

Détermination des caractéristiques de référence des bitumes purs 50/70 produits dans les raffineries françaises en 1999

Emmanuelle SAUGER

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
Centre de Nantes

Didier JAMOIS

Groupement professionnel des bitumes

Bernard LOMBARDI

Groupement professionnel des bitumes

Jean-François CORTÉ

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
Centre de Nantes

RÉSUMÉ

Un important programme de travail a été élaboré conjointement par le Groupement professionnel des bitumes (GPB) et le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) afin de déterminer des caractéristiques de référence sur les différents bitumes purs, répondant à la norme AFNOR NF EN 12591, produits dans les raffineries françaises à partir de 1999. Il associe, dans sa conception, son financement et sa réalisation, des laboratoires des sociétés pétrolières et de l'Administration française. La durée prévue du programme d'études est de quatre ans, reconductible tacitement.

Ce travail a deux objectifs principaux :

➤ le premier objectif est de fournir des éléments de comparaison fiables permettant de situer les caractéristiques de performance des liants modifiés et spéciaux, en particulier lors de l'instruction des Avis techniques du Comité français pour les techniques routières (CFTR). Les essais de laboratoire incluent des tests tels que le RTFOT, le module complexe et les essais de traction ;

➤ le second objectif veut être une contribution de la France aux travaux européens sur les futures spécifications performantielles, dites de seconde génération, prévues au-delà de 2005. Des essais BBR (Bending Beam Rheometer) et de vieillissement PAV (Pressure Aging Vessel) ont donc été également réalisés.

La première année a été consacrée à l'étude des bitumes routiers de grade 50/70, qui sont parmi les plus utilisés. Les résultats d'essais montrent que les susceptibilités de ces liants ont des valeurs très voisines, malgré un échantillonnage volontairement large. Ceci pourrait découler du resserrement des spécifications sur les pénétrabilités et les températures bille et anneau des bitumes avant et après RTFOT, décidées en France en 1988, puis en 1992.

DOMAINE : Routes.

ABSTRACT

A major work program has been jointly developed by the Bitumen Trade Association (Groupement professionnel des bitumes – GPB) and the Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) in order to determine the reference characteristics on pure bitumen complying with European Standard NF EN 12591. These materials were produced in French refineries from 1999 onward. In its design, financing and execution, this project has associated laboratories from both oil companies and French administrative agencies. The study program is planned to run four years and may be renewed upon tacit approval.

This program features two main objectives :

➤ *The first consists of providing a set of reliable comparative elements to enable positioning the performance characteristics of modified and special binders, in particular when administering the Technical Recommendations issued by the French Road Technology Committee (CFTR). The laboratory tests conducted include RTFOT, complex modulus and phase angle and tensile testing ;*

➤ *The second objective is intended as France's contribution to the European program on future performance-related (so-called "second generation") specifications, slated for 2005 and beyond. Along these lines, BBR (Bending Beam Rheometer) tests and PAV (Pressure Aging Vessel) aging tests have also been carried out.*

The program's first year was devoted to the study of 50/70 pen-grade road bitumen samples, which are among the most heavily used. Test results indicate that the susceptibilities of these binders display very similar values, despite a deliberately broad sampling. This finding may stem from the tightening of specifications on both the penetrability and ball-and-ring softening temperatures of bitumen before and after RTFOT, as decided in France in 1988 and 1992.

FIELD : Roads.

Instruction et objectifs

Un important programme de travail a été élaboré conjointement par le Groupement professionnel des bitumes (GPB) et le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) afin de déterminer certaines caractéristiques de référence sur les différents bitumes purs, répondant à la norme AFNOR NF EN 12591, produits dans les raffineries françaises à partir de 1999.

■ **Deux objectifs principaux** ont présidé au choix de ce thème de collaboration entre le LCPC et le GPB :

① disposer d'éléments fiables sur les quatre grades de bitumes purs (20/30, 35/50, 50/70 et 70/100) utilisés dans les enrobés en France, afin de situer par comparaison les caractéristiques de performance des liants modifiés et spéciaux, en particulier lors de l'instruction des Avis techniques du CFTR (Comité français pour les techniques routières),

② contribuer au niveau français aux travaux européens du CEN visant à élaborer des spécifications de liants fondées sur les performances dites « spécifications de seconde génération », prévues au-delà de 2005.

■ **Ce projet associé**, dans sa conception, son financement et sa réalisation, à la fois les centres de recherche des sociétés pétrolières membres du GPB et deux laboratoires de l'Administration :

➤ BP-ExxonMobil, Centre européen de technologie de Port-Jérôme-Gravenchon (France), Centre de recherche de Sunbury (Grande-Bretagne), et pour cette étude, l'ancien Centre de recherche BP de Dunkerque (France),

➤ Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) (France),

➤ Laboratoire régional des Ponts et Chaussées (LRPC) d'Aix-en-Provence (France),

➤ Société des pétroles Shell, Centre de recherche et de technologie de Grand-Couronne (France),

➤ TotalFinaElf, Centre de recherche de Solaize et Centre européen de recherche et technique de Gonfreville (France).

Sélection des échantillons de bitumes

■ Le **principe général** est d'étudier chaque année trois échantillons représentatifs d'un grade de bitume choisi par le GPB parmi les productions françaises de l'année précédente. De cette manière, les caractéristiques de référence seront réactualisées tous les quatre ans. Le grade qui a été retenu pour l'année 1999 est le 50/70.

■ **Pour l'année 1999**, trois bitumes référencés GPB 99/A, GPB 99/B et GPB 99/C ont été choisis en se fondant sur les analyses statistiques annuelles réalisées par les pétroliers français sur leurs productions de bitumes de 1998 (treize raffineries concernées actuellement) avec pour critères de sélection :

➤ la susceptibilité thermique (critère : indice de pénétrabilité IP Pfeiffer),

➤ la résistance au vieillissement (critère : accroissement de point de ramollissement bille et anneau (ΔT_{BA}) après RTFOT de 1 heure 15 minutes à 163 °C).

