

**« Mouillabilité et miscibilité des bitumes: application au multi-recyclage »**

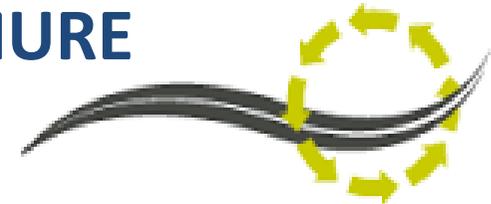
**Sabine Vassaux, ingénieure chimiste,  
Doctorante IFSTTAR/CEREMA**

# Présentation de la thèse

« Mouillabilité et miscibilité des bitumes: application au multi-recyclage »

Oct 2014 - Sept 2017

Financement ANR IMPROVMURE



PN MURE - ANR IMPROVMURE

Partenariat entre:



Laboratoire MIT« Matériaux  
Infrastructures Transport »,  
Bouguenais



Service Chimie,  
Dir. Ter. Méditerranée,  
Aix-en-Provence



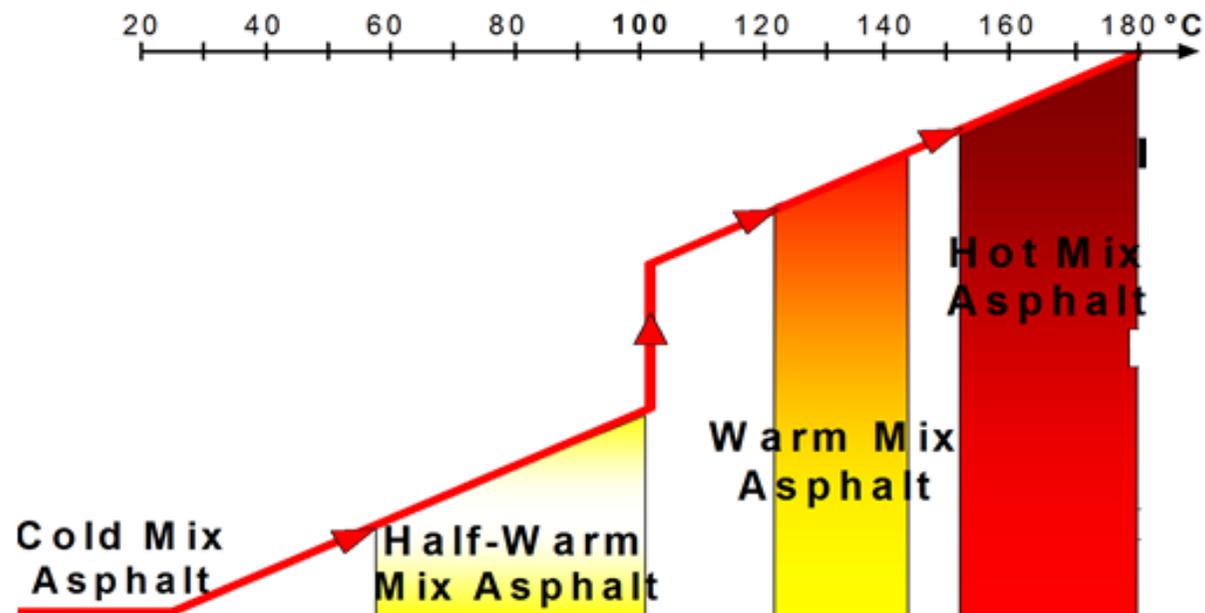
Centre d'Etudes et de  
Recherches (CER),  
Corbas

## Contexte

### Fabrication des enrobés tièdes incorporant des Agrégats d'Enrobés

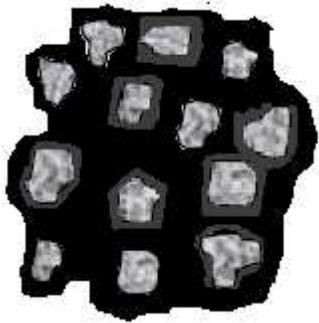
- Valorisation des déchets de route (bitume vieilli)
- Réduction de la température de fabrication

Procédé tiède:  $100\text{ °C} < \text{Température de fabrication} < 150\text{ °C}$



# Problématique

## Enrobés bitumineux tièdes incorporant des agrégats d'enrobés



### Variations de...

- **Module complexe (EN 12697-26)**  
*(Olard F et al., 2012) (Delfosse F et al., 2014)*
- **Résistance à la fatigue (EN 12697-24)**  
*(Perez-Martinez M et al., 2015) (Lopes M, 2014)*
- **Résistance à l'eau (EN 12697-12)**  
*(Somé C. et al., 2014)*



Quel est le rôle de **la température d'enrobage**  
**et l'état de vieillissement du liant**  
sur la performance et la durabilité du matériau?

