

Détermination de la tenue à l'eau des enrobés

Expérience d'exactitude de l'essai Duriez

R. HIERNAUX

Chef de l'Unité technique Etudes matériaux et structures de chaussées
Laboratoire régional de Saint-Quentin

Note

technique

Présentation

En France, la détermination de la sensibilité à l'eau d'un mélange hydrocarboné à chaud est, depuis le début des années 1960, normalement évaluée par l'essai Duriez. L'épreuve de formulation décrite par les dernières normes concernant tous les types de mélanges bitumineux fait encore appel à cet essai. Toutefois, cette méthode d'essai n'avait fait l'objet d'aucune détermination de sa fidélité selon les normes en vigueur. Il a donc été décidé de réaliser une expérience d'exactitude. Les résultats obtenus doivent permettre une comparaison avec les autres méthodes européennes de mesure de la tenue à l'eau des mélanges hydrocarbonés.

Organisation

Cette épreuve, organisée conformément à la norme NF ISO 5725-2 de décembre 1994, s'applique à la méthode d'essai spécifiée par la norme NF P 98-251-1 (*Essais relatifs aux chaussées – Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés – Essai Duriez, sur mélange hydrocarbonés à chaud*).

Sa réalisation fait également appel à la norme NF P 98-250-1 (*Essais relatifs aux chaussées – Préparation des mélanges hydrocarbonés – Préparation des mélanges en laboratoire*) et à la norme NF P 98-250-6 (*Essais relatifs aux chaussées – Préparation des mélanges hydrocarbonés – Mesure de la masse volumique apparente d'une éprouvette par pesée hydrostatique*).

La commission « Essais relatifs aux chaussées » du Bureau de Normalisation Sols et Routes (BNSR) a rempli les fonctions de commission d'experts visée par la norme NF ISO 5725-2, le LRPC de Saint-Quentin en a été le responsable exécutif, le LREP a assuré, avec l'appui du LCPC, les fonctions d'analyse statistiques requises par la norme.

Les différentes étapes de cette épreuve d'exactitude ont été les suivantes :

1 établissement d'un programme soumis à l'approbation de la Commission de normalisation,

- 2 appel à candidature auprès des laboratoires routiers français et de certains laboratoires étrangers,
- 3 choix des candidats par tirage au sort,
- 4 mise au point de la formule, approvisionnement, analyse et expédition des granulats nécessaires par le LRPC d'Autun,
- 5 approvisionnement et distribution du bitume aux participants par le LRPC de Saint-Quentin,
- 6 vérification de la conformité et description du matériel (moules, malaxeurs, presses de compression) par l'ensemble des participants,
- 7 exécution des essais par les différents participants et transmission des résultats au responsable opérationnel,
- 8 exploitation statistique des résultats par le LREP,
- 9 diffusion des résultats.

Rappel des principaux aspects de l'essai Duriez

Un essai (ou réplique) consiste à confectionner **deux éprouvettes** (Ø 80 mm)

par compactage statique double effet à partir d'un mélange hydrocarboné fabriqué en une seule fois selon la norme NF P 98-250-1. Trois lots homogènes sont constitués, sur la base des masses volumiques apparentes, déterminées par les mesures géométriques, sur la totalité des éprouvettes.

1 Sur le lot n° 1 (deux éprouvettes), les masses volumiques apparentes sont aussi déterminées par pesée hydrostatique.

2 Sur le lot n° 2 (cinq éprouvettes), les résistances en compression simple sont mesurées après conservation dans l'air à 18 °C et 50 % d'hygrométrie pendant sept jours. Le résultat est la moyenne obtenue sur au moins quatre éprouvettes.

3 Sur le lot n° 3 (cinq éprouvettes), les résistances en compression simple sont déterminées après mise en immersion dans les conditions spécifiées et conservation dans l'eau à 18 °C pendant sept jours. La moyenne doit être obtenue sur au moins quatre éprouvettes.

