

# ADHÉSION et ADHÉRENCE

## LE BITUME

### 1. CHIMIE DU BITUME

Selon leur origine et leur mode de fabrication, les bitumes sont des mélanges complexes de composés hydrocarbonés de structures chimiques et de masses molaires très diverses [1]. Actuellement, le bitume est donc analysé en termes de fractions SARA (Saturés, Aromatiques, Résines et Asphaltènes). Le pourcentage des différentes fractions SARA peut être obtenu par précipitation dans le n-heptane selon la norme NF T 60-115 (asphaltènes), puis par un couplage entre la chromatographie sur baguette de silice et la détection à ionisation de flamme qui permet de séparer les différents types de maltènes (saturés, aromatiques, résines) au moyen d'éluants successifs [2].

- Les saturées (5 à 20 % des fractions SARA): Elles contiennent quelques alcanes linéaires cristallisables (10 à 15 %) [PLA 97]
- Les aromatiques (40 à 60 % des fractions SARA) : Cette famille est en général la plus importante. Elles sont composées de molécules où les noyaux aromatiques condensés sont associés à des cycles naphthéniques et à des chaînes aliphatiques.
- Les résines (13 à 25 % des fractions SARA): Elles sont composées par des cycles aromatiques, naphthéniques et hétérocycliques.
- Les asphaltènes ( 5 à 25 % des fractions SARA) : Cette teneur se rapporte à la définition des asphaltènes comme insolubles dans le n-heptane (NF T 60-115). La présence d'hétéroatomes (N, O, S) leur confère un caractère polaire fort.

### 2. THÉORIE DE L'ADHÉSION MISE EN JEUX

Lors de l'utilisation de bitume pour la formation de chaussée, l'adhésion bitume/ granulat est l'une des principales propriétés recherchées. L'adhésion du bitume sur des granulats secs peut se faire par la présence de liens mécaniques, électrostatiques et physico-chimiques [3].

Liens mécaniques : les obstacles physiques tels que la poussière ou de l'argile peuvent empêcher un recouvrement total du granulat par le bitume. L'enrobage se fait généralement à haute température pour permettre au bitume de s'écouler correctement sur les granulats et ainsi recouvrir efficacement la surface irrégulière. L'ancrage mécanique peut alors se faire par la pénétration de l'adhésif (bitume) dans les aspérités du substrat, ainsi l'écoulement du bitume est bloqué par la présence des pores à la surface des granulats.

Liens électrostatique et physico-chimique : la surface des granulats est généralement électriquement chargée, il peut également y avoir des liaisons hydrogènes lorsque des groupements hydroxyles sont présents en surface. La composition du bitume influence les interactions entre adhésif-substrat, les groupes les plus polaires du bitume ont une plus grande affinité avec les granulats. Il y a une adsorption plus forte des plus grosses molécules du bitume, ces dernières sont aussi les plus polaires. De même les groupes fonctionnels contenant des hétéroatomes sont fortement adsorbés sur une surface sèche. On remarque également une adsorption préférentielle des composés poly aromatiques condensés contenus dans les asphaltènes et les résines sur des minéraux secs.

En revanche, l'eau, de nature très polaire, pose un problème pour ces interactions, elle interagit de façon plus favorable que le bitume avec les granulats. C'est de cette affinité pour les granulats thermodynamiquement plus favorable par rapport au bitume, qu'est née la compétition à la base du problème de désenrobage. L'eau entre ainsi en rivalité avec le bitume pour les sites actifs de la surface des granulats mais pourrait également fournir de nouveaux sites de liaison, empêchant donc même la présence de sites actifs sur la surface du bitume.[3]