■ Afin de **représenter au mieux** l'éventail des productions françaises de bitumes, on a sélectionné :

➤ un échantillon avec les IP Pfeiffer et accroissements ΔT_{BA} les plus faibles,

➤ un échantillon avec les IP Pfeiffer et accroissements ΔT_{BA} les plus forts,

➤ un échantillon avec des IP Pfeiffer et accroissements ΔT_{BA} moyens.

Résultats d'essais

Les valeurs présentées sur les figures ci-après correspondent :

➤ d'une part, aux valeurs mini, maxi et moyennes tirées de la présente étude,

➤ d'autre part, aux résultats, lorsqu'ils étaient disponibles, obtenus par le LCPC sur le bitume choisi à cette époque pour servir de base de comparaison pour les Avis techniques ; ces valeurs sont indiquées sous la dénomination « Bitume Avis techniques ».

La présentation des résultats est complétée, chaque fois qu'il est possible, par l'indication de la plage d'incertitude associée aux caractéristiques de précision données dans les normes d'essais. Cette plage d'incertitude est définie comme étant, soit l'intervalle de confiance de l'essai (lorsque les valeurs de fidélité sont connues), soit comme une estimation de l'incertitude de mesure tenant compte des connaissances actuelles des praticiens de l'essai (lorsque la fidélité de la méthode n'a pas été établie).

Cette publication complète les résultats partiels présentés lors du congrès Eurasphalt et Eurobitume de Barcelone en 2000 [1].

Tenue au vieillissement des bitumes 50/70

■ Méthodes utilisées pour ces déterminations

- NF EN 1426 → Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille
- NF EN 1427 → Détermination de la température de ramollissement – Méthode bille-anneau
- NF EN 12607-1 → Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air – Partie 1 : méthode RTFOT
- NF T 60-115 → Détermination de la teneur en asphaltènes des liants bitumineux
- M.O. LRPC-Aix → Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air – Méthode PAV (Pressure Aging Vessel)

Les valeurs de bille-anneau et de pénétrabilité à 25 °C, présentées sur les figures 1 et 2, après simulation du vieillissement court-terme à 163 °C (enrobage) par la méthode RTFOT traduisent un bon respect de

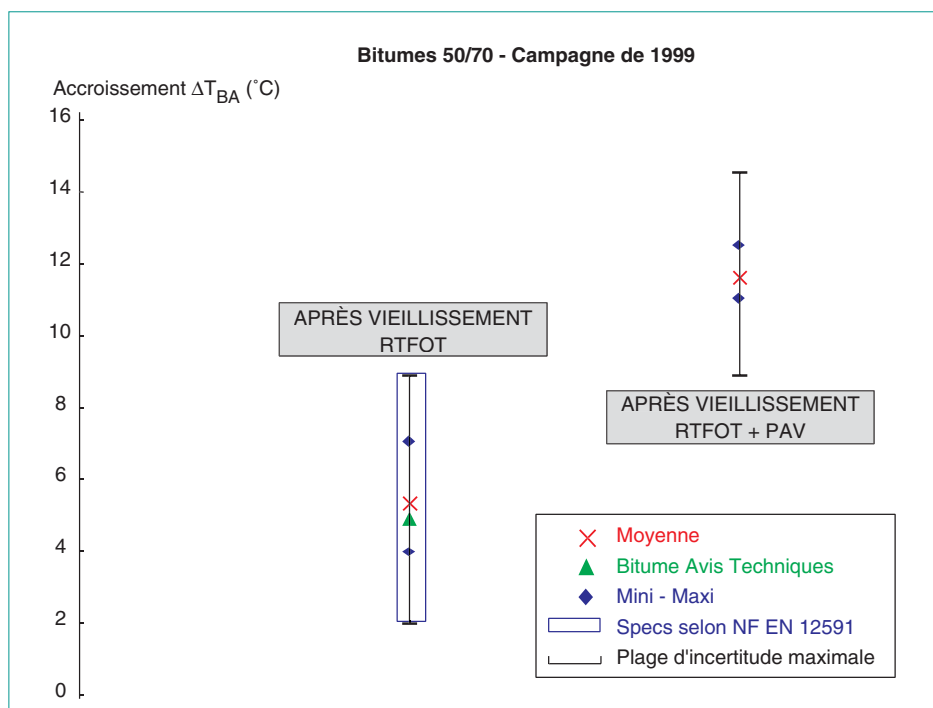


Fig. 1 - Accroissement de point de ramollissement ΔT_{BA} après simulation du vieillissement au laboratoire.

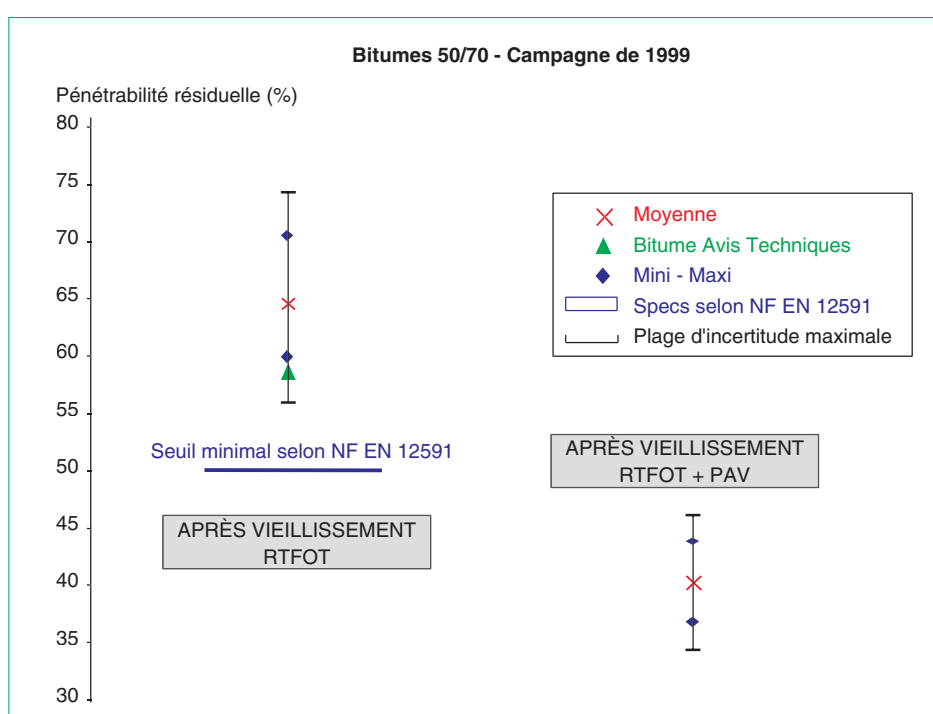


Fig. 2 - Pénétrabilité résiduelle après vieillissement simulé au laboratoire.