La tenue à l'eau de l'enrobé, s'exprime par le rapport des résistances moyennes obtenues selon les deux modes de conservation :

$$\text{Tenue à l'eau} = \frac{\text{Résistance après immersion (lot 3)}}{\text{Résistance sans immersion (lot 2)}}$$

L'enchaînement des différentes étapes est schématisé sur la figure 1.

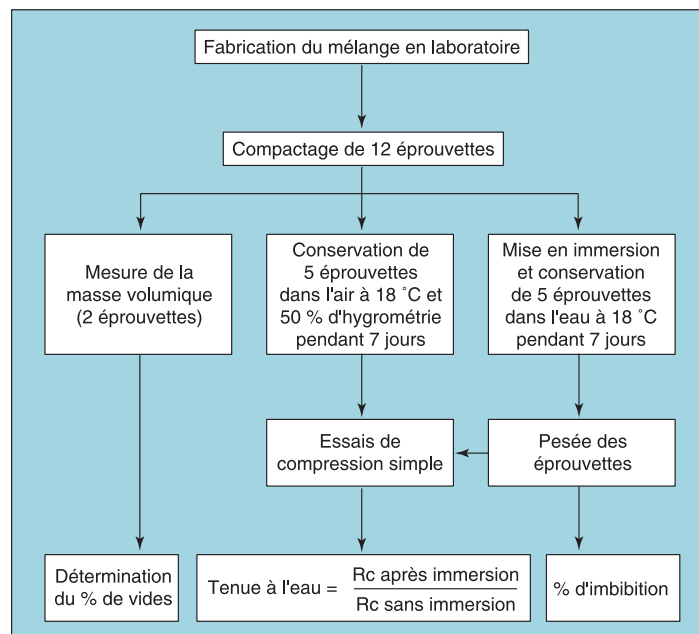


Fig. 1 - Schéma séquentiel du déroulement d'un essai Duriez.

Conditions particulières de l'épreuve

Pour que l'exploitation de l'essai d'exactitude, selon la norme NF ISO 5725-2, puisse se dérouler normalement, il a été décidé d'y faire participer plus de quinze laboratoires. Pour que la charge de travail des participants reste raisonnable, il a été demandé à chacun de réaliser quatre fois l'essai tel que décrit précédemment.

Le choix des participants, par tirage au sort, a été effectué par le président de la Commission de normalisation « Essais relatifs aux chaussées » au cours de l'une des séances plénières.

Aucun laboratoire d'école n'a répondu et les laboratoires étrangers sollicités n'ont pu participer par manque de pratique de l'essai. La répartition des laboratoires retenus est donc la suivante :

- ① deux laboratoires de sociétés pétrolières,
- ② sept laboratoires d'entreprises routières,
- ③ neuf laboratoires du réseau des LPC.

Les candidats devaient disposer de l'ensemble du matériel prévu, par les normes NF P 98-250-1, NF P 98-250-6, NF P 98-251-1, et vérifié depuis moins d'un an.

Différents critères relatifs au matériel utilisé ont été examinés avant le début de l'essai. Il s'agit du diamètre intérieur des moules, du type de malaxeur, du type de presse de moulage et de la durée de montée en charge lors du compactage. Les principaux éléments figurent en annexe 1.

Pour les besoins de l'expérience d'exactitude, les tolérances relatives au diamètre intérieur des moules ont été élargies. Les diamètres limites, actuel-

lement 79,90 et 80,10 mm, ont été portés à 79,90 et 80,30 mm. Bien qu'un certain nombre de moules restent encore hors tolérances (tableau I), les laboratoires concernés ont été autorisés à participer aux essais.

