



# CAMPAGNE EAPIC SÉRIE 14

## ESSAI DE SENSIBILITÉ À L'EAU

Cette campagne d'inter-comparaison a évalué, en conditions réelles, la performance de 37 laboratoires dans l'essai de sensibilité à l'eau des enrobés selon la méthode B (Duriez i/C) et/ou A (ITSR) de la norme NF EN 12697-12. Elle a vérifié la régularité des performances concernant la mesure des masses volumiques réelle et apparente des enrobés.



« **L'**eau est l'ennemie des chaussées. »<sup>1</sup> Son action dans les enrobés se caractérise par une détérioration progressive de l'adhésion bitume-granulat et une chute de la cohésion de l'enrobé, qui conduisent à la dégradation des performances et à une baisse de la durabilité des chaussées.

Pour évaluer la sensibilité à l'eau des enrobés, la norme NF EN 12697-12<sup>2</sup> propose 3 méthodes :

- La méthode A, l'ITSR (*Indirect Tensile Strength Ratio*), utilise la résistance en traction indirecte d'éprouvettes cylindriques.
- La méthode B, l'i/C, utilise la résistance en compression simple d'éprouvettes cylindriques.
- La méthode C évalue par filtration l'adhésivité une heure après fabrication du mélange.

Dans la méthodologie française de formulation des enrobés bitumineux, l'évaluation de la sensibilité à l'eau constitue, avec la presse à cisaillement giratoire (PCG), le premier niveau de formulation. Il s'agit donc d'un essai essentiel que pratiquent la plupart des laboratoires dans les épreuves de formulation, notamment pour le marquage CE.

L'objectif du groupe de travail EAPIC (essais d'aptitude par inter-comparaison) pour cette campagne est triple :

- évaluer, par inter-comparaison, l'aptitude des laboratoires à réaliser cet essai ;
- comparer les résultats obtenus suivant les méthodes A et B de la norme NF EN 12697-12 ;

- évaluer, accessoirement, la régularité des performances des laboratoires dans la mesure des masses volumiques réelles et apparentes des enrobés.

Cette campagne a connu la participation de 37 laboratoires, dont 22 pour la seule méthode B et 15 pour les deux méthodes A et B.

L'objectif de l'article est d'analyser les causes possibles de la variabilité des résultats tant au niveau de la confection des éprouvettes qu'au niveau de la réalisation des essais.

### COMPOSITION DU MÉLANGE

La formule choisie pour cette campagne est un AC 10 roul 50/70 ayant un i/C voisin de la limite de spécification (70 %) définie dans l'avant-propos de la norme NF EN 13108-1<sup>3</sup>.

Les granulats utilisés se composent de trois fractions granulaires (0/4, 4/6,3 et 6,3/10) provenant de la carrière de Marcigny-sous-Thil (21). Les courbes granulométriques de chacune de ces fractions et celle de la formule recomposée sont représentées dans la **figure 1**. Les absorptions d'eau, mesurées suivant la norme NF EN 1097-6<sup>4</sup> pour chacune de ces fractions, sont respectivement de 0,8 %, 0,7 % et 0,7 %.

Le liant est un bitume de classe 50/70 provenant de la raffinerie de Lavéra (13).

### AUTEURS

#### Cyrille Somé

Responsable normalisation et recherche sur les matériaux de chaussées

Groupe spécialisé EAPIC  
Laboratoire EcoMatériaux  
Cerema Ile-de-France

#### Michel Saubot

Chef de projet  
Laboratoire central de Corbas  
Eiffage Infrastructures

La formule du mélange, indiquée dans le **tableau 1**, a été choisie suite à une étude préliminaire de sensibilité à l'eau et d'aptitude au compactage à la PCG. Le compactage à la PCG montre que le pourcentage de vides à 60 girations est de 10,1 % (**figure 2**). Les résultats de l'étude préliminaire de sensibilité à l'eau ont permis d'obtenir un rapport i/C de 72 %, valeur appropriée pour une étude de sensibilité à l'eau.

**-Tableau 1-**  
Composition du mélange.

Matériau	Pourcentage massique
Sable 0/4	44,8 %
Gravillons 4/6,3	13,3 %
Gravillons 6,3/10	37,1 %
Bitume 50/70	4,8 %

Plusieurs lots d'échantillons contenant chacun 3 fractions granulaires (0/4, 4/6,3 et 6,3/10) ont été constitués. Dix de ces lots ont été tirés au hasard pour la vérification de l'homogénéité avant l'envoi des matériaux aux différents laboratoires. Le critère d'homogénéité a été vérifié sur la masse volumique préséchée des granulats conformément à la norme NF ISO 13528<sup>5</sup>. L'homogénéité a été aussi vérifiée à partir de mesures colorimétriques réalisées sur 10 lots de la fraction 6,3/10 tirés au hasard.

