminue dans certaines conditions de multi-recyclage avec les procédés tièdes

## ⇒ La sensibilité à l'eau

- augmente en fonction du taux de recyclage
- est plus élevée pour les procédés tièdes
- n'est pas affectée par le multi-recyclage

## ⇒ Le module à 15°C 10Hz

- dépend de la compensation apportée par le bitume d'apport
- sous réserve d'une bonne compensation, ne semble pas significativement affecté par le taux de recyclage, le type de procédé ou le multi-recyclage

## ⇒ La résistance en fatigue

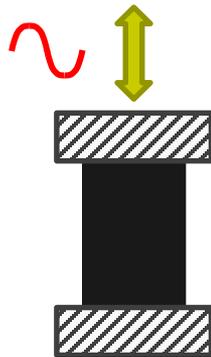
- ne semble pas significativement affectée par le taux de recyclage, le type de procédé ou le multi-recyclage



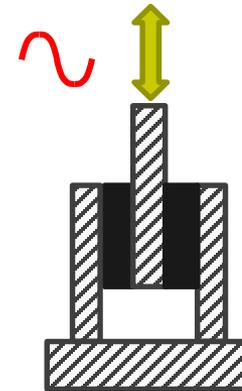
# Essais sur les liants extraits des enrobés

(Cycle 1)

- ⇒ Pénétrabilité
- ⇒ Température de ramollissement bille-anneau
- ⇒ Module complexe:  $|E^*|$  et phase

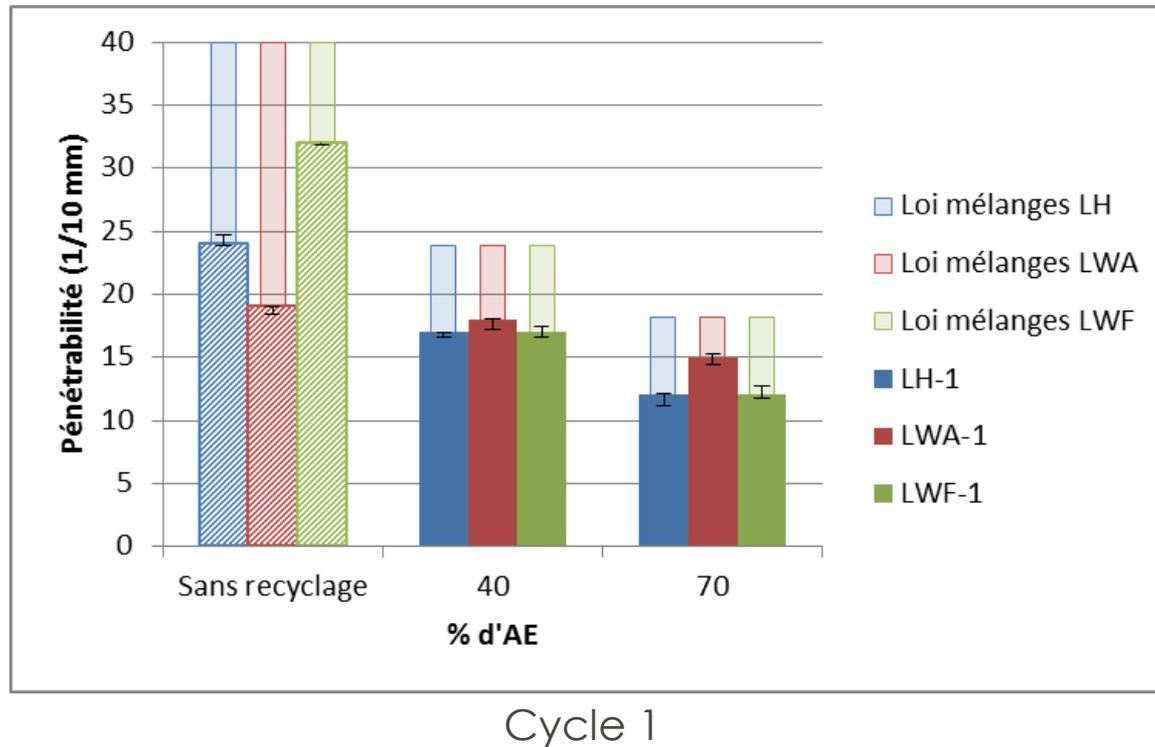
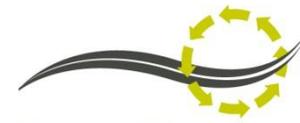