Formule

Un seul niveau d'étude, au sens de la norme NF ISO 5725-2, a été retenu. Cela signifie que les essais n'ont porté que sur une seule formule : un béton bitumineux semi-grenu 0/10 dont les granulats sont un microgranite (tableau II). Pour donner à l'expérience un caractère réaliste, la formule a été étudiée dans le but d'amener sa tenue à l'eau à une valeur proche du minimum fixé par la norme NF P 98-130 relative aux bétons bitumineux semi-grenus. En effet, c'est lorsque les résultats avoisinent les seuils de tolérance que l'on se pose la question de la fidélité d'une méthode d'essai.

Le LRPC d'Autun a procédé à la mise au point du BBSG 0/10, sa composition est donnée au tableau II, sa granulométrie est présentée sur la figure 2.

La masse volumique réelle du mélange granulats + fines dans les proportions indiquées est de 2,619 g/cm³. La masse volumique du bitume a été prise égale à 1,03 gramme par centimètre cube.

Résultats

Les principaux résultats de l'expérience sont détaillés en annexe 2.

La figure 3 représente les valeurs des quatre tenues à l'eau obtenues par chaque laboratoire. Les laboratoires sont classés selon l'ordre croissant des

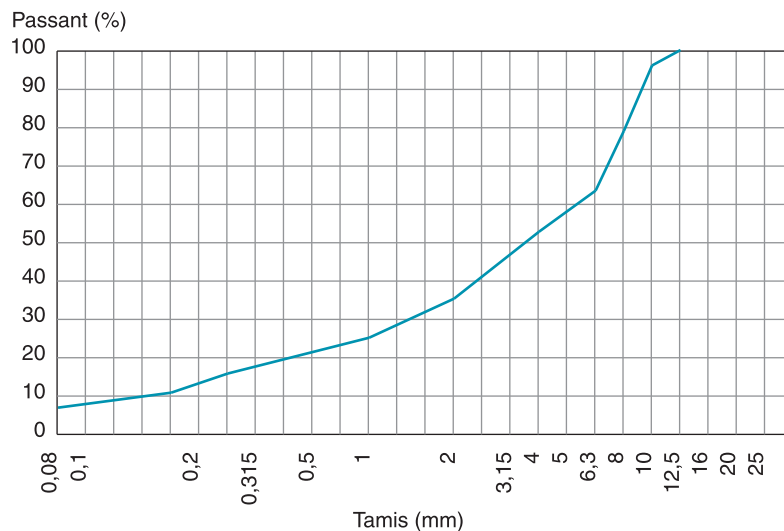


Fig. 2 - Courbe granulométrique du BBSG 0/10 utilisé.

TABLEAU I
Diamètres intérieurs des moules utilisés par quinze des participants

Moyenne générale	Étendue des moyennes par laboratoire	Étendue de l'ensemble des moules	Pourcentage de moule de $\varnothing < 79,9$ mm	Pourcentage de moule de $\varnothing > 80,1$ mm	Pourcentage de moule de $\varnothing > 80,3$ mm
80,10 mm	79,95 à 80,60	79,80 à 80,80	3,3 %	25,6 %	13,3 %

TABLEAU II
Définition de la formule du béton bitumineux semi-grenu

6/10	microgranite	37,0 %
4/6	microgranite	10,0 %
0/4	microgranite	50,5 %
Fines	microgranite	2,5 %
Bitume 50/70		5,70 %

moyennes. Cela permet de constater l'étendue des moyennes obtenues par les dix-huit participants (de 0,63 à 0,88) et, pour chaque laboratoire, l'étendue des résultats pour les quatre répliques réalisées. L'examen de ces résultats révèle donc, en plus de l'effet du laboratoire, une certaine disparité entre les dispersions intra-laboratoire.

Les résultats de chaque réplique ont permis de dresser l'histogramme de la figure 4.

La moyenne obtenue après les tests statistiques (0,73) est proche de la limite fixée pour les BBSG. La répartition des résultats individuels, après sélection par les tests statistiques (étendue de 0,65 à 0,85), ne semble pas anormale aux praticiens habituels de l'essai Duriez.