# Objectifs et démarche

Comprendre les phénomènes intervenant lors de l'étape du mélange

Mouillage

Interface  
« bitume/granulat »

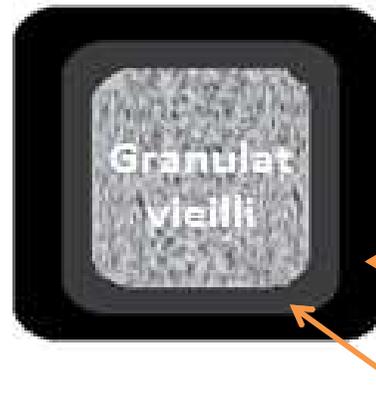
Bitume



Remobilisation

Miscibilité

Interaction et Mélange  
« bitume d'apport/ bitume vieilli »



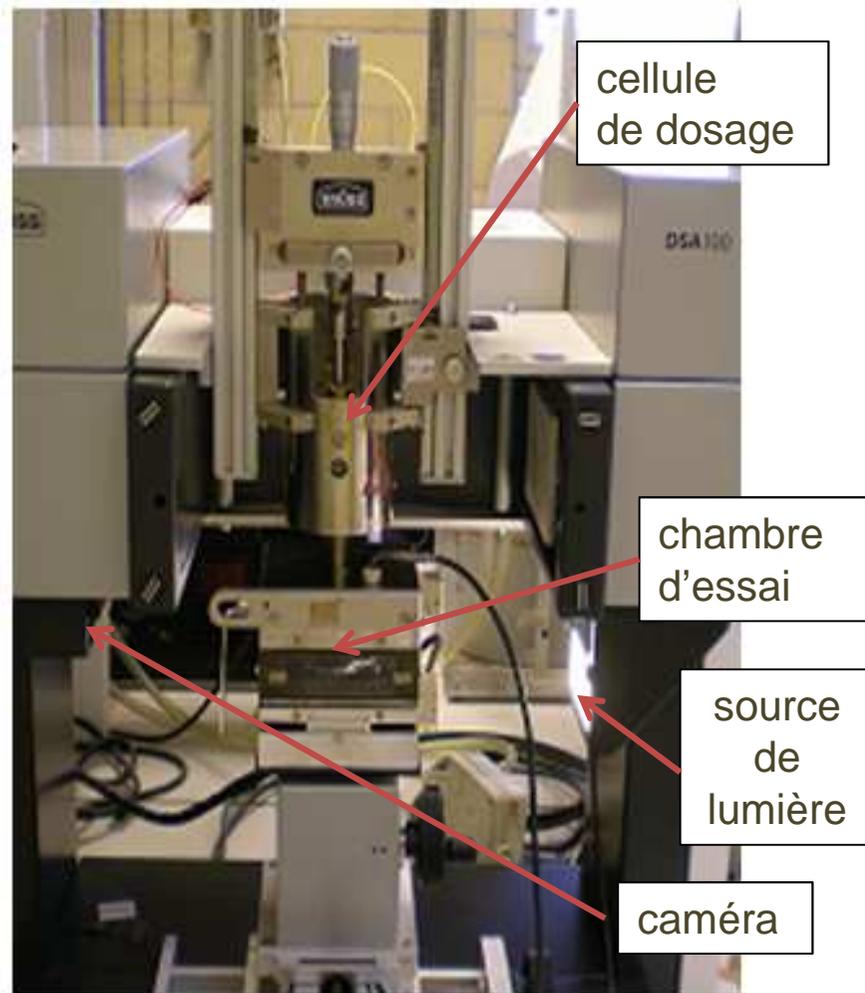
Bitume  
d'apport



Bitume vieilli d'AE

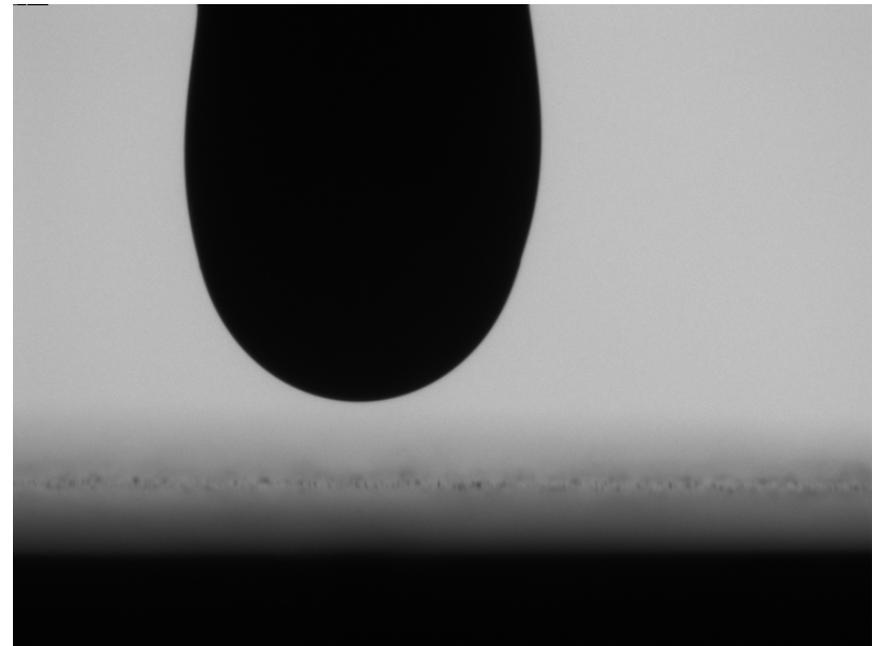
Pour optimiser les paramètres de fabrication  
....et mieux prédire les propriétés finales du matériau bitumineux