traction/compression



cisaillement annulaire

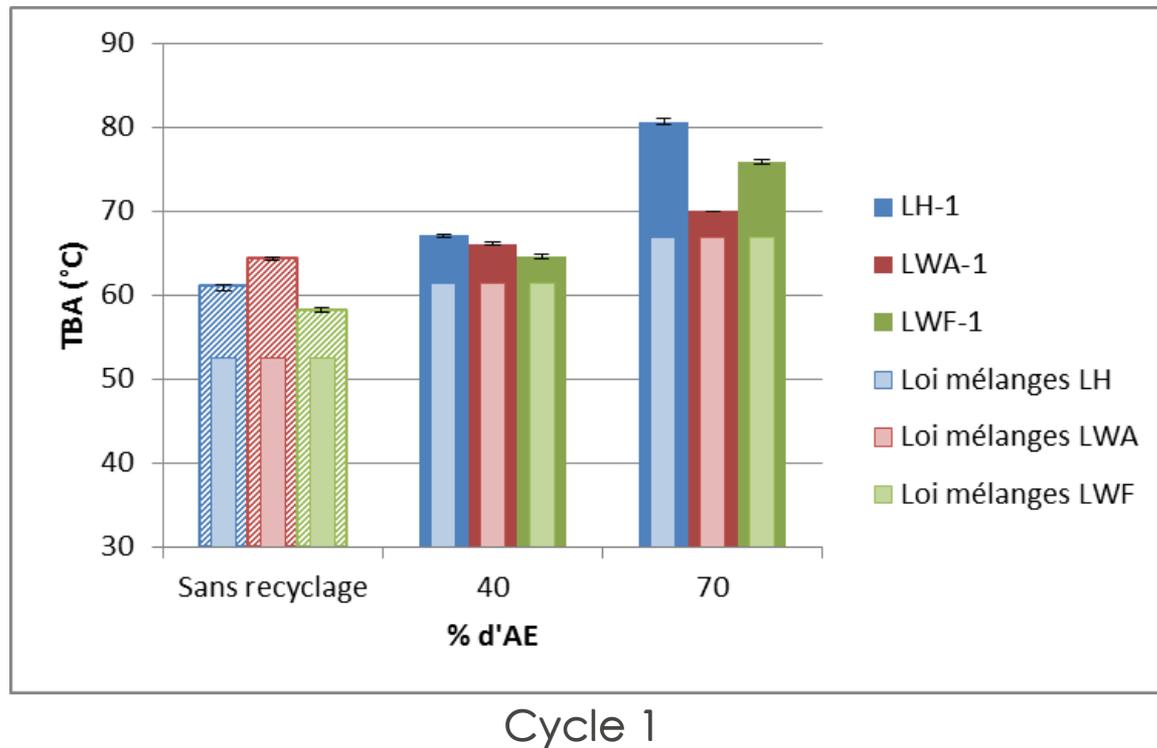
# Essais sur les liants extraits des enrobés fabriqués Pénétrabilité



- Valeurs obtenues avec la loi des mélanges supérieures aux valeurs mesurées
- 0% > 40% > 70% (mais différences faibles pour le tiède avec additif)

# Essais sur les liants extraits des enrobés fabriqués

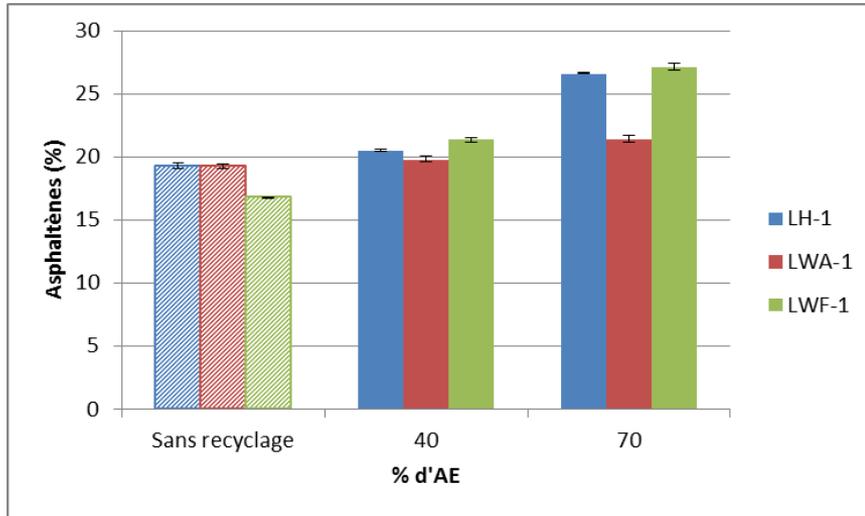
## Température de ramollissement bille anneau (TBA)