la norme NF EN 12591. Les valeurs obtenues après application successive des protocoles RTFOT et PAV, censés simuler un vieillissement long-terme dans les chaussées, sont données à titre de référence indicative pour les fabrications des raffineries françaises. Il en est de même pour les teneurs en asphaltènes selon la méthode AFNOR NFT 60-115 au n-heptane présentées sur la figure 3.

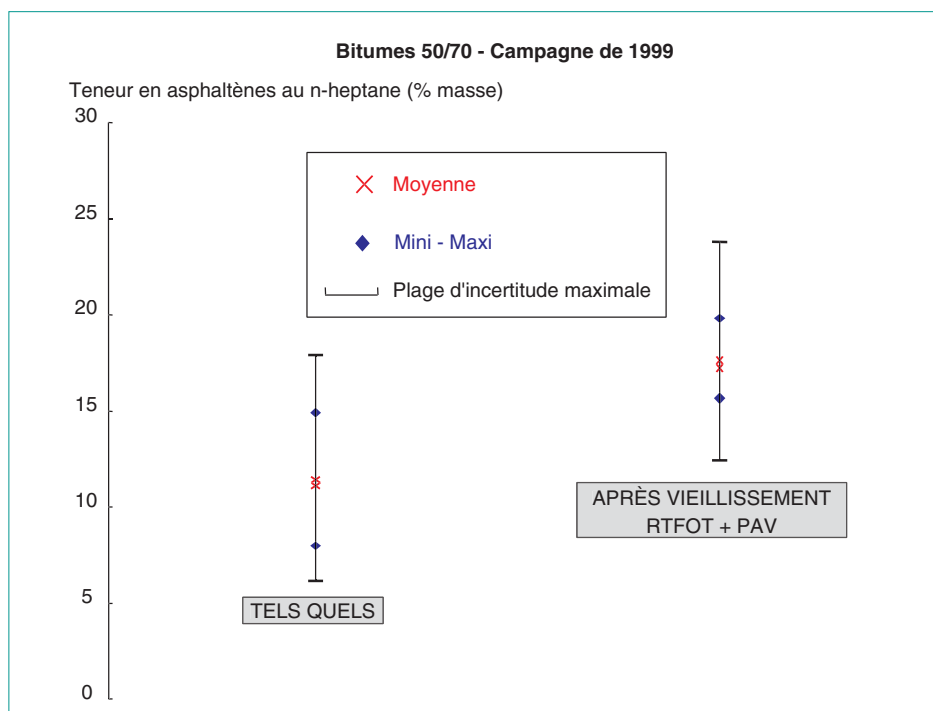


Fig 3 - Teneur en asphaltènes au n-heptane. Évolution après simulation du vieillissement au laboratoire.

Tenue à la fatigue mécanique des bitumes 50/70

■ Méthodes utilisées pour ces déterminations

- NF T 66-038 → Essai de traction sur haltère
- NF T 66-039 → Détermination de l'énergie conventionnelle par essai de traction sur haltère
- prNF T 66-064 → Susceptibilité à la température, essai d'indice de pénétrabilité à cinq températures (IP-5T)

Actuellement, aucune spécification sur bitume pur n'existe pour l'essai de traction. Les valeurs d'allongement à la rupture des bitumes 50/70 de 1999 (tableau I) sont sensiblement plus élevées que celle du « bitume Avis techniques », de même que l'énergie conventionnelle à la rupture. Les bitumes fabriqués en 1999 sont donc plus « tenaces » (*i.e.* plus résistants à la rupture) à température ambiante.

TABLEAU I

Résultats des essais de traction sur haltère H2 à 20 °C et 500 mm/min selon la norme NF T 66-038 et de la détermination de l'énergie conventionnelle à la rupture

	Étendue de valeurs (mini-maxi)	Moyenne	« bitume Avis techniques »
Allongement à la rupture en % (traction H2 : 20 °C/500 mm/min)	720 – 800	754	523
Énergie conventionnelle à la rupture en J/cm ² (traction H2 : 20°C/ 500 mm/min)	1,6 – 2,2	1,9	1,3

Notons cependant que la fidélité de la méthode T66-038 est très mal connue. Quant aux valeurs de l'indice de pénétrabilité LCPC, elles sont un peu dispersées, mais leur moyenne est en ligne avec la valeur annoncée pour le « bitume Avis techniques » (tableau II).

TABLEAU II

Détermination de l'indice de susceptibilité thermique à cinq températures selon la norme prNF T 66-064

	Étendue de valeurs (mini-maxi)	Moyenne	« bitume Avis techniques »
Indice de pénétrabilité LCPC	- 1,7 à - 0,7	- 1,2	- 1,2

Tenue à la fissuration à froid des bitumes 50/70

Critère classique (Fraass)

■ Méthode utilisée pour cette détermination

- NF EN 12593 → Détermination du point de fragilité Fraass

La France n'ayant pas retenu cette caractéristique pour la norme NF EN 12591, aucune spécification n'est imposée. Les valeurs sont données à titre informatif. La valeur moyenne de - 13 °C est toutefois jugée correcte pour un grade 50/70 (fig. 4).