### MASSE VOLUMIQUE RÉELLE DE L'ENROBÉ CONFECTIONNÉ

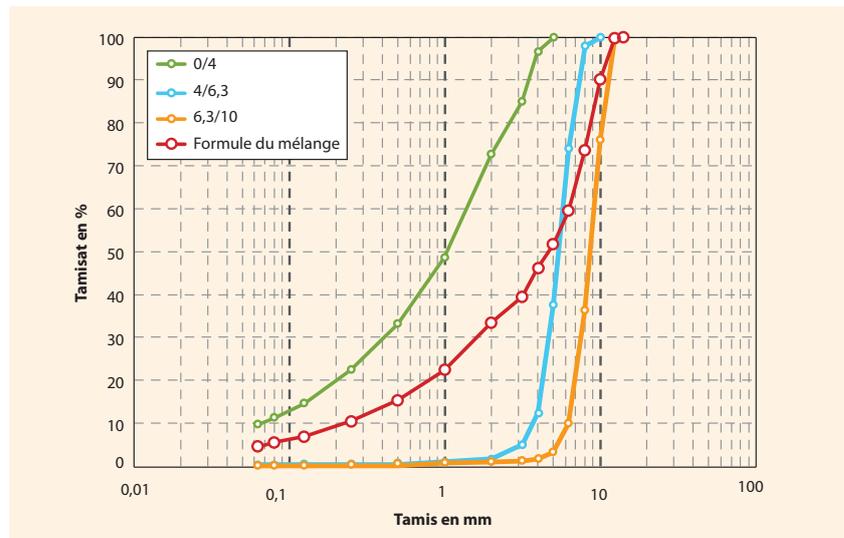
Les masses volumiques réelles ( $\rho_{mv}$ ) de chacune des quatre répliques ont été déterminées suivant la norme NF EN 12697-5 méthode A (dans l'eau)<sup>6</sup>. Les résultats obtenus pour chaque réplique de chaque laboratoire sont représentés dans la **figure 3**. Quatre laboratoires ont été écartés suite aux tests statistiques de Cochran et Grubbs (NF ISO 5725-2<sup>7</sup>).

Les résultats de fidélité (**tableau 2**) montrent que la répétabilité (r) et la reproductibilité (R) des données corrigées sont inférieures à celles obtenues lors de la campagne EAPIC n° 2-1-0038. Cela témoigne de l'amélioration de la pratique de cet essai par les laboratoires.

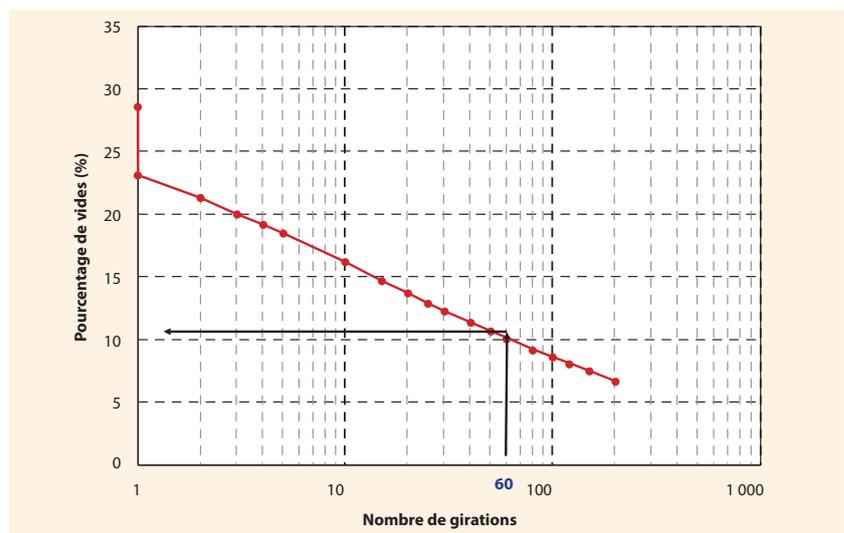
**-Tableau 2-**  
Données de fidélité de  $\rho_{mv}$  de cette campagne et d'une campagne de 2006.

Nombre de laboratoires	$\rho_{mv}$ (Mg/m <sup>3</sup> ) EAPIC n° 10-1-014 (2015) <sup>9</sup>	$\rho_{mv}$ (Mg/m <sup>3</sup> ) EAPIC n° 2-1-003 (2006) <sup>8</sup>
		29
r	0,016	0,020
R	0,034	0,044

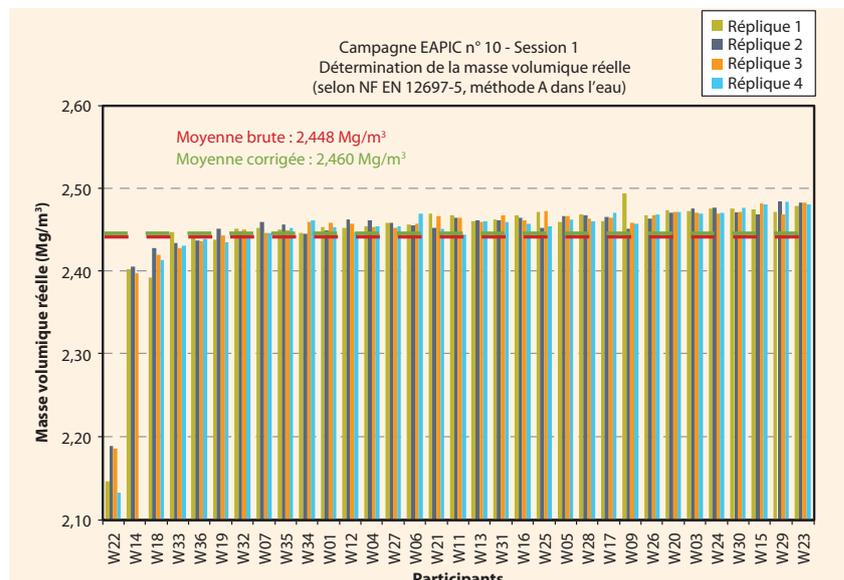
**-Figure 1-**  
Courbe granulométrique du squelette granulaire.