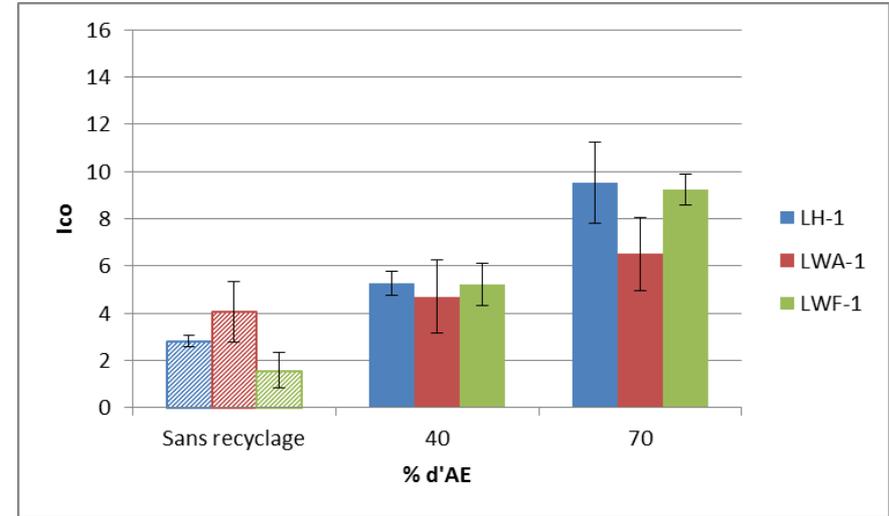
- Valeurs obtenues avec la loi des mélanges inférieures aux valeurs mesurées
- 0% < 40% < 70% (différences faibles pour le tiède avec additif)
- Lois des mélanges pénétrabilité et TBA  $\approx$  bitume théorique équivalent à celui du mélange mais avant fabrication.

# Essais sur les liants extraits des enrobés fabriqués

## Teneur en asphaltènes et Indice Carbonyle



Cycle 1



Cycle 1

- ⇒ Mêmes tendances que TBA
- ⇒ 0% < 40% < 70% (différences faibles pour le tiède avec additif)
- ⇒ Effet de l'additif sur les propriétés du liant?

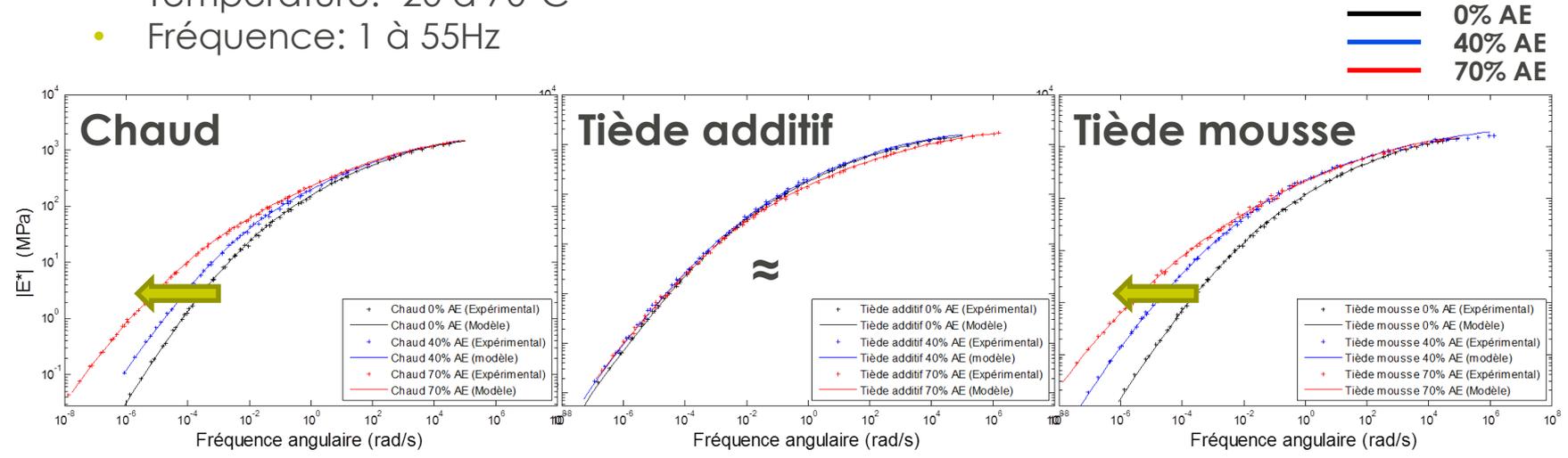
# Essais sur les liants extraits des enrobés fabriqués