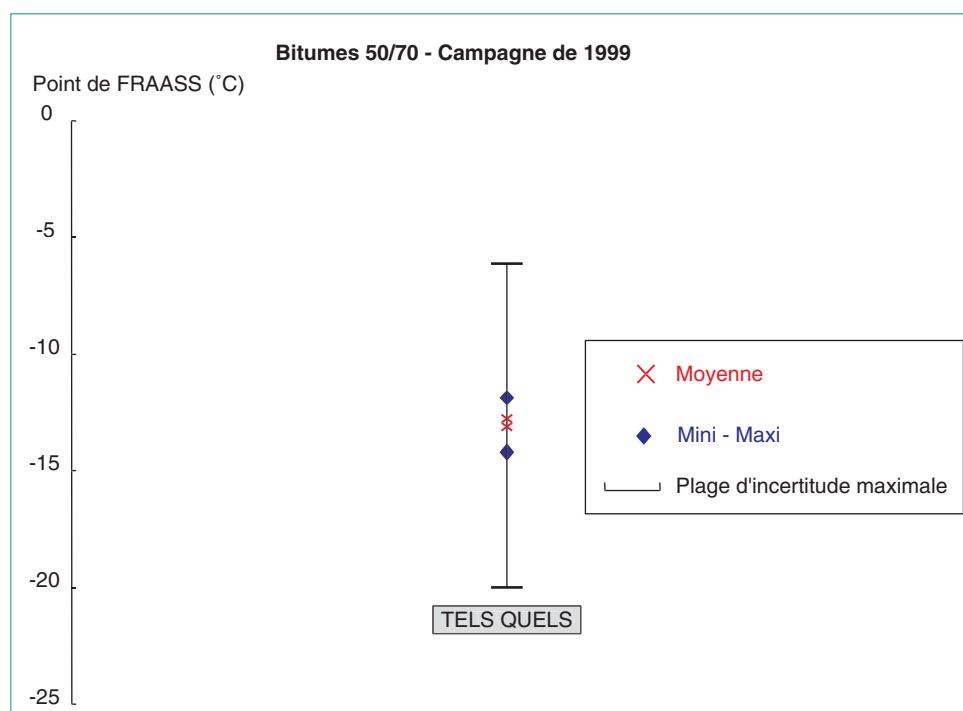


Fig. 4 - Températures de fragilité selon l'essai Fraass.

Critères de rupture (traction H2 et DTT)

■ Méthodes utilisées pour ces déterminations

- NF T 66-038 → Essai de traction sur haltère
- NF T 66-039 → Détermination de l'énergie conventionnelle par essai de traction sur haltère
- M.O. LCPC → Essai de traction directe DTT (Direct Tensile Test) de type SHRP

Aucune spécification n'existe actuellement dans la norme NF EN 12591 concernant la traction sur éprouvette haltère de type H2, et la fidélité (reproductibilité et répétabilité de la méthode) n'est pas connue. Le « bitume Avis techniques » est dans la moyenne des 50/70 fabriqués en 1999 (tableau III).

TABLEAU III

Résultats des essais de traction sur haltère H2 à 5 °C et 100 mm/min selon la norme NF T 66-038 et de la détermination de l'énergie conventionnelle à la rupture à 5 °C et 100 mm/min selon la norme NF T 66-039

	Étendue de valeurs (mini-maxi)	Moyenne	« bitume Avis techniques » (août 1999)
Allongement à la rupture en % (traction H2 : 20 °C/100 mm/min)	169 – 290	233	254
Énergie conventionnelle à la rupture en J/cm ² (traction H2 : 5°C/100 mm/min)	7,5 – 9,9	8,8	8,6

Concernant la traction directe de type SHRP (Direct Tensile Test DTT), il faut rappeler, en préambule, qu'un essai croisé a été organisé en lien avec le Groupe National Bitumes (GNB) entre 1998 et 2001 [2-3]. Cet essai croisé a permis de :

- recenser les pratiques relatives à cet essai de traction directe au sein de la profession,
- aboutir à la rédaction d'un mode opératoire commun,
- mettre en lumière le rôle joué par la métrologie des matériels d'essais (raideurs d'appareillages, vitesses de déplacement des traverses mobiles et incidence de la nature des embouts plastiques utilisés pour la réalisation des éprouvettes).

L'incidence de ces différences est notable, en particulier sur la détermination interlaboratoire de la température d'isodéformation 1 % (qui peut conduire à un écart de 10 °C sur T_{iso1 %} pour un produit donné). De ce fait, et dans un souci de rigueur, les résultats présentés ci-dessous sont issus d'un même laboratoire et ont été effectués par un même opérateur, selon un mode opératoire fixe et sur la même machine d'essai. Les relevés de déplacement ont été réalisés au moyen d'un extensomètre optique. Ce système optique permet une lecture directe du déplacement réel de l'éprouvette d'essai, pour une consigne de vitesse de traverse de 1 mm/min. À partir de l'enregistrement temporel des déplacements de l'éprouvette d'essai, on a calculé la vitesse réelle de déplacement de l'éprouvette pour une consigne de vitesse de 1 mm/min (tableau IV).

TABLEAU IV

Vitesses réelles de déplacement d'une éprouvette de traction SHRP en fonction de la température d'essai et pour une consigne de vitesse de 1 millimètre par minute

Température d'essai (°C)	Vitesse moyenne de déplacement d'une éprouvette (mm/min)	Écart-type sur vitesse moyenne
- 10	0,74	0,10
- 11	0,65	-
- 12	0,64	0,07
- 14	0,61	0,05

Les valeurs de vitesses réelles s'avèrent être inférieures à 1 mm/min et ont tendance à être dépendantes de la T °C d'essai, c'est-à-dire de la rigidité du matériau en place ; ceci a été confirmé par des tests de corrélation de rang.

Pour le dépouillement des essais, les valeurs de déformation et de module ont donc été rapportées à 1 mm/min en faisant l'hypothèse d'une variation linéaire de ces deux grandeurs avec la vitesse d'essai. Il faut noter au passage qu'une telle hypothèse n'est pas strictement validée lorsque le matériau aborde un domaine de réponse non linéaire, domaine pour lequel la relation mathématique de dépendance n'est plus aussi simple. Par ailleurs, les valeurs de module ont été obtenues par un lissage linéaire des courbes contrainte/déformation à partir du régime permanent de la vitesse d'essai.