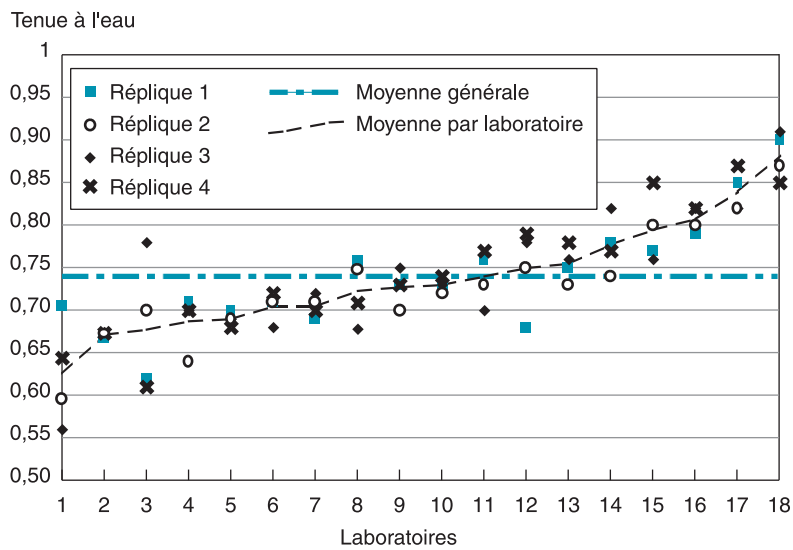


Fig. 3 - Résultats obtenus par chaque laboratoire.

Calculs de la répétabilité et de la reproductibilité

Les résultats des laboratoires 3, 7, 13 et 16 ont été éliminés car l'analyse des graphiques de Mandel les a jugés aberrants en regard de la valeur limite de l'indicateur k (ici 1,88). Le test de Cochran sur la variance a confirmé ce jugement pour les laboratoires 3 et 16. Les tests de Grubb sur les moyennes ont déclaré suspectes les données des laboratoires 7 et 13.

Le tableau III indique les principaux résultats issus du traitement statistique des données.

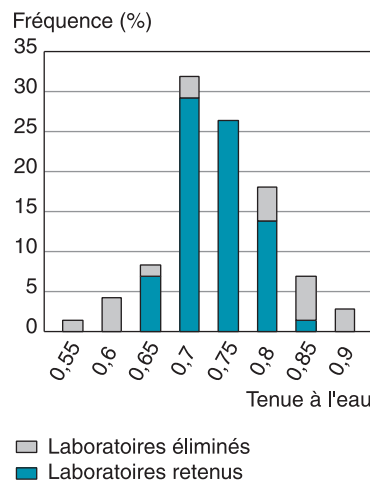


Fig. 4 - Histogramme des soixante-douze valeurs de tenue à l'eau.

Commentaires

Le but poursuivi par l'expérience d'exactitude a été atteint : la répétabilité et la reproductibilité de la détermination de la tenue à l'eau par l'essai Duriez sont connues. Il est donc possible, maintenant, de situer cet essai par rapport aux méthodes semblables. Mais, le bilan de cette étude peut aller au-delà de cette constatation. En effet, au cours de cette expérience, d'autres grandeurs ont été évaluées (tableau IV) et deux observations méritent d'être soulignées.