## Courbes maitresses | $E^*$ | (cycle 1)



### Appareil Metravib

- sollicitation en traction/compression ou en cisaillement annulaire
- Température: -20 à 70°C
- Fréquence: 1 à 55Hz



Tiède additif : courbes maitresses de phase similaires pour les 3 modalités de recyclage (0%, 40% et 70%)

Chaud et tiède mousse: en première approximation, taux de recyclage  $\approx$  translation des courbes maitresses

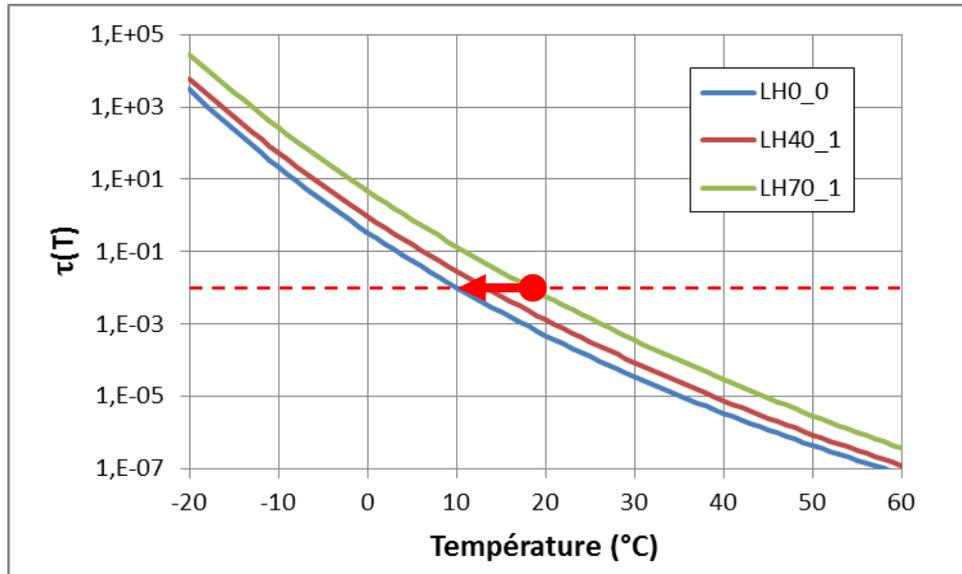
- Recyclage équivalent à une variation du temps ou de la température

# Essais sur les liants extraits des enrobés fabriqués



## Courbes maitresses | $E^*$ | (cycle 1)

- Estimation des valeurs de translation en température par rapport à la référence à chaud 0% (LH0\_0)



Sans recyclage	$\Delta T$ WLF (°C)	$\Delta T$ Arr (°C)	Moyenne (°C)
LH0-0	0,0	0,0	0,0
LWA0-0	-2,4	-2,5	-2,4
LWF0-0	2,9	3,1	3,0

Recyclage Cycle 1	$\Delta T$ WLF (°C)	$\Delta T$ Arr (°C)	Moyenne (°C)
LH40-1	-2,7	-2,9	-2,8
LH70-1	-7,4	-7,7	-7,6
LWA40-1	-1,0	-1,1	-1,0
LWA70-1	1,6	1,4	1,5
LWF40-1	0,8	0,7	0,8
LWF70-1	-4,1	-4,3	-4,2