Avec ces hypothèses, on obtient les résultats présentés sur la figure 5.

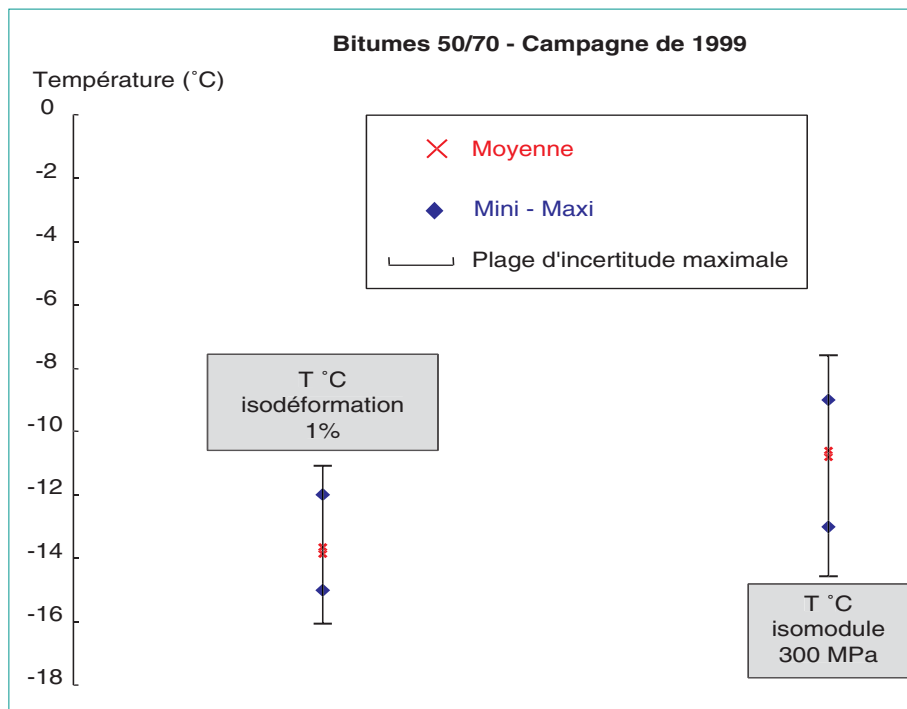


Fig. 5 - Résultats des essais de traction directe de type SHRP (matériel utilisé : presse de traction équipée d'une enceinte thermique régulée à l'azote liquide et d'un extensomètre optique).

L'incertitude sur les valeurs de $T_{1\%}$ et $T_{300\text{MPa}}$ a été calculée à partir des interpolations linéaires du faisceau des valeurs minimales et maximales de la déformation à la rupture et du module à l'origine.

On obtient respectivement une incertitude de :

- ± 1 °C sur la température $\varepsilon = 1$ %,
- $\pm 1,5$ °C sur la température $E_0 = 300$ MPa.

On notera cependant que ces **valeurs d'incertitude** sont propres à cette classe de bitume, et ne sont pas **extrapolables à d'autres classes** [3].

En guise de conclusion sur ces essais, on insiste sur le fait, qu'en l'état actuel des connaissances sur l'essai de traction directe, il nous semble pour le moins hasardeux d'en tirer des seuils pour d'éventuelles spécifications. En effet, on ne peut pas, à l'heure actuelle, correctement mettre en regard des données d'essais issues de laboratoires différents présentant des différences :

- de raideur de l'appareillage d'essai,
- des déformations parasites des embouts de fixation selon la nature du matériau employé,
- du système de relevé des déformations des éprouvettes (lecture directe par extensométrie ou relevé indirect par déplacement de traverse à vitesse de déplacement variable selon le matériel pour une consigne commune de 1 millimètre par minute).

Critères rhéologiques (module complexe et BBR)

■ Méthodes utilisées pour ces déterminations

- PrXP T 66-065 → Détermination du module complexe et de l'angle de phase des liants bitumineux
- PrXP T 66-062 → Comportement à basse température, essai de fluage par flexion de barreau (Bending Beam Rheometer BBR)

Il faut noter, en préambule, qu'aucune valeur de BBR n'apparaît dans les Avis techniques actuels.

■ Les **critères « Avis techniques »** sont en effet fondés sur des essais de visco-analyse (module complexe et angle de phase) sur bitumes non vieillis, et sur notre expérience de chantiers ayant conduit à de la fissuration en France, à savoir :

- température pour un module de cisaillement $G^* \leq 133$ MPa (soit un module de traction $E^* \leq 400$ MPa) à 7,8 Hz,
- température pour un angle de phase δ de 27° à 7,8 Hz.

■ Les critères « SHRP » sont, eux, fondés sur des essais BBR réalisés sur bitumes vieillis au RTFOT + PAV :

- température pour un module de fluage en flexion $S^* \leq 300$ MPa,
- température pour une susceptibilité thermique de fluage (pente de Log S en fonction de la température T °C d'essai) $m \geq 0,3$.

Pour les résultats de visco-analyse (module complexe et angle de phase) (fig. 6), la fidélité est inconnue, mais l'incertitude sur la température est estimée à $\pm 0,5$ °C à partir d'études précédentes. En outre, on note que la température « critique » la plus pénalisante entre l'isomodule à 133 MPa et l'iso-angularité à 27° semble être cette dernière qui conduit à une température systématiquement plus élevée.

Par rapport aux critères BBR (tableau V), certains bitumes sont en limite du critère de fissuration ($m < 0,3$). La température la plus pénalisante (température dite « critique ») semble être la température pour laquelle $m = 0,3$ (i.e. température d'isopente). La fidélité est là aussi inconnue, mais l'incertitude sur la température « critique » est estimée également à $\pm 0,5$ °C.