- ① La première concerne la reproductibilité des pourcentages de vides : elle est très proche de celle de l'essai de compactage à la presse à cisaillement giratoire dont le parc des matériels de compactage était pourtant plus homogène que celui de l'essai Duriez.
- ② La seconde constatation pourrait constituer un motif pour une révision de la méthode d'essai. Il apparaît, en effet, que le coefficient de variation de répé-

TABLEAU III
Répétabilité et reproductibilité de la tenue à l'eau des enrobés déterminée par l'essai Duriez

		Tenue à l'eau
Nombre de laboratoires		14
Moyenne		0,73
Répétabilité	écart-type	0,028
	coefficient de variation (%)	3,8
	limite	0,078
Reproductibilité	écart-type	0,047
	coefficient de variation (%)	6,4
	limite	0,134
Laboratoires éliminés		7-13-16-3

tabilité de la résistance après immersion est deux fois plus important que celui de la résistance sans immersion. Cependant, la meilleure répétabilité de cette dernière ne se traduit pas par une amélioration du coefficient de variation de

reproductibilité, qui est du même ordre pour ces deux paramètres (entre 8 et 9 %). La reproductibilité de l'essai de compression simple sans immersion paraît donc très influencée par l'effet « laboratoire ». Cela peut avoir pour

cause des matériels ou des pratiques différentes d'un laboratoire à l'autre mais parfaitement maîtrisés localement. En revanche, la répétabilité assez moyenne de l'essai de compression

simple après immersion prouve que les conditions de conservation, pourtant réputées conformes à la norme d'essai, sont moins bien maîtrisées au sein d'un même laboratoire. Il semble donc que

l'on puisse améliorer l'exactitude de la méthode par une meilleure homogénéité des conditions d'écrasement et des pratiques locales de conservation en immersion.

TABLEAU IV
Principaux résultats obtenus

Modalité		Résistance à la compression simple (MPa)		Tenue à l'eau	Pourcentage de vides
		sans immersion (1)	après immersion (2)	rapport (2)/(1)	
Nombre de laboratoires		15	15	14	15
Moyenne		8,68	6,30	0,73	10,1
Répétabilité	écart-type	0,21	0,32	0,028	0,24
	coefficient de variation (%)	2,4	5,0	3,8	2,3
	limite	0,59	0,90	0,078	0,67
Reproductibilité	écart-type	0,72	0,56	0,047	0,45
	coefficient de variation (%)	8,3	8,9	6,4	4,4
	limite	2,05	1,58	0,134	1,27
Laboratoires éliminés		7-13-16	7-13-16	7-13-16-3	7-13-16

L'expérience d'exactitude de la détermination de la tenue à l'eau a permis de connaître une partie du matériel utilisé pour l'exécution de l'essai. Une observation relative au diamètre intérieur des moules a pu être faite. En effet, il apparaît que les laboratoires éliminés par les tests statistiques ont tous utilisés des moules conformes (fig. 5). En revanche, certains laboratoires retenus utilisent des moules légèrement hors tolérances. L'influence du diamètre intérieur des moules ne paraît donc pas avoir l'importance estimée sur la dispersion des pourcentages de vides. Cela ne signifie pas que l'effet « inter-laboratoire » ne puisse pas être amélioré.