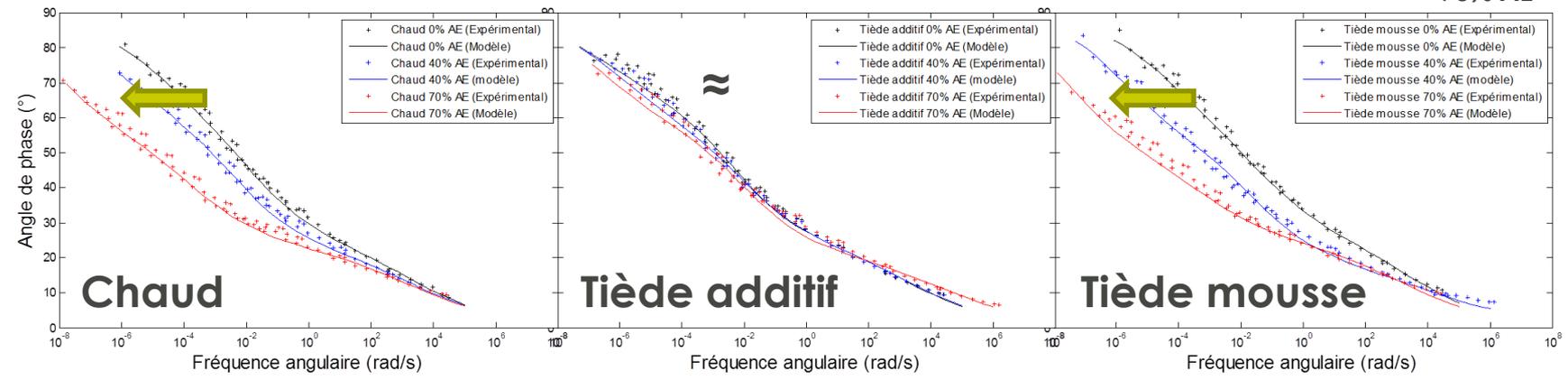
- Exemple: Pour un même temps équivalent  $\tau$ , la température est de
  - 10°C pour la référence chaud 0% (LH0\_0)
  - 17,6°C pour la modalité chaud 70% cycle 1 (LH70\_1)
- Translation positive (+1,5°C) pour la modalité tiède additif 70% ?

# Essais sur les liants extraits des enrobés fabriqués

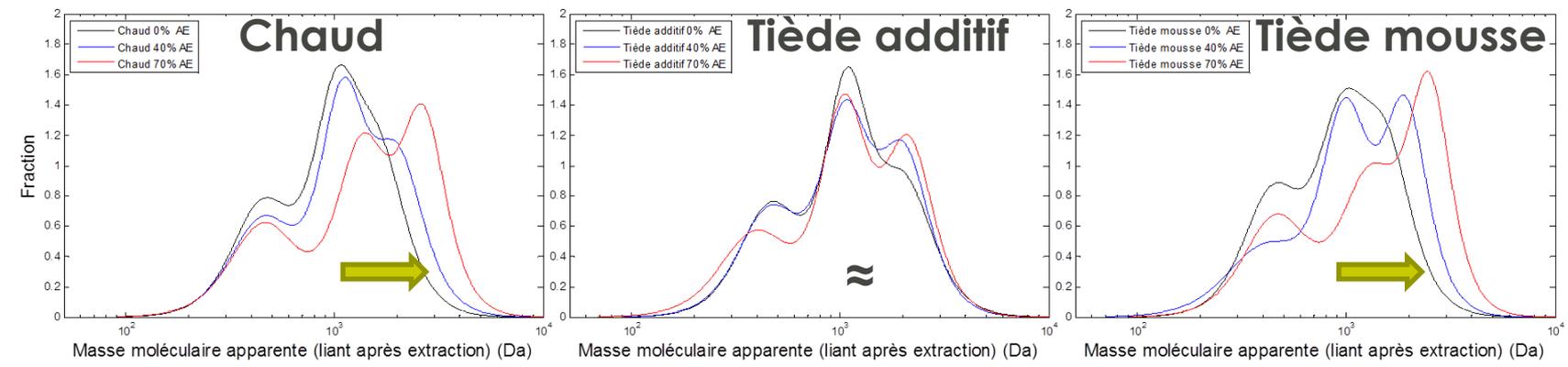
## Courbes maitresses de phase (cycle 1)



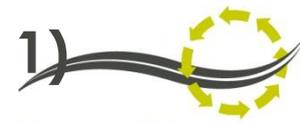
— 0% AE  
 — 40% AE  
 — 70% AE



- Tiède additif: courbes maitresses de phase similaires pour les 3 modalités de recyclage (0%, 40% et 70%)
- Exploitation suivant la  $\delta$  méthode (Themeli 2015)