# Méthodologie



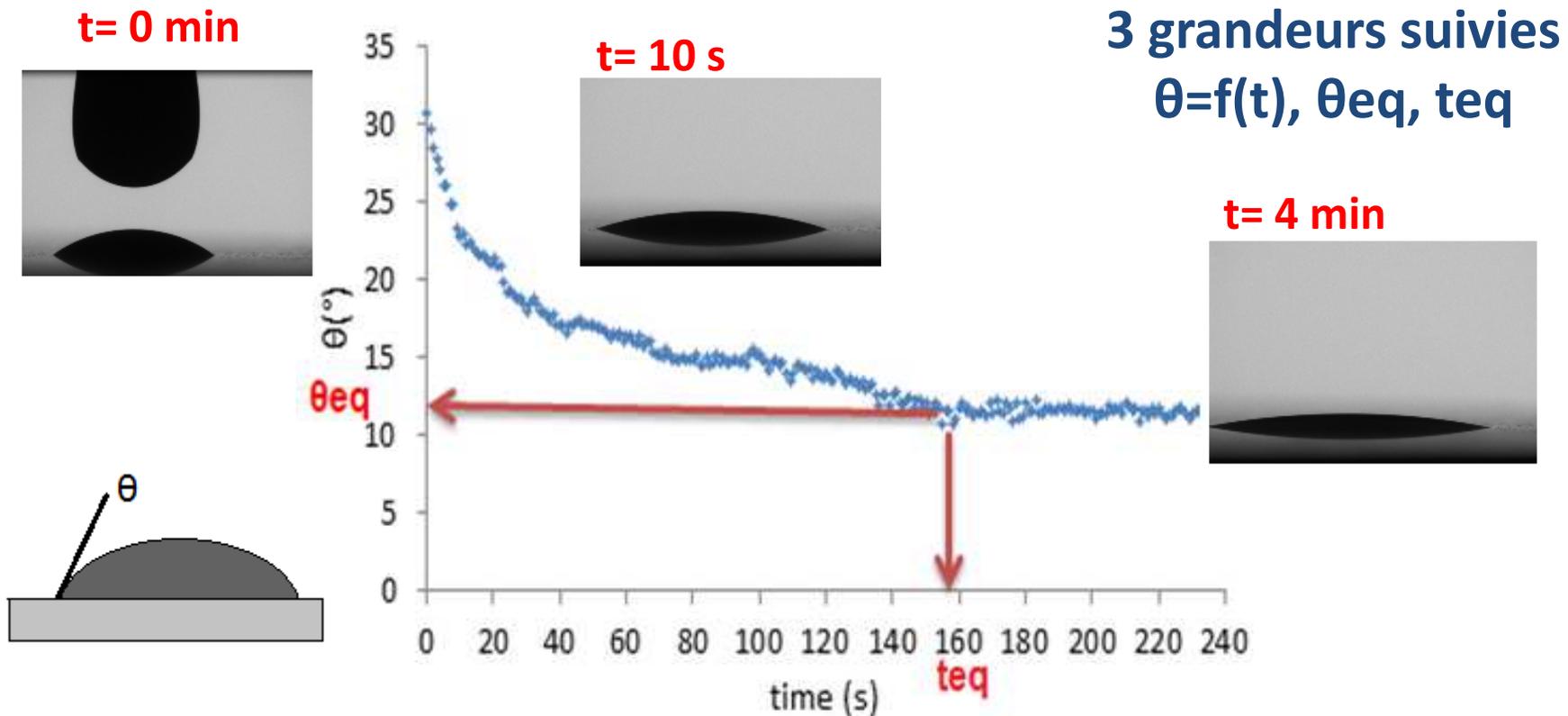
## Utilisation du tensiomètre à goutte

**Vidéo: mouillage d'un bitume 160/220, chauffé à 130°C sur une roche polie**



# Méthodologie

## Enregistrement du mouillage en fonction du temps



Tendance de mouillage recherchée :  $\theta_{eq}$  et  $t_{eq}$  faible

➔ Bonne affinité « bitume/granulat » et étalement rapide

## Matériaux utilisés

- 2 bitumes

*État vierge*

- Grade 50/70