**-Figure 2-**  
Pourcentage de vides évalué à la PCG.



**-Figure 3-**  
Masse volumique réelle des enrobés.



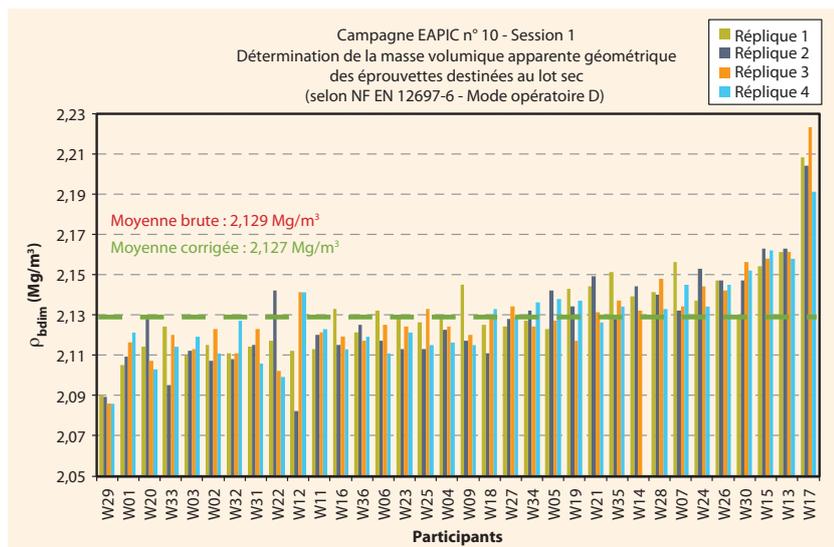
## SENSIBILITÉ À L'EAU SELON LA MÉTHODE B (ESSAI DURIEZ)

### DESCRIPTION DU PROTOCOLE D'ESSAI

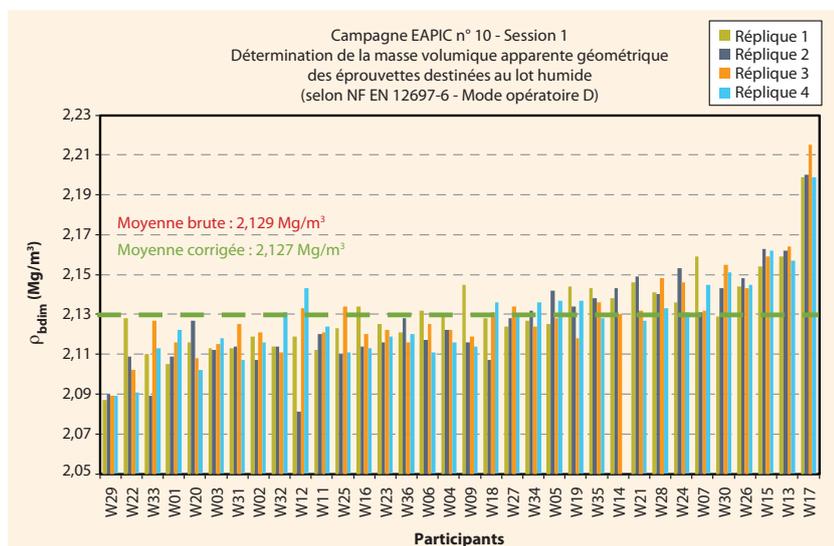
La sensibilité à l'eau (i/C) des enrobés a été déterminée conformément à la méthode B de la norme NF EN 12697-12 et aux consignes complémentaires de son avant-propos national :

- diamètre : 80 (± 2) mm ;
- nombre d'éprouvettes par lot : ≥ 5 ;
- masse des éprouvettes : 1 000 (± 2) g ;
- compactage : à 60 kN/300 s par compression double effet, 1/2 h à 2 h après remplissage des moules ;
- détermination de la masse volumique apparente géométrique ( $\rho_{bdim}$ ) des éprouvettes conformément à la norme NF EN 12697-6 mode opératoire D<sup>10</sup> ;
- validation de la série complète d'éprouvettes fabriquées :  $\rho_{bdim}$  constant à ± 1 %.

—Figure 4—  
 $\rho_{bdim}$  des lots d'éprouvettes destinées à la conservation à sec.