### 3. TESTS D'ADHÉRENCE POUR LES BITUMES

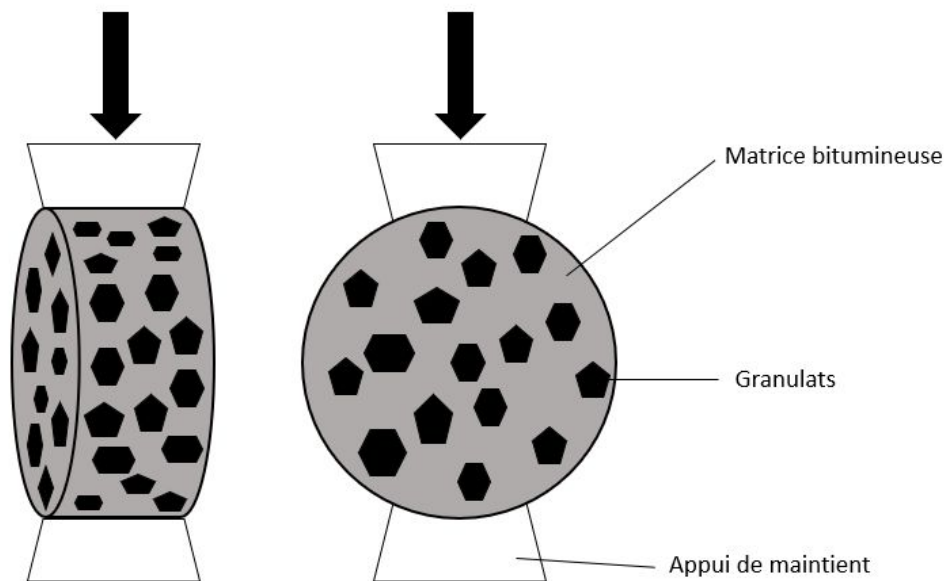
#### 3.1 Bitumes routiers: tests de l'adhérence avec les granulats

##### 3.1.1. Essais de traction/compression

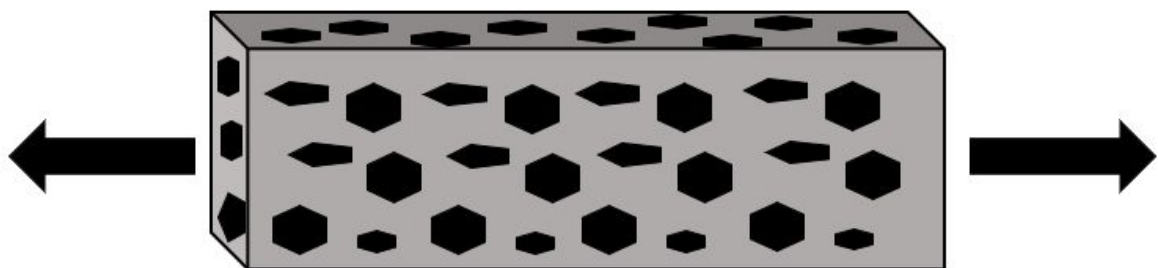
Le mélange de bitume et d'agrégats (particules granulaires minérales pouvant être de tailles et de natures différentes) constitue un matériau. Comme la plupart des matériaux il peut être soumis à des tests de sollicitation mécaniques afin d'étudier son comportement. Ainsi dans l'industrie du bitume pour applications routières des tests de compression et de traction sont régulièrement réalisés. En plus de donner des valeurs caractéristiques du comportement mécanique du matériau, ces tests vont également donner des informations quant à l'adhérence du bitume. En effet, le matériau testé étant un composite (bitume+granulats), la réalisation de ces tests jusqu'à rupture va également caractériser les forces d'adhérences entre la matrice bitumineuse et les granulats. Une rupture dans une éprouvette de ce type est caractérisée par une combinaison de ruptures adhésives à l'interface bitume-granulats et cohésives au sein de la matrice bitumineuse.

Selon la norme européenne EN 12697-12, un test de compression sur une éprouvette de matériaux bitumineux peut être réalisé [4]. L'intérêt de ce test réside dans le fait qu'il compare des échantillons secs et des échantillons exposés à l'humidité de manière à caractériser également l'influence de l'eau sur l'adhérence entre la matrice bitumineuse et les granulats.

Dans l'essai normalisé les échantillons de forme cylindrique sont placés entre deux appuis dans un appareil appliquant un chargement en compression de manière radiale. Trois des six échantillons sont préalablement immergés dans l'eau. Une vitesse de compression de 50 mm/min est alors imposée. On mesure la force appliquée de manière à maintenir la vitesse de compression jusqu'à la rupture de l'échantillon. La valeur caractéristique de cet essai est un rapport des charges à rupture entre les échantillons humides et secs, noté RC (ratio de compression).