- Grade 160/220

*Vieillissement en laboratoire*

RTFOT *Rolling Thin Film Oven Test*  
EN 12607: 163 °C, 75 min

+ PAV *Pressure Aging Vessel*  
EN 14769: 2,1 MPa, 20h, 100 °C

- 2 substrats

- Lames de verre de microscope: substrat modèle
- Roche volcanique: tuff rhyolitique

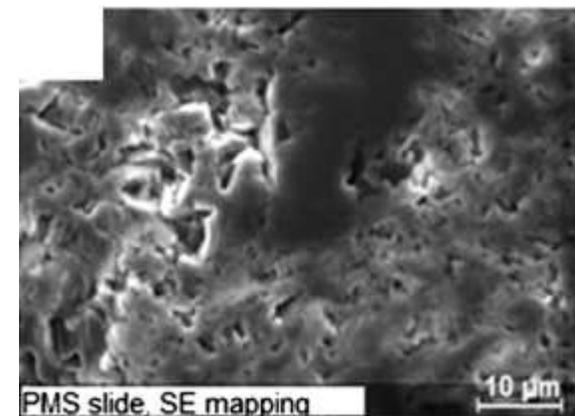
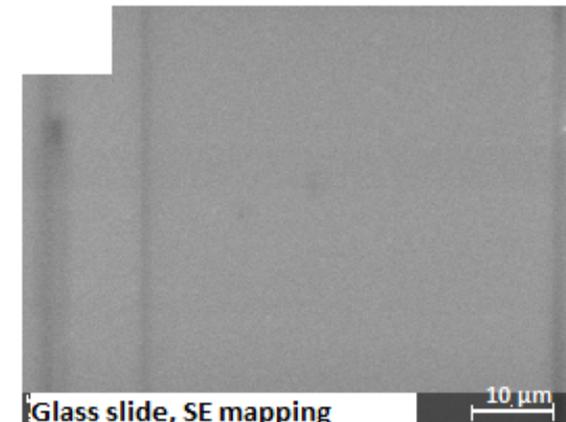
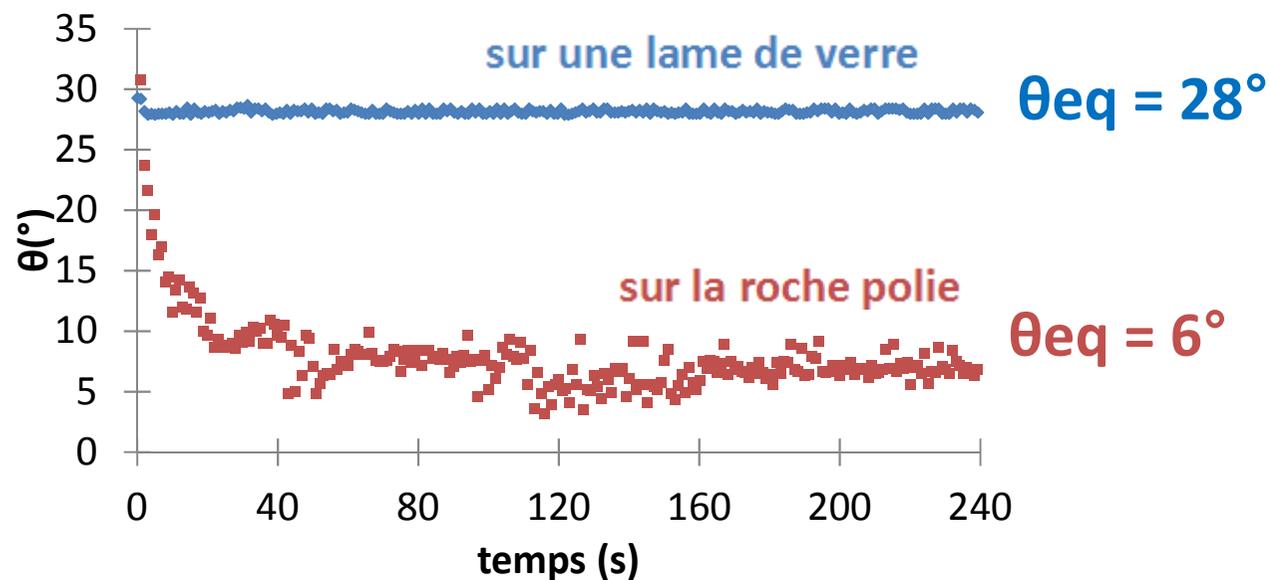
Blocs de roche carottés  
sciés et polis jusqu'à 3 µm