TABLEAU V

Critères de fissuration à froid selon les essais de fluage en flexion trois points à basse température de type BBR

Essais BBR après RTFOT + PAV	Étendue de valeurs (mini-maxi)	Moyenne
Allongement à la rupture en % (traction H2 : 20 °C/100 mm/min)	- 16,1/- 15,2	- 15,6
Pente m à cette température d'isomodule	0,287/0,363	0,313
Température T °C « critique » d'isopente pour $m = 0,300$	- 16,1/- 13,5	- 15,0

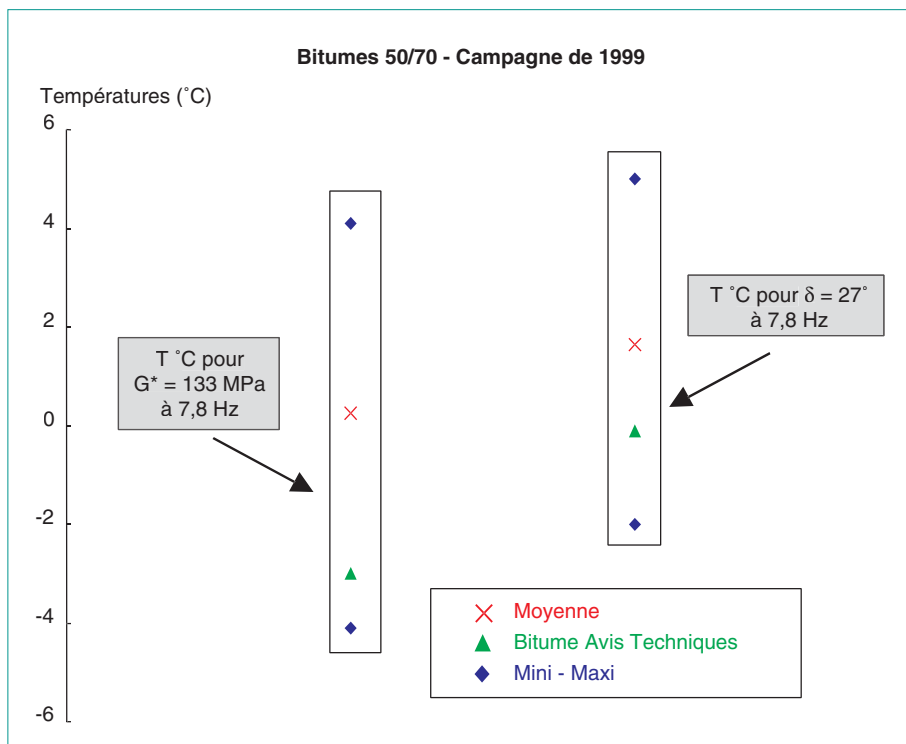


Fig. 6 - Critères de fissuration à froid selon les essais de visco-analyse (module complexe et angle de phase).

Par rapport aux températures minimales rencontrées sur les chaussées en France (que l'on admet voisines de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$), les liants de cette classe tolèrent un niveau de température « critique » de fissuration *au-dessous de ce seuil*. En effet, selon l'équivalence admise par le SHRP (2 h de fluage à $T\text{ }^{\circ}\text{C}$ minimale chaussée = 60 s de fluage au BBR à $T\text{ }^{\circ}\text{C}$ minimale + $10\text{ }^{\circ}\text{C}$), la température « critique » estimée vaut ($T\text{ }^{\circ}\text{C}$ minimale BBR - $10\text{ }^{\circ}\text{C}$), soit au plus ici $-23\text{ }^{\circ}\text{C}$ (incertitude incluse).

Donc cette classe de liants 50/70, au regard de ces critères BBR, ne devraient pas être enclins, selon les critères SHRP, à la fissuration en France. Ces liants 50/70 produits en 1999 sont, *a priori*, utilisables dans des régions de France soumises à des hivers rigoureux, sous réserve de la pertinence de la prédiction de l'essai BBR par rapport à un phénomène de rupture de liant par fissuration fragile.

Critères structuraux (teneurs en paraffines et fractions cristallisables)

■ Méthodes utilisées pour ces déterminations

- NF EN 12606-2 → Détermination de la teneur en paraffines – Partie 2 : Méthode par extraction (dite « méthode AFNOR »)
- PrNF T 66-067 → Méthode de dosage des fractions cristallisables dans les bitumes par analyse calorimétrique différentielle (DSC/ACD)

Il n'y a pas de spécifications dans la norme NF EN 12591 sur la méthode calorimétrique, ni de valeurs de fidélité dans la norme d'essai prNFT66-067. La position du « bitume Avis techniques » n'est pas connue. La méthode AFNOR, par ailleurs beaucoup plus longue à réaliser que la méthode par analyse calorimétrique différentielle (DSC) (cinq jours au lieu de deux par DSC), ne conduit pas à la même estimation des composants susceptibles de cristalliser dans le bitume. Ces caractéristiques structurales sont, en outre, difficiles à relier au comportement en place des enrobés (fig. 7).

Il faut noter que les valeurs d'analyse calorimétrique ont été obtenues après un refroidissement lent ($1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$) de $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, de manière à uniformiser l'exploitation des massifs endothermiques obtenus. En effet, les lignes de base du signal ACD sont très dépendantes du programme de température appliqué à l'échantillon avant analyse [4].