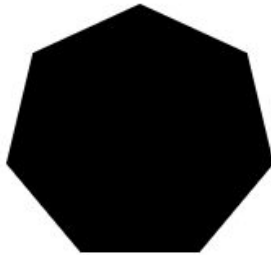
La norme européenne EN 12697-12 B propose un test de traction sur des éprouvettes parallélépipédiques en composite bitumineux [4]. De la même manière que pour l'essai de compression, l'influence de l'humidité est prise en compte. Parmi les six éprouvettes testées, trois ont préalablement été placées en milieu humide. Les échantillons sont soumis à une vitesse de traction de 1,5 mm/min et la force appliquée pour maintenir cette vitesse jusqu'à la rupture de l'éprouvette est mesurée. La valeur caractéristique de cet essai est un rapport des charges à rupture entre les échantillons humides et secs, noté RT (ratio de traction).



### 3.1.2. Rolling bottle test

Un autre test très utilisé dans l'optique de caractériser la durabilité de l'adhérence entre une matrice bitumineuse et des granulats est le "rolling bottle test" ou test de la bouteille roulante [5], [6]. D'après la norme européenne EN 12697-11A, il s'agit de revêtir complètement 150g de granulats avec du bitume, puis une fois sec de les placer dans une bouteille de 500ml. De l'eau peut également être ajoutée afin de prendre en compte les effets de l'humidité. La bouteille est alors placée dans une machine qui la fait tourner sur elle-même à 40 tour/minutes. La durée de test peut aller jusqu'à 72 heures. Sous l'action mécanique des granulats entre eux dans la bouteille, le revêtement bitumineux va alors se dégrader. Le pourcentage de la surface du granulat encore recouvert de bitume est estimé.

L'intérêt de ce test réside dans sa relative simplicité de mise en œuvre et de coût des appareils si l'on prend comme comparaison les essais de compression et de traction. Cependant sa précision et sa validité peut être remise en cause quand on sait que l'estimation de la fraction du granulat encore revêtu est faite par simple contrôle visuel. Des études se sont intéressées à des contrôles plus rigoureux par des logiciels de traitement d'images.



Granulat parfaitement revêtu par le bitume



Granulat revêtu par le bitume à environ 99%



Granulat revêtu par le bitume à environ 95%

### 3.2. Bitumes et substrats, adhérence hors granulats.

Le bitume est très majoritairement utilisé comme liant entre des granulats. Cependant, il est également utilisé en tant que revêtement d'étanchéité ou comme isolant dans le domaine de la construction. Pour ces applications spécifiques il est important de disposer de test d'adhérence entre une couche de bitume et un substrat quel qu'il soit. Pour répondre à cette problématique le test de référence est l'essai de quadrillage décrit par les normes française ISO 2409 et américaine ASTM D3359 [7].

Après une application homogène du bitume sur le substrat, un quadrillage de rayures est réalisé puis un adhésif normalisé est appliqué. Cet adhésif est alors retiré en tirant à 180° par rapport au plan du substrat. Le rapport entre les surfaces détachées et celles qui sont restées sur le substrat est évalué grâce à des figures de référence présentes dans les normes. Il s'agit d'un test qualitatif qui permet néanmoins d'obtenir un bon aperçu de l'adhérence entre un bitume et un substrat.

Bibliographie:

[1] **ADHÉSION et ADHÉRENCE DANS LES POLYMÈRES – LE BITUME**, FECHET Louise – OLIVIER Capucine – 3A Durabilité

[2] **La structure chimique des bitumes pétroliers**, Emmanuel Chailleux et Ferhat Hammoum

[3] **ÉTUDE DU MÉCANISME D'ADHÉSION ENTRE UN LIANT BITUMINEUX ET UN GRANULAT**, Carmel Jolicoeur et Nathalie Otis

[4] **Adhesion of bitumen: screening and evaluating laboratory testing**. Michael P. Wistuba, Hinrich Grothe, Jens Grönniger, Florian Handle. Vienna University of Technology

[5] **Adhesion in Bitumen-Aggregate-Systems**, Road Materials and Pavement Design. Jens Grönniger, Michael P. Wistuba & Peter Renken, 2010.

[6] **Evaluation of different test methods for bitumen adhesion properties**, Transportation Research Procedia 14 ( 2016 ) 724 – 731. Migle Paliukaite, Viktoras Vorobjovas, Matas Bulevicius, Vitalijus Andrejevas, 2016.

[7] **Coating and insulation effect using emulsified modification bitumen**. Mohd Najib Razali, Najmuddin Mohd Ramli, Khairul Nizam Mohd Zuhan, Musfamikri Musa, Abdurahman Hamid Nour Faculty of Chemical and Process Engineering Technology, Universiti Malaysia Pahang, Lebuhraya Tun Razak 26300, Gambang, Pahang, Malaysia