*Pastilles de roche*  
diamètre: 40mm  
épaisseur: 8 mm



# Influence du substrat

Mouillage d'un bitume 160/220 vierge, 130°C, 0,2 Pa.s

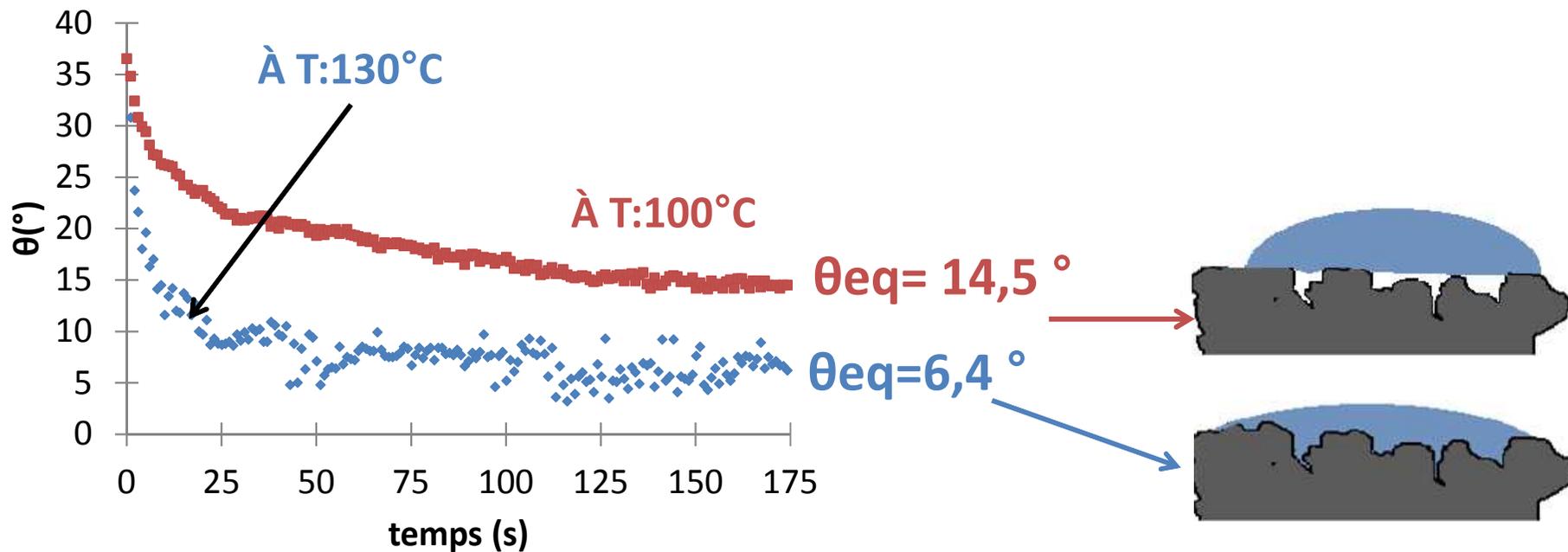


Images MEB de la surface minérale

- Meilleur mouillage sur la roche polie
- Variations d'angles de contact en fonction du temps, liées à la microtexture de la roche polie testée