—Figure 5—  
 $\rho_{bdim}$  des lots d'éprouvettes destinées à la conservation dans l'eau



Les éprouvettes confectionnées sont réparties en deux lots de masse volumique apparente très proche, l'un étant conservé 7 jours dans l'eau à 18 °C (lot humide), l'autre 7 jours dans l'air à 18 °C et 50 % d'humidité relative (HR) (lot sec). Les éprouvettes sont ensuite soumises à un essai de compression simple jusqu'à rupture, à une vitesse contrôlée comprise entre 45 et 65 mm/min. Puis le ratio i/C exprimé en pourcentage est calculé, en faisant le rapport de la résistance moyenne à la compression simple du lot d'éprouvettes humides sur celle du lot d'éprouvettes sèches.

### MASSE VOLUMIQUE APPARENTE DES ÉProuVETTES CONFECTIONNÉES

Les résultats moyens de masse volumique apparente géométrique obtenus pour chaque lot sont représentés dans les figures 4 (lot sec) et 5 (lot humide) ( $\rho_{bdim}$  mesurés selon la norme NF EN 12697-6 méthode D). Deux laboratoires ont été écartés suite aux tests statistiques de Cochran et de Grubbs<sup>8</sup>.

Les données de fidélité r et R corrigées sont indiquées dans le tableau 3.

—Tableau 3—  
Données de fidélité de la  $\rho_{bdim}$  des lots de cette campagne.

	$\rho_{bdim}$ (Mg/m <sup>3</sup> ) EAPIC n° 10-1-014 (2015) <sup>9</sup>
Nombre de laboratoires	32
r	0,025
R	0,048

Elles sont identiques pour les lots secs et humides. Il n'existe pas, à notre connaissance, de données de comparaison pour la répétabilité et la reproductibilité de cet essai.

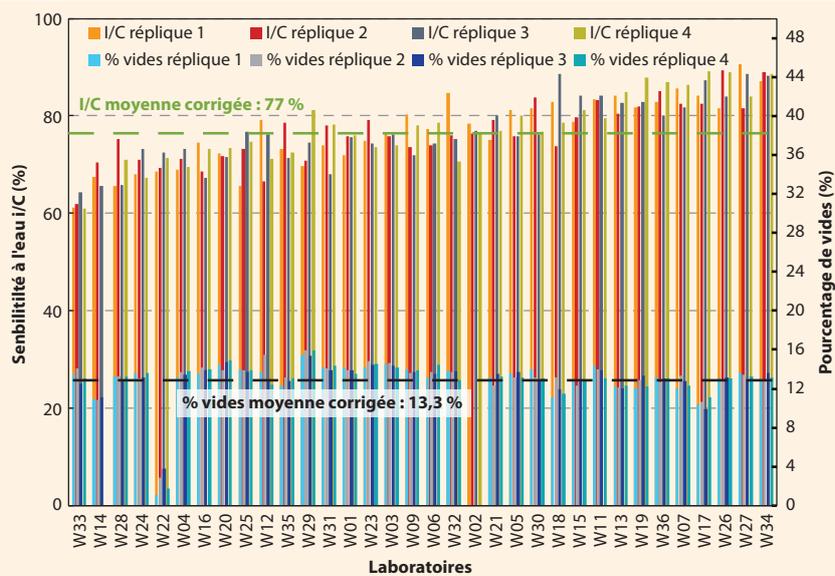
À partir des masses volumiques réelles ( $\rho_{mv}$ ) et apparentes ( $\rho_{bdim}$ ) de chaque réplique, il est possible de déterminer le pourcentage de vides apparent par la relation suivante (équation 1) :

$$\% \text{ vides} = 100 \times \left( 1 - \frac{\rho_{bdim}}{\rho_{mv}} \right)$$

### RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION

Les résultats obtenus pour chaque réplique sont présentés dans la figure 6. Les valeurs de sensibilité à l'eau i/C obtenues varient de 62 % à 91 %, autour d'une valeur moyenne de 77 %. Elles sont fortement dispersées, mais aucun laboratoire n'a été écarté suite aux tests statistiques. Les valeurs de fidélité obtenues sont plus importantes que celles de la norme NF EN 12697-12 pour la méthode B (tableau 4).

Les pourcentages de vides moyens calculés à partir de l'équation 1 varient de 10 % à 16 %, autour d'une valeur moyenne de 13,3 % (valeurs corrigées après élimination de 4 laboratoires suite aux résultats de la masse volumique réelle, qui entre dans le calcul du pourcentage de vides).



**-Figure 6-**  
Sensibilité à l'eau i/C et pourcentage de vides des enrobés pour chaque réplique.

	i/C (%) EAPIC n° 10-1-014 (2015) <sup>9</sup>	i/C (%) NF EN 12697-12 <sup>2</sup>
Nombre de laboratoires	34	14
r	9,4	7,8
R	19	13,4

**-Tableau 4-**  
Données de fidélité de la sensibilité à l'eau i/C de cette campagne et de la norme NF EN 12697-12.

Leur dispersion modérée (écart-type 1,0 %) est à relier à l'unicité du mode de confection des éprouvettes. Cependant, aucune relation apparente n'est ici perceptible entre le pourcentage de vides et la sensibilité à l'eau i/C.