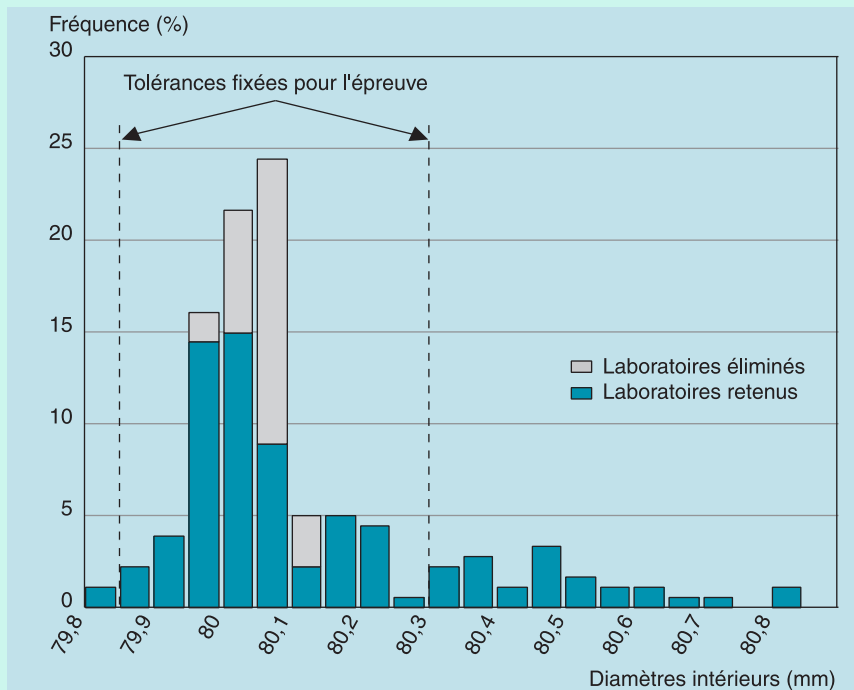


Fig. 5 - Diamètres intérieurs des moules de quinze participants.

ANNEXE 1

Principales caractéristiques du matériel utilisé

Le matériel utilisé par les laboratoires participant à l'essai d'exactitude Duriez se caractérise par les principaux paramètres suivants :

Référence du laboratoire	Type de malaxeur (1)	Type de presse de moulage (mono ou multi piston)	Temps de montée en charge (phase de compactage)
1		Mono	60 s
2	1	Multi (12)	5 à 7 s
3	1	Multi (6)	27 à 30 s
4	2		42 à 43 s
5	1	Mono	20 à 25 s
6	2	LCA	50 à 70 s
7	1	Mono	5 s
8	1	Multi (12)	55 s
9	2	Multi (12)	environ 10 s
10	3 décrit	Mono	55 s à ± 5 s
11	2	Mono	59,6 à 60,9 s
12		Mono	54 ou 56 s
13	3 non décrit	Mono	
14	1	Mono	50 s
15	2	Mono	
16	2	Mono	40 s
17	3 Guedu	Mono	42 à 47 s
18	3 décrit	Mono	

(1) La norme NFP 98-250-1, relative à la fabrication d'un enrobé en laboratoire, définit trois types de malaxeurs :

- Type 1 : malaxeur à palettes verticales et cuve mobile d'une capacité de 25 kg,
- Type 2 : malaxeur de grande capacité (environ 75 kg) à hélice épicycloïdale,
- Type 3 : autres types de malaxeurs, la norme impose que l'appareil utilisé soit décrit de façon précise dans le rapport d'essai (type de cuve et dimensions principales, principe de malaxage, réglages utilisés, système de maintien en température, temps de malaxage des granulats seuls et en présence du liant).

ANNEXE 2

Principaux résultats de l'expérience

Résultats des essais de compression simple.
Conformément à la norme, chaque résultat contenu dans ce tableau est la moyenne de quatre ou cinq essais élémentaires