- Augmentation de la masse moléculaire apparente en fonction du taux de recyclage pour les modalités chaud et tiède mousse mais pas sur le tiède additif



## ⇒ Lois des mélanges pénétrabilité et TBA

- Valeurs représentatives d'un bitume théorique équivalent à celui du mélange avant fabrication

## ⇒ Teneur en asphaltènes et Indice Carbonyle

- Même tendance que la TBA

## ⇒ Module complexe

- Effet des procédés, des taux et du multi-recyclage équivalent en première approximation à des translations en température entre 3 (mousse 0%) et -8°C (chaud 70%)
- Effet de l'additif sur les propriétés du liant?



# Essais de module complexe sur les enrobés

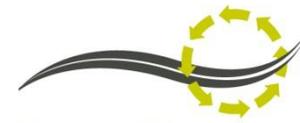
## ⇒ Flexion 2 points

- -10 à 40°C
- 1 à 40 Hz



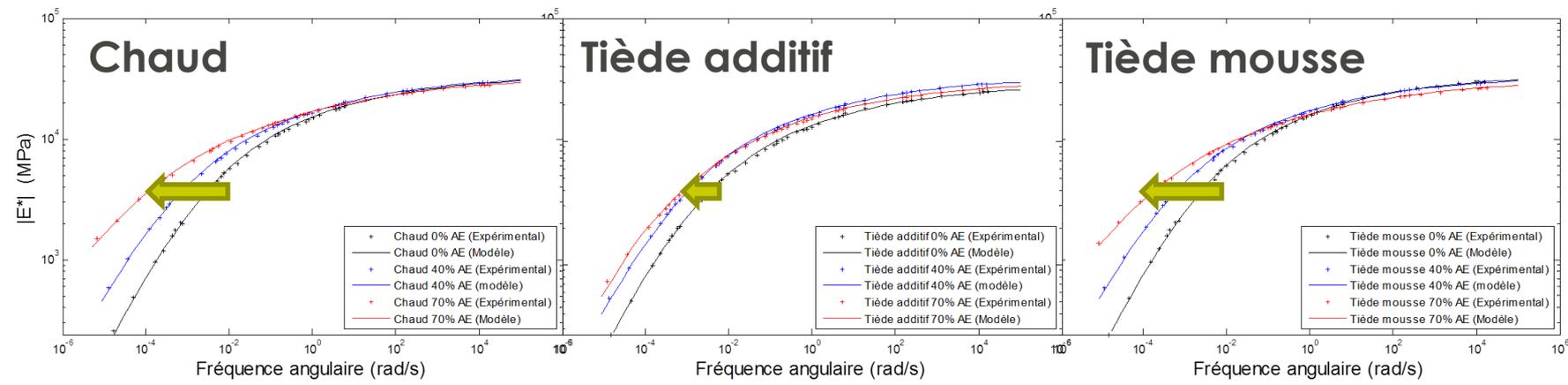
# Essais sur les enrobés fabriqués

## Courbes maitresses | $E^*$ | (cycles 1 et 2)

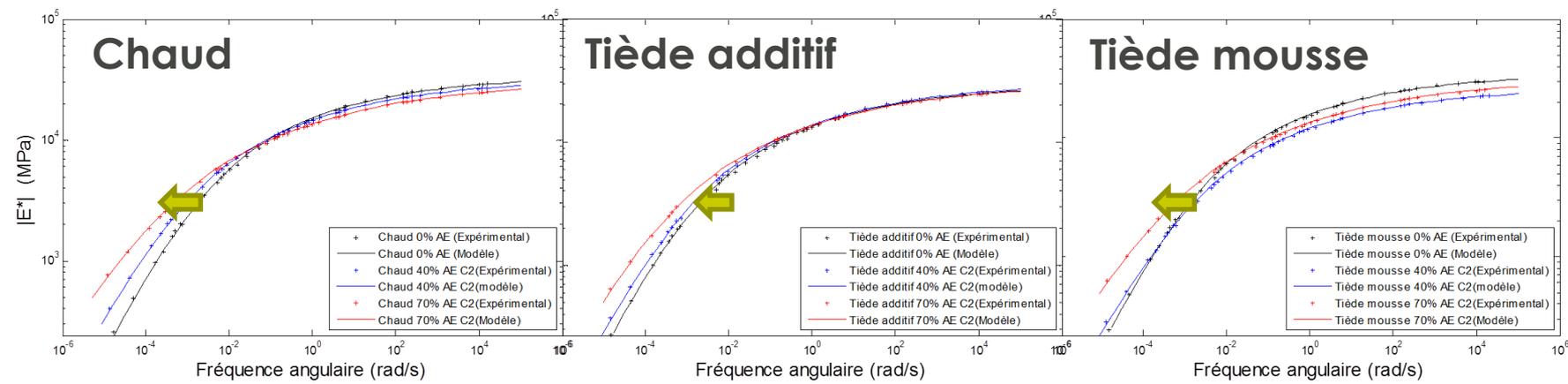


— 0% AE  
 — 40% AE  
 — 70% AE

Cycle 1



Cycle 2



- ➡ Cycle 1: Tiède additif, écarts entre modalités de recyclage (0%, 40% et 70%) faibles mais significatifs (≠ observations sur liants extraits)
- ➡ Cycle 2: écarts plus faibles, effet du changement de bitumes d'apport