## SENSIBILITÉ À L'EAU SELON LA MÉTHODE A (ITSR)

### DESCRIPTION DU PROTOCOLE D'ESSAI

La sensibilité à l'eau ITSR des enrobés a été déterminée conformément à la méthode A de la norme NF EN 12697-12.

Le choix de la méthode de confection des éprouvettes a été laissé aux laboratoires participants, parmi les trois méthodes suivantes proposées par la norme :

- compactage à la PCG ;
- compactage au compacteur de plaques puis carottage ;
- compactage par impact (Marshall).

Au cours de cette campagne, 7 laboratoires ont confectionné les éprouvettes à la PCG, 6 par le compactage à impact et 2 par carottage de plaques.

Après démoulage, la masse volumique apparente géométrique ( $\rho_{bdim}$ ) des éprouvettes est déterminée conformément à la norme NF EN 12697-6 mode opératoire D<sup>10</sup>.

Les éprouvettes confectionnées sont réparties en deux lots de masse volumique apparente très proche. Les éprouvettes destinées au lot humide

sont conservées dans l'eau à 40 °C pendant 72 h et celles destinées au lot sec à la température ambiante comprise entre 15 °C et 25 °C. Après cette conservation, puis un conditionnement à 15 °C pendant 2 h au moins, la résistance à la traction indirecte des éprouvettes de chaque lot est mesurée. Puis le ratio ITSR exprimé en pourcentage est calculé, en faisant le rapport de la résistance à la traction indirecte du lot d'éprouvettes humides sur celle du lot d'éprouvettes sèches.

### MASSE VOLUMIQUE APPARENTE DES ÉPROUVETTES CONFECTIONNÉES

Les résultats moyens obtenus pour chaque lot sont représentés dans les figures 7 et 8, respectivement pour les lots sec et humide. Un laboratoire a été écarté suite aux tests statistiques de Cochran et de Grubbs<sup>7,11</sup>.

La répétabilité et la reproductibilité obtenues sont indiquées dans le tableau 5.

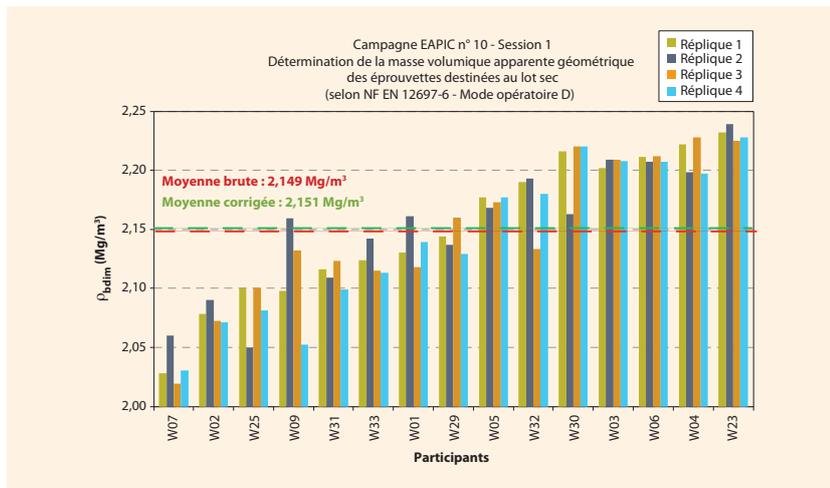
### RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION

Les résultats obtenus pour chaque réplique sont présentés dans la figure 9.

Les valeurs de l'ITSR obtenues varient de 27 % à 84 %, autour d'une valeur moyenne de 58 %. Elles sont très fortement dispersées, mais aucun laboratoire n'a été écarté suite aux tests statistiques. La répétabilité des résultats obtenus est légèrement inférieure à la valeur donnée dans la norme EN 12697-12 pour la méthode A (tableau 6).

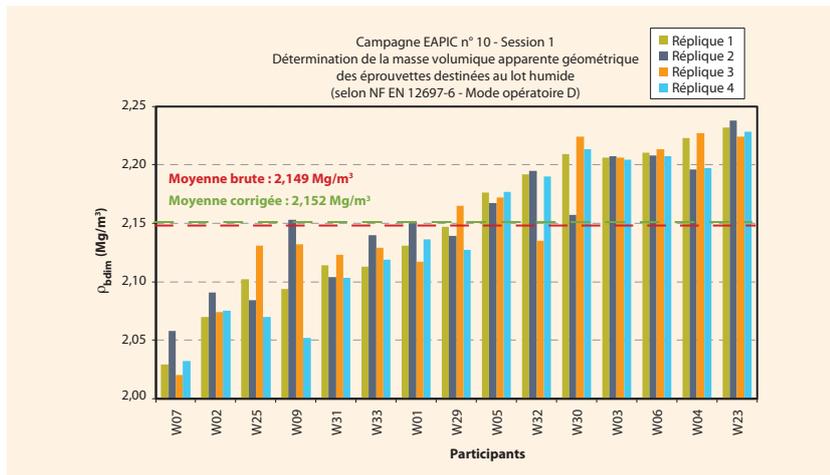
-Figure 7-

$\rho_{bdim}$  des lots d'éprouvettes destinées à la conservation à sec.