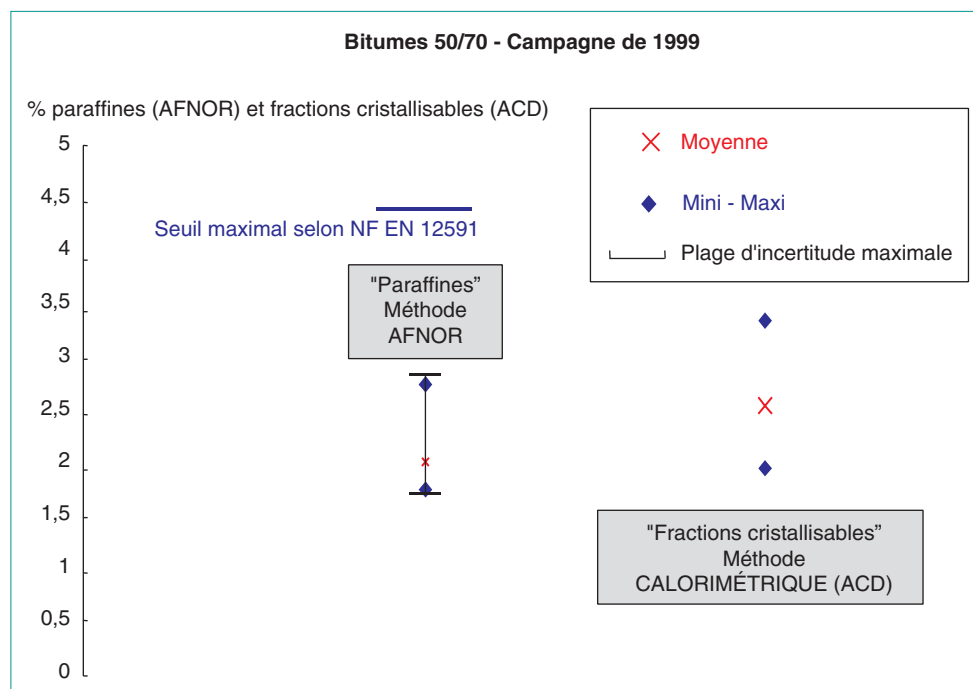


Fig. 7- Dosage en fractions cristallisables des bitumes selon les méthodes par extraction (AFNOR) et calorimétrique (ACD).

Tenue à l'orniérage des bitumes 50/70

■ Méthode utilisée pour cette détermination

- PrXP T 66-065 → Détermination du module complexe et de l'angle de phase des liants bitumineux

Il faut noter, en préambule, qu'aucune donnée n'est disponible pour le « bitume Avis techniques » concernant le critère SHRP à 1,6 Hz (édition de 1999).

■ Les **critères « Avis techniques »** sont fondés sur des essais de visco-analyse (module complexe et angle de phase) sur bitumes non vieillis, et sur notre expérience de chantiers d'orniérage réalisés en France, à savoir :

➤ température pour que le module de cisaillement $G^* \leq 10$ kPa (soit un module de traction $E^* \leq 30$ kPa) à 7,8 Hz.

Dans ce qui suit, toutes les données obtenues à 7,8 Hz (correspondants aux critères des Avis techniques CFTR) ont réellement été mesurées à cette fréquence, avec des appareils de type rhéomètre en cisaillement annulaire (Metravib). Il en est de même pour les données présentées à 1,6 Hz (correspondants aux critères SHRP) qui ont été réellement mesurées à cette fréquence avec des appareils de type rhéomètres en cisaillement plan-plan (DSR) (fig. 8).

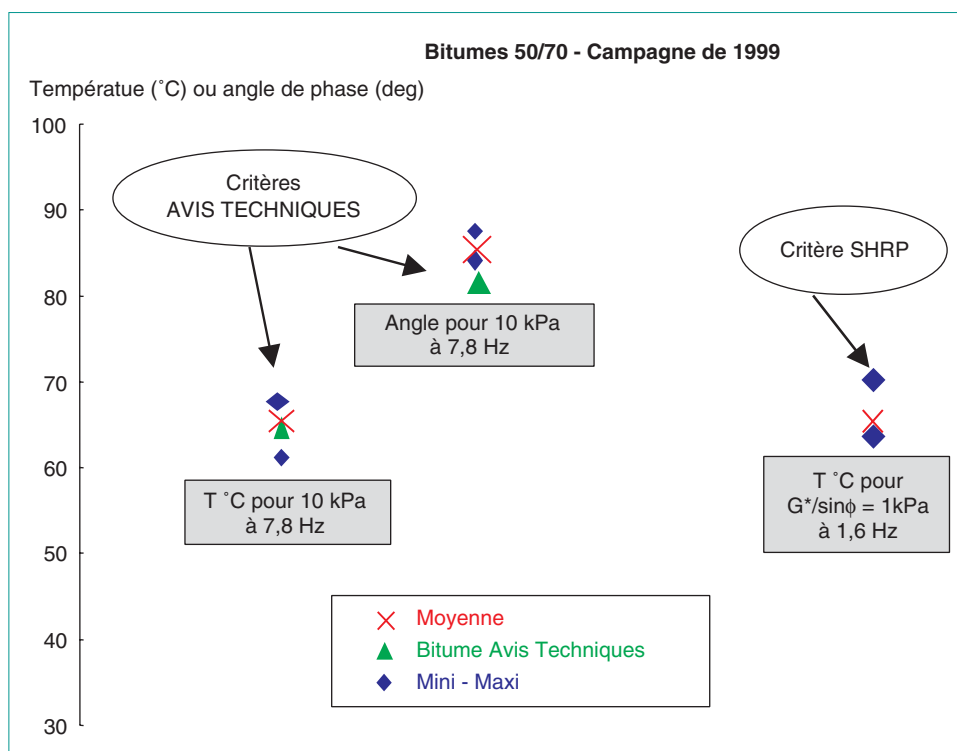


Fig. 8 - Critères de sensibilité à l'orniérage selon les essais de visco-analyse (module complexe et angle de phase).

Le « bitume Avis techniques » se retrouve dans la fourchette de variation des bitumes 50/70 de 1999 testés, et il est légèrement moins susceptible (angle de phase un peu plus faible).

Ici, la température pour $G^* = 10$ kPa à 7,8 Hz est au minimum de 62 °C. L'incertitude estimée par les praticiens sur cette température est de $\pm 0,5$ °C. Cela situerait donc, peut-être, les bitumes 50/70 à la limite des températures maximales sur chaussées rencontrées dans le sud de la France.

À noter que la traduction du critère des Avis techniques de 7,8 Hz à 1,6 Hz (par la loi de WLF) donnerait un seuil de module deux fois plus sévère que celui du SHRP. Cette plus grande « sévérité » du critère retenu en France, fondée sur des retours chantiers, reflète probablement la plus grande agressivité des charges à l'essieu admises en France.

Conclusions

Un important programme d'étude a été lancé sur des échantillons représentatifs des productions françaises de bitumes routiers. Ce programme quadriennal a débuté en 1999 par l'étude du grade 50/70. Les essais retenus, outre les essais de caractérisation usuels, sont de type rhéologique et physico-chimique, et incluent ceux associés aux spécifications américaines SUPERPAVE.