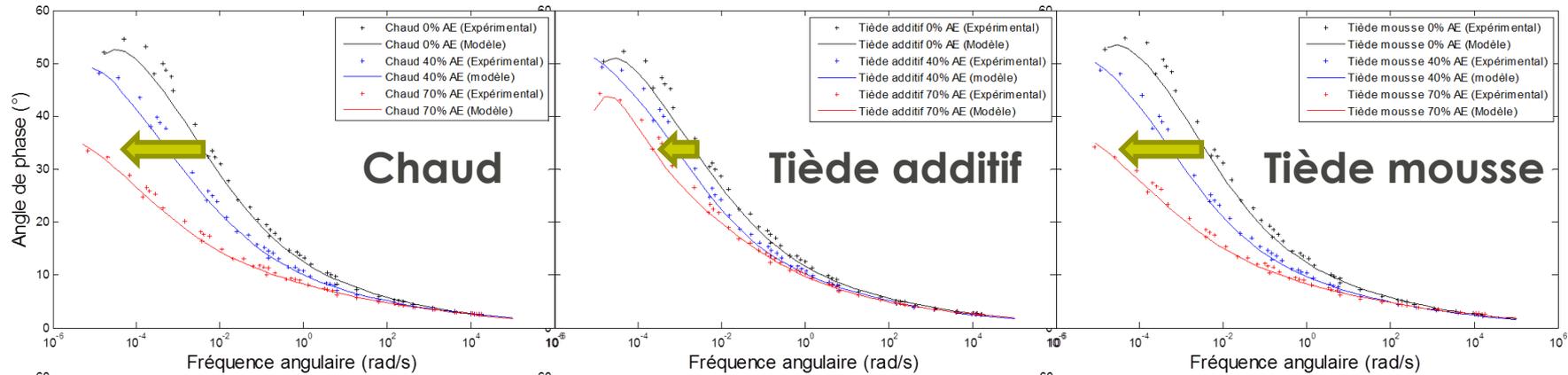
# Essais sur les enrobés fabriqués

## Courbes maitresses de phase (cycles 1 et 2)

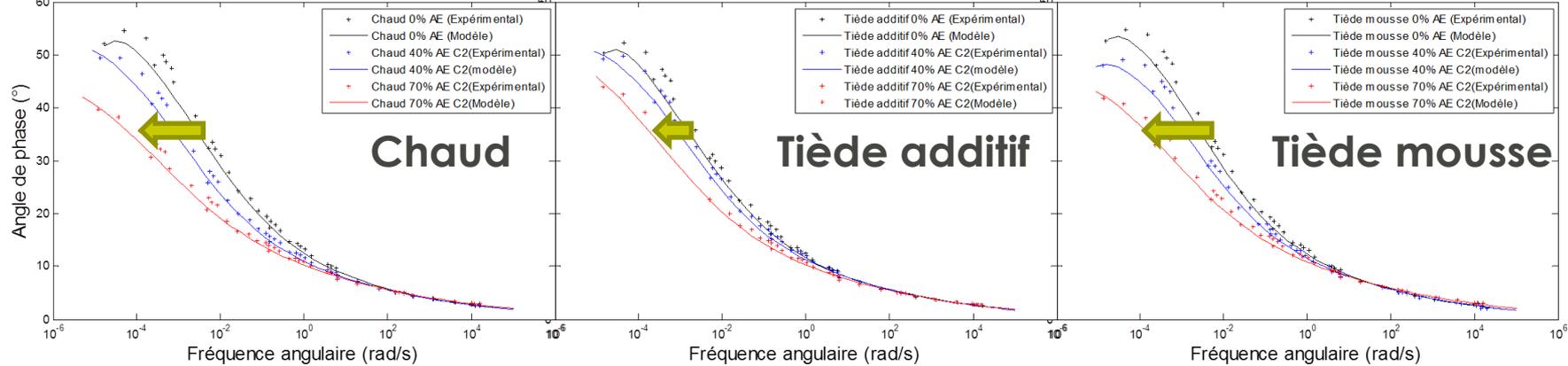


— 0% AE  
 — 40% AE  
 — 70% AE

Cycle 1



Cycle 2



➡ Confirme les tendances observées sur le module  $|E^*|$

# Essais sur les enrobés fabriqués

## Translations des courbes maitresses (cycles 1 et 2)



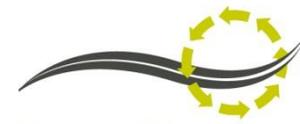
Sans recyclage	$\Delta T_{WLF}$ (°C)	$\Delta T_{Arr}$ (°C)	Moyenne (°C)
LH0-0	0,0	0,0	0,0
LWA0-0	-0,5	-0,5	-0,5
LWF0-0	-0,8	-0,8	-0,8

Recyclage Cycle 1	$\Delta T_{WLF}$ (°C)	$\Delta T_{Arr}$ (°C)	Moyenne (°C)
LH40-1	-3,8	-3,9	-3,9
LH70-1	-6,2	-6,3	-6,3
LWA40-1	-3,6	-3,7	-3,7
LWA70-1	-2,6	-2,7	-2,7
LWF40-1	-4,3	-4,4	-4,3
LWF70-1	-6,3	-6,4	-6,4

Recyclage Cycle 2	$\Delta T_{WLF}$ (°C)	$\Delta T_{Arr}$ (°C)	Moyenne (°C)
LH40-2	-2,4	-2,4	-2,4
LH70-2	-4,1	-4,2	-4,2
LWA40-2	-2,5	-2,5	-2,5
LWA70-2	-4,3	-4,3	-4,3
LWF40-2	-2,0	-2,1	-2,0
LWF70-2	-3,3	-3,4	-3,4

- ⇒ Translations par rapport à la référence à chaud sans recyclés
  - Cycle 1: entre -4°C (40%) et -6,5°C (70%), valeur faible pour tiède additif 70%
  - Cycle 2: entre -2,5 (40%) et -4 °C (70%)
- ⇒ Pilotées par le choix du bitume d'apport