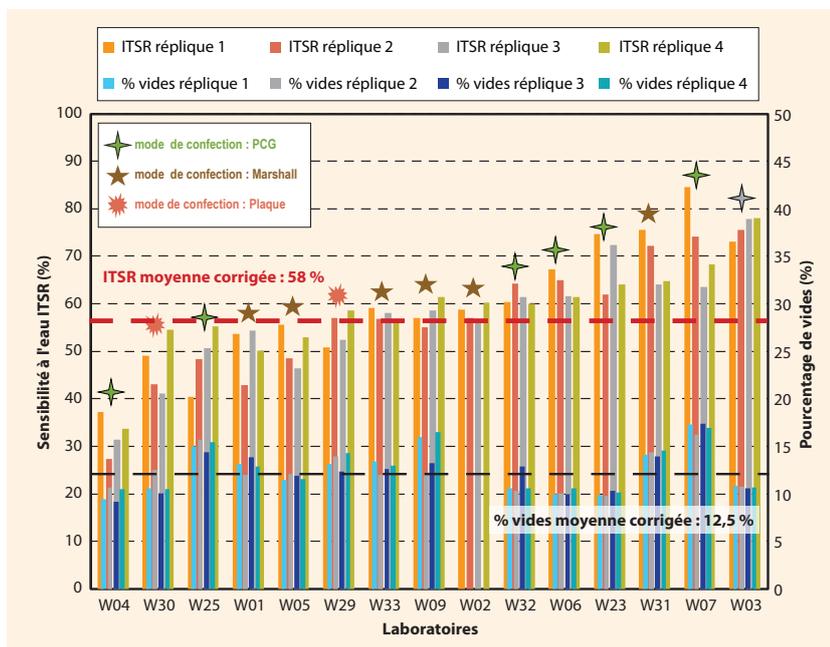
-Figure 8-

$\rho_{bdim}$  des lots d'éprouvettes destinées à la conservation dans l'eau.



-Figure 9-

Sensibilité à l'eau ITSR et pourcentage de vides des enrobés pour chaque réplique.



-Tableau 5-

Données de fidélité de la  $\rho_{bdim}$  de cette campagne.

	Fidélité	$\rho_{bdim}$ (Mg/m <sup>3</sup> ) EAPIC n° 10-1-014 (2015) <sup>9</sup>
Nombre de laboratoires		14
Lot sec	r	0,045
	R	0,172
Lot humide	r	0,046
	R	0,168

-Tableau 6-

Données de fidélité de la sensibilité à l'eau ITSR de cette campagne et de la norme NF EN 12697-12.

	ITSR (%) EAPIC n° 10-01-14 (2015) <sup>9</sup>	ITSR (%) NF EN 12697-12 <sup>2</sup>
Nombre de laboratoires	15	-
r	13,2	15
R	33,8	23

La reproductibilité est nettement supérieure. Cette dégradation peut en partie être attribuée aux différents modes de confection utilisés.

Les pourcentages de vides moyens calculés à partir de l'équation 1 varient de 9 % à 17,4 %, autour d'une valeur moyenne de 12,5 % et un écart-type de 2,2 % (figure 9). Cependant, aucune relation apparente n'est perceptible entre le pourcentage de vides et la sensibilité à l'eau ITSR.

### INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS ISSUS DES MÉTHODES B ET A

#### COMPARAISON DES RÉSULTATS DE SENSIBILITÉ À L'EAU

La moyenne des résultats i/C (77 %) est très nettement supérieure à celle des résultats ITSR (58 %). La méthode A est donc nettement plus sévère que la méthode B dans les conditions de cette expérience et à ce niveau de valeur.

La dispersion des résultats est toutefois très élevée, comme en témoignent les valeurs de fidélité :

- Les valeurs de répétabilité (r = 9,4 et 13,2) sont assez proches de celles indiquées dans la norme d'essai (r = 7,8 et 15).
- Les valeurs de reproductibilité (R = 19 et 33,8) sont nettement plus élevées que celles indiquées dans la norme d'essai (R = 13,4 et 23).

On constate donc que, dans les conditions de cette campagne, la méthode A est environ 1,4 fois plus dispersée que la méthode B au regard de la répétabilité et 1,8 fois plus dispersée en termes de reproductibilité.

Si la répétabilité montre une maîtrise acceptable de cet essai par les différents laboratoires, la reproductibilité élevée pose problème, notamment pour la validation des produits dans le cadre des épreuves de formulation et du marquage CE.

Elle peut en partie être imputée à la méthode et également, pour la méthode A, à la latitude laissée dans la confection des éprouvettes. Une amélioration est donc a priori possible pour cette méthode en imposant le mode de confection des éprouvettes.

L'analyse des résultats de l'ITSR par mode de confection (figure 10) montre que la confection des éprouvettes à la PCG entraîne plus de dispersion que le Marshall et le compactage de plaques. La dispersion la plus faible est obtenue avec la méthode de compactage de plaques, mais cette méthode a été utilisée par 2 laboratoires seulement.