# Influence de la température du bitume

Pour un bitume 160/220 vierge sur la roche polie

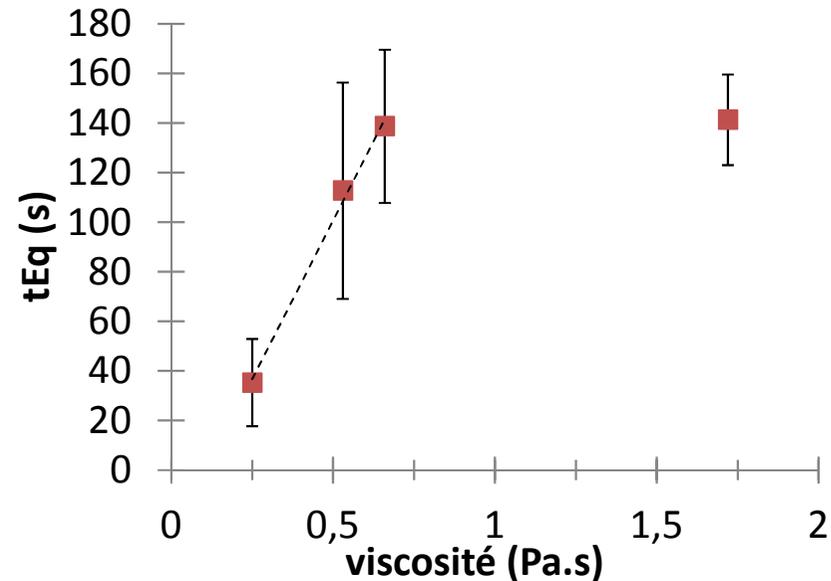
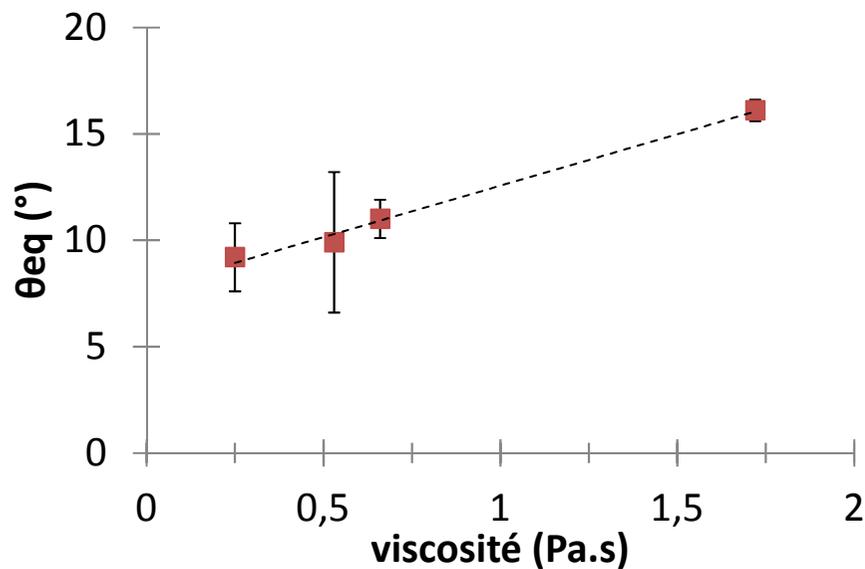


Un bitume plus chaud

- est susceptible de mieux pénétrer dans la microtexture du substrat
- accroît la qualité de mouillage ( $\theta_{eq} = 6,4^\circ$ )