# Conclusion sur les enrobés fabriqués (cycles 1 & 2)



## ⇒ Module complexe

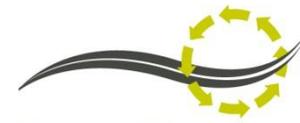
- Effet des procédés, des taux et du multi-recyclage équivalent en première approximation à des translations en température entre  $-2$  et  $-7^{\circ}\text{C}$
- Compensation possible par le choix du bitume d'apport
- Effet de l'additif sur les propriétés de l'enrobé?

# Conclusion générale



- ⇒ Par rapport au matériau de référence à chaud, la spécificité des enrobés tièdes multi-recyclés testés semble principalement résider dans leurs conditions plus délicates de mise en oeuvre (compactabilité) et leur durabilité en présence d'eau
- ⇒ Sur le plan mécanique, pour une formule et une compacité données, le module complexe dépend essentiellement de la combinaison liant des agrégats/liant d'apport dont l'effet est équivalent en première approximation à des translations en température
- ⇒ L'additif utilisé a un effet spécifique sur les propriétés mécaniques des liants extraits et des enrobés

# Remerciements



Olivier BURBAN, Cédric PETITEAU, Jean-Philippe TERRIER,  
Jérôme DEMONCHEAUX, Gilles DIDELET, Nadège VIGNARD,  
Stéphane BOURON, Sébastien BUISSON

IFSTTAR (MAST/MIT)

**Merci pour votre  
attention**