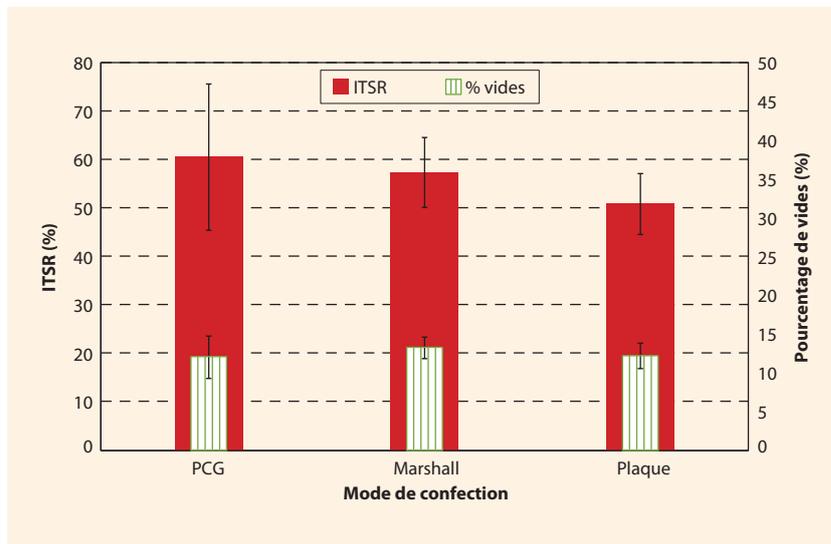
### COMPARAISON DES RÉSISTANCES À L'ÉCRASEMENT

Les résistances en compression obtenues par la méthode B sont en moyenne 5 fois plus élevées que celles obtenues par traction indirecte selon la méthode A. Ces résultats sont représentés dans les figures 11 pour chaque lot d'éprouvettes.

Les dispersions r et R des résistances obtenues pour les deux méthodes sont fournies dans le tableau 7.

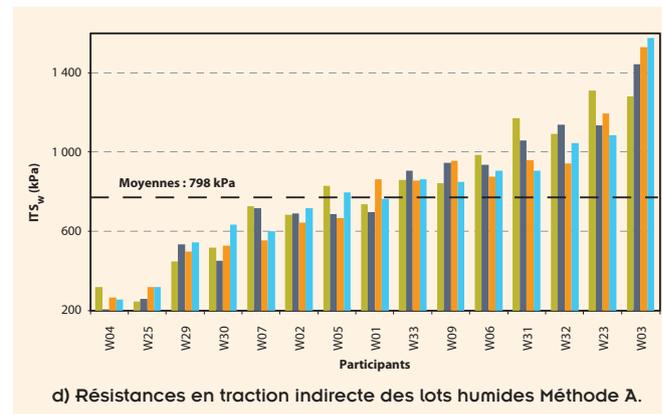
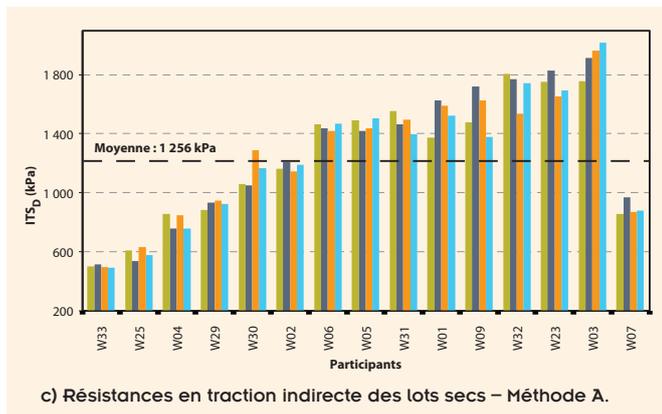
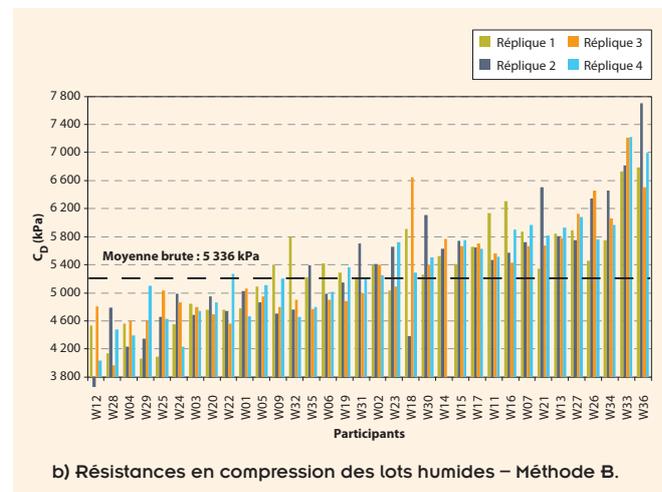
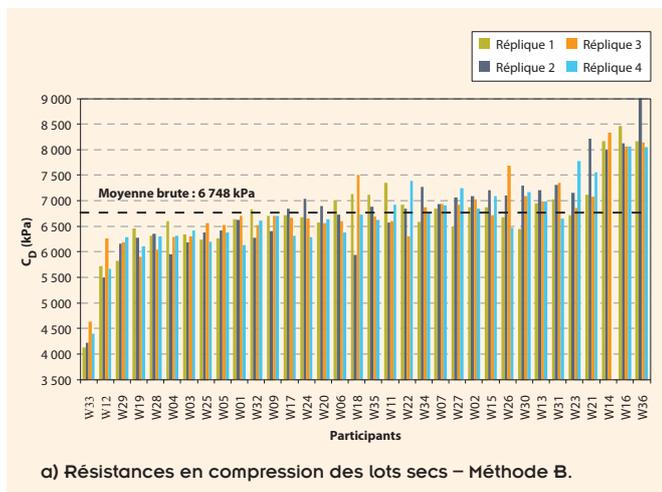
Les coefficients de variation CV (CV = écart-type/moyenne, en %) sur la répétabilité (CV<sub>r</sub>) et sur la reproductibilité (CV<sub>R</sub>) ont été évalués. Ces résultats montrent une très forte dispersion en termes de reproductibilité sur les résistances obtenues pour la méthode A, qui pourrait expliquer en partie les fortes dispersions obtenues sur la sensibilité à l'eau ITSR.