## Influence du bitume à équi-température: 130°C

### Mouillage à 130°C de 4 bitumes (2 neufs et 2 vieillis) sur roche polie



Le mouillage ( $\theta_{eq}$ ,  $t_{eq}$ ) est gouverné par la viscosité du bitume

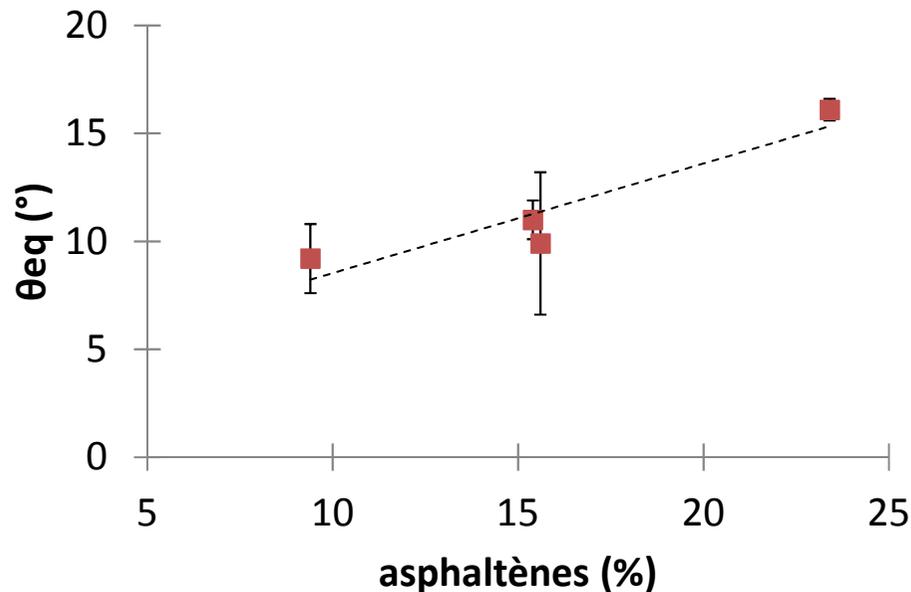
Une viscosité plus faible favorise le mouillage ( $\theta_{eq}$  faible,  $t_{eq}$  faible)

Tendances linéaires

Stabilisation du temps d'étalement pour une viscosité  $> 1$  Pa.s

## Influence du bitume à équi-température: 130°C

### Teneur en asphaltènes des liants (neufs et vieillis)



Le taux d'asphaltènes influence l'angle de contact à l'équilibre

A 130°C, le bitume vieilli et à forte teneur en asphaltènes mouille moins le substrat

➔ Réduction de la qualité d'enrobage bitume/granulat

La viscosité du bitume reste le facteur prépondérant

Pour aller plus loin...

Ensemble des résultats présentés dans l'article: “Towards a better understanding of wetting regimes at the interface asphalt/aggregate during warm-mix process of asphalt mixtures” à paraître dans Construction and Building Materials, 2017

Construction and Building Materials 133 (2017) 182–195

Contents lists available at ScienceDirect

**Construction and Building Materials**

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/conbuildmat](http://www.elsevier.com/locate/conbuildmat)

**Towards a better understanding of wetting regimes at the interface asphalt/aggregate during warm-mix process of asphalt mixtures**

S. Vassaux<sup>a</sup>, V. Gaudefroy<sup>a,\*</sup>, L. Boulangé<sup>b</sup>, A. Pèvere<sup>c</sup>, V. Mouillet<sup>c</sup>, V. Barragan-Montero<sup>d</sup>

<sup>a</sup>LUNAM Université IUSTAR, Route de Bouaye CS4, 44344 Bouguerais, France  
<sup>b</sup>Équipe Infrastructures, Centre d'Études et de Recherches, 8 rue du Dauphiné, BP 357, 69060 Corbas, France  
<sup>c</sup>CEREMA Méditerranée, Pôle d'activités Les Milles, Avenue Albert Einstein, CS 20459, 13503 Aix en Provence Cedex 3, France  
<sup>d</sup>Université de Montpellier, Laboratoire de Biogéométrie et Nanosciences, 545 Avenue du professeur Jean Louis Viala, 34293 Montpellier, France

**HIGHLIGHTS**

- Asphalt surface tension is related to the aromatic and asphaltenes content.
- Asphalt viscosity and asphaltenes content impact equilibrium contact angles.
- Substrate heterogeneities improve wetting quality on mineral surfaces.
- A complete characterization of mineral substrates by SEM is highly recommended.
- The CBOW model is a promising approach to characterize substrate heterogeneity.