Indice des laboratoires	Résistance après immersion (MPa)						Résistance sans immersion (MPa)					
	1	2	3	4	Moyenne	Écart-type	1	2	3	4	Moyenne	Écart-type
1	6,70	6,20	6,80	6,80	6,63	0,287	9,20	8,80	9,10	9,30	9,10	0,22
2	5,70	5,70	5,30	5,50	5,55	0,191	8,00	8,00	7,70	7,60	7,83	0,21
3	5,43	6,10	7,10	5,50	6,03	0,773	8,80	8,70	9,10	9,00	8,90	0,18
4	5,58	5,40	5,85	5,84	5,67	0,218	7,54	7,38	7,84	7,42	7,55	0,21
5	6,74	6,72	6,77	7,01	6,81	0,135	10,11	9,99	10,04	10,41	10,14	0,19
6	6,48	6,49	6,63	6,68	6,57	0,100	8,23	8,13	8,05	8,20	8,15	0,08
7	7,60	8,40	8,00	8,60	8,15	0,443	8,90	10,20	9,70	9,90	9,68	0,56
8	5,60	5,75	5,73	5,73	5,70	0,069	8,10	8,05	7,98	8,20	8,08	0,09
9	6,29	6,45	5,95	6,94	6,41	0,412	8,21	8,06	7,88	8,20	8,09	0,15
10	6,60	6,50	5,90	6,10	6,28	0,330	8,70	8,70	8,70	8,60	8,68	0,05
11	7,14	7,02	7,10	7,26	7,13	0,100	9,26	9,64	8,66	9,50	9,27	0,43
12	5,80	6,70	6,60	6,80	6,48	0,457	8,50	9,00	8,50	8,70	8,68	0,24
13	8,64	9,01	8,49	7,85	8,50	0,484	9,64	10,36	9,29	9,19	9,62	0,53
14	6,24	6,08	6,20	6,32	6,21	0,100	8,55	8,44	8,49	8,54	8,51	0,05
15	6,81	6,18	7,04	6,37	6,60	0,395	9,63	9,62	10,07	9,15	9,62	0,38
16	5,86	4,97	4,36	5,39	5,15	0,637	8,31	8,35	7,79	8,37	8,21	0,28
17	5,80	5,70	5,70	5,80	5,75	0,058	8,30	8,40	8,20	8,50	8,35	0,13
18	6,89	6,72	6,48	7,06	6,79	0,248	9,02	9,18	9,29	9,20	9,17	0,11

Tenue à l'eau et pourcentage de vides (par pesée hydrostatique) des éprouvettes

Indice des laboratoires	Tenue à l'eau						Pourcentage de vides par pesée hydrostatique					
	1	2	3	4	Moyenne	Écart-type	v % 1	v % 2	v % 3	v % 4	Moyenne	Écart-type
1	0,73	0,70	0,75	0,73	0,73	0,021	9,80	9,43	9,39	9,64	9,56	0,19
2	0,71	0,71	0,68	0,72	0,71	0,017	9,43	9,84	9,43	9,43	9,53	0,21
3	0,62	0,70	0,78	0,61	0,68	0,079	10,42	10,67	10,26	10,50	10,46	0,17
4	0,75	0,73	0,76	0,78	0,76	0,021	10,77	10,57	10,73	10,77	10,71	0,10
5	0,67	0,67	0,67	0,67	0,67	0,003	9,84	10,05	9,80	10,30	10,00	0,23
6	0,79	0,80	0,82	0,82	0,81	0,015	10,50	10,46	9,88	9,72	10,14	0,40
7	0,85	0,82	0,82	0,87	0,84	0,024	9,02	9,31	9,22	8,68	9,06	0,28
8	0,69	0,71	0,72	0,70	0,71	0,013	10,42	10,01	10,34	10,38	10,29	0,19
9	0,77	0,80	0,76	0,85	0,80	0,040	10,07	10,11	10,32	9,84	10,09	0,19
10	0,76	0,75	0,68	0,71	0,72	0,037	9,97	10,34	10,46	10,38	10,29	0,22
11	0,78	0,74	0,82	0,77	0,78	0,033	9,80	9,55	9,88	9,02	9,56	0,39
12	0,68	0,75	0,78	0,79	0,75	0,050	9,97	10,05	9,68	9,55	9,81	0,23
13	0,90	0,87	0,91	0,85	0,88	0,028	10,59	10,69	10,57	10,90	10,69	0,15
14	0,73	0,72	0,73	0,74	0,73	0,008	7,61	8,06	7,32	7,24	7,56	0,37
15	0,71	0,64	0,70	0,70	0,69	0,032	10,55	10,42	10,22	10,22	10,35	0,16
16	0,71	0,60	0,56	0,64	0,63	0,063	9,72	10,42	10,30	10,71	10,29	0,42
17	0,70	0,69	0,69	0,68	0,69	0,008	10,38	10,50	10,42	10,75	10,51	0,17
18	0,76	0,73	0,70	0,77	0,74	0,032	10,01	10,38	10,22	10,01	10,15	0,18