**-Figure 10-**  
Influence du mode confection des éprouvettes sur la sensibilité à l'eau ITSR et le pourcentage de vides des enrobés.



**-Figures 11-**

Résistances mesurées au cours des essais d'écrasement (méthode A et méthode B de la détermination de la sensibilité à l'eau).



**–Tableau 7–**  
**Comparaison des données de fidélité sur les résistances de cette campagne.**

	Fidélité	Méthode B		Méthode A	
		Résistance en kPa	CV	Résistance en kPa	CV
Lot sec	r	856	5 %	224	6 %
	R	2 103	11 %	1 232	35 %
Lot humide	r	975	7 %	210	9 %
	R	2 034	14 %	926	42 %

### CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Cette campagne a permis d'évaluer :

- la performance des laboratoires relative à la pratique des essais de sensibilité à l'eau i/C (Duriez) et ITSr ;
- la régularité des performances de l'ensemble des laboratoires concernant les mesures des masses volumiques réelles et apparentes des enrobés.

La moyenne des résultats obtenus, dans les conditions de cette expérience, par l'i/C est 1,4 fois supérieure à celle obtenue avec l'ITSr. Par ailleurs, les résultats de sensibilité à l'eau sont très dispersés, quelle que soit la méthode utilisée. On note également une dispersion plus importante par rapport à celle donnée dans la norme

en termes de reproductibilité pour i/C et pour ITSr. Cette reproductibilité peut poser problème, notamment pour la validation des produits dans le cadre des épreuves de formulation et du marquage CE.

Quant à la mesure de la masse volumique réelle, on note une nette réduction de la dispersion par rapport à la précédente campagne EAPIC n° 2-1-003. Grâce à cette étude, des pistes d'amélioration collective peuvent être proposées pour réduire la dispersion de la méthode A (ITSr) :

- choisir un mode de compactage unique pour la méthode A et/ou cibler des pourcentages de vides pour la méthode A ;
- définir le délai de conservation en température des enrobés foisonnés avant le moulage des éprouvettes. ■

### Le groupe de travail EAPIC

Le groupe spécialisé EAPIC est une des composantes du Comité opérationnel qualification comparaison inter-laboratoire (COQC) de l'Idrri. Il compte actuellement 7 membres issus de l'administration et de la profession. Son activité principale est l'organisation d'essais d'inter-comparaison permettant aux laboratoires de démontrer en conditions réelles leurs performances dans la pratique d'essais courants dans le domaine des chaussées.

### RÉFÉRENCES

1. M. Duriez, *Traité des matériaux de construction*, Dunod, 1950, tomes I et II.
2. NF EN 12697-12 « Détermination de la sensibilité à l'eau des enrobés bitumineux », septembre 2008.
3. NF EN 13108-1 « Mélanges bitumineux - Spécifications des matériaux - Partie 1 : enrobés bitumineux », février 2007.
4. NF EN 1097-6 « Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau », janvier 2014.
5. NF ISO 13528 « Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons inter-laboratoires », décembre 2005.
6. NF EN 12697-5 « Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarbonés à chaud - Partie 5 : masse volumique réelle (MVR) des matériaux bitumineux », mars 2010.
7. NF ISO 5725-2 « Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 2 : méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée », décembre 1994.
8. EAPIC, 2<sup>e</sup> campagne - 1<sup>re</sup> session - Série n° 3, Détermination de la masse volumique maximale (MVR) et Détermination du pourcentage de vides d'un mélange hydrocarboné par essai de compactage à la presse à cisaillement giratoire (PCG) Rapport n° 2-1-003, février 2006.
9. EAPIC, 10<sup>e</sup> campagne - 1<sup>re</sup> session - Série n° 14, Détermination de la sensibilité à l'eau d'un enrobé hydrocarboné, Détermination de la masse volumique réelle MVR, Détermination de la masse volumique apparente géométrique, Rapport n° 10-1-014, juin 2015.
10. NF EN 12697-6 « Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarbonés à chaud - Partie 6 : détermination de la masse volumique apparente des éprouvettes bitumineuses », août 2012.
11. Afnor, Les essais inter-laboratoires, 2005.