**ARTICLE INFO**

*Article history:*  
Received 4 August 2016  
Received in revised form 14 October 2016  
Accepted 5 December 2016

*Keywords:*  
Wetting regime  
Contact angle  
Interface  
Asphalt  
Substrate  
Scanning Electron Microscopy

**ABSTRACT**

In road applications, the current challenge is to develop more ecological products while maintaining asphalt mixture performance and durability. This sustainable development politics in civil engineering leads to promote techniques saving both energy and raw materials like combining the use of warm mix asphalt concretes (WMA) with the use of reclaimed asphalt pavement (RA). However, one of the current problematic when combining WMA and RA is to assess the quality adhesion of the “asphalt/aggregate” couple that is a fundamental parameter for the good mixture properties at short time and thereby durability of this composite structure. Indeed, the reduction of the manufacture temperature and the use of an aged binder may also have consequences on adhesion quality between asphalt and aggregates. It is the reason why it is crucial to identify the most impacting factors of wetting phenomena at the interface “asphalt/aggregate”. So, in this paper, the role of asphalt characteristics (viscosity, ageing, composition) as well as the one of substrate was investigated.

The substrate heterogeneity degree determines asphalt wetting behavior. For a model glass substrate, only asphalt characteristics have an impact: asphalt viscosity, polarity and saturates content are influent factors. On the mineral heterogeneous substrate, asphalt viscosity and asphaltenes content have an impact on wetting indicators. Substrate heterogeneities also appear as a very important factor which improves considerably wetting quality. The tested mineral substrate has been revealed as a biphasic composite material for which the wetting regime was modeled by a Cassie-Baxter model. A comprehensive approach has been proposed to explain asphalt wetting on heterogeneous substrates in correlation with Scanning Electron Microscopy observations. This Cassie-Baxter model is essential to understand adhesion phenomena on heterogeneous road materials. It seems also to be a promising way to evaluate quality adhesion of “asphalt/RA” mixtures.

© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

**1. Introduction**

For many years, the objectives of road applications are to produce more ecological road materials to be as efficient and durable as traditional road techniques. In this framework, we take an interest in the development of warm-mix asphalt mixtures incorporating Reclaimed Asphalt Pavement (RAP). Road materials are composed by weight of 95% aggregates and 5% asphalt. Warm-Mix Asphalt (WMA) technologies were introduced to reduce the manufacture temperature by 20–40 °C. Production occurs at a temperature of 30 °C (between 110 and 140 °C) below

\* Corresponding author.  
E-mail address: [vincent.gaudefroy@iustar.fr](mailto:vincent.gaudefroy@iustar.fr) (V. Gaudefroy).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.015>  
0950-0618/© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

## Conclusion

**Du point de vue de cette étude de laboratoire  
Pour garantir un bon enrobage bitume/granulat**

### **Concernant le substrat minéral**

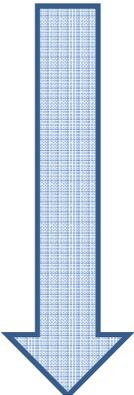
- **Effet nature minéralogique (meilleur enrobage de la rhyolite que de la quartzite)**
- **Un substrat minéral poli possédant une microtexture**

### **Concernant les bitumes**

- **Privilégier une viscosité faible (facteur prépondérant)**
- **Taux d'asphaltènes faible (facteur secondaire)**

# Perspectives de la thèse

1<sup>ère</sup> étape



2<sup>e</sup> étape

## Etude du Mouillage

Pour **comprendre** comment le liant d'apport s'étale sur le granulat

Interface « bitume/granulat »

Bitume



## Etude de la Remobilisation

Pour **comprendre** comment le liant d'apport remobilise le liant vieilli

Interface « bitume d'apport et bitume vieilli »



**Car le mouillage des bitumes est l'étape préalable nécessaire avant toute remobilisation**

# Merci de votre attention

Sabine Vassaux

IFSTTAR, MAST, MIT

[sabine.vassaux@ifsttar.fr](mailto:sabine.vassaux@ifsttar.fr)

[sabinevassaux@yahoo.fr](mailto:sabinevassaux@yahoo.fr)