Une première interprétation des conclusions de cette étude permet de souligner les points suivants :

- même si les trois échantillons de bitumes 50/70 ont été sélectionnés pour leur diversité en termes d'IP Pfeiffer et de ΔT_{BA} , on note des écarts modérés entre ceux-ci, ce qui traduit l'homogénéité de la production déterminée par les spécifications françaises actuellement en vigueur,
- les valeurs de module complexe sont assez voisines et on peut donc globalement considérer que les trois bitumes ne sont pas significativement différents du point de vue rhéologique,
- le critère des Avis techniques concernant la sensibilité à l'orniérage situerait, peut-être, les bitumes 50/70 à la limite des températures maximales rencontrées sur les chaussées du sud de la France,
- les teneurs initiales en asphaltènes ne permettent pas d'anticiper sur les évolutions de pénétrabilité et de température de ramollissement après vieillissement RTFOT,
- ces liants 50/70 produits en 1999 sont, *a priori*, utilisables dans des régions de France soumises à des hivers rigoureux, sous réserve de la pertinence de la prédiction de l'essai BBR par rapport à un phénomène de rupture de liant par fissuration fragile,
- en l'état actuel des connaissances sur l'essai de traction directe DTT du SHRP, il nous semble pour le moins hasardeux d'en tirer des seuils pour d'éventuelles spécifications,
- par ailleurs, les valeurs d'incertitude de cet essai DTT sur la détermination des températures d'isodéformation 1 % et isomodule 300 MPa rapportées ici sont propres à la classe 50/70, et ne sont pas extrapolables à d'autres classes.

Une partie importante de ces résultats (tableau VI) servira de document de base à la réactualisation des valeurs de référence publiées par les Avis techniques du CFTR en août 1999.

Les autres essais réalisés seront la contribution de la France à l'effort européen actuellement engagé en matière de normalisation dans la perspective de futures spécifications de bitumes reliées aux performances des enrobés.

Ce programme d'étude s'est poursuivi en 2000 par l'analyse des caractéristiques des liants de grade 35/50 et en 2001 avec les liants de grade 20/30. Les résultats en seront publiés prochainement.

TABLEAU VI

**Synthèse des caractéristiques de référence sur bitumes purs de classe 50/70
(productions françaises de 1999)**

Tenue au vieillissement

Caractéristiques mesurées	Méthodes	Unités	Moyenne	Mini	Maxi	« Bitume Avis Techniques » (août 1999)	Norme NF EN 12591
Pénétration résiduelle à 25 °C après RTFOT	NF EN 1426	%	64,6	59,6	70,3	59	mini 50
Accroissement de bille-anneau ΔT_{BA} après RTFOT	NF EN 1427	°C	5,3	4	7	5	2 à 9
Pénétration résiduelle à 25 °C après RTFOT + PAV	NF EN 1426	%	40,0	37,1	43,8	non disponible	–
Accroissement de bille-anneau ΔT_{BA} après RTFOT + PAV	NF EN 1427	°C	11,6	11	12,5	non disponible	–
Teneur en asphaltènes AFNOR initiale	NFT 60-115	% masse	11,2	7,9	14,8	non disponible	–
Teneur en asphaltènes AFNOR après RTFOT + PAV	NFT 60-115	% masse	17,3	15,5	19,7	non disponible	–

TABLEAU VI (suite)

Tenue à la fissuration à froid

Caractéristiques mesurées	Méthodes	Unités	Moyenne	Mini	Maxi	« Bitume Avis Techniques » (août 1999)	Norme NF EN 12591
Indice de pénétrabilité LCPC	prNFT 66-064	–	- 1,2	- 1,7	- 0,7	- 1,2	–
Point de fragilité Fraass	NF EN 12593	°C	- 13,0	- 14,0	- 12,0	non disponible	max - 8
T °C pour un allongement à la rupture de 1 % (DTT SHRP)	M.O. LCPC	°C	- 14	- 15	- 12	non disponible	–
T °C pour un module à l'origine de 300 MPa (DTT SHRP)	M.O. LCPC	°C	- 11	- 13	- 9	non disponible	–
Allongement à la rupture (traction H2 : 5 °C/100 mm/min)	T 66-038	%	233	169	290	254	–
Contrainte à la rupture (traction H2 : 5 °C/100 mm/min)	T 66-038	MPa	0	0	0	0	–
Énergie conventionnelle à la rupture (traction H2 : 5 °C/100 mm/min)	T 66-039	J/cm ²	8,8	7,5	9,9	8,6	–
T °C pour G* = 133 Mpa @ 7,8 Hz	prNFT 66-065	°C	0	- 4	4	- 3	–
Angle de phase δ pour G* = 133 MPa @ 7,8 Hz	prNFT 66-065	deg	25	24	26	24	–
T °C pour angle de phase δ = 45 deg @ 7,8 Hz	prNFT 66-065	°C	14	12	16	15	–
G* pour angle de phase δ = 45 deg @ 7,8Hz	prNFT 66-065	MPa	24	22	26	non disponible	–
T °C pour angle de phase δ = 27 deg @ 7,8 Hz	prNFT 66-065	°C	2	- 2	5	non disponible	–
G* pour angle de phase δ = 27 deg @ 7,8Hz	prNFT 66-065	MPa	110	105	120	non disponible	–
T °C d'isomodule pour S = 300 MPa à 60 s de charge (BBR après RTFOT + PAV)	prXPT 66-062	°C	- 15,6	- 16,1	- 15,2	non disponible	–
Pente m à cette température d'isomodule (BBR après RTFOT + PAV)	prXPT 66-062	–	0,313	0,287	0,363	non disponible	–
T °C critique d'isopente pour m = 0,300 (BBR après RTFOT + PAV)	prXPT 66-062	°C	- 15,0	- 16,1	- 13,5	non disponible	–
Teneur en paraffines AFNOR	NF EN 12606-2	% masse	2,1	1,8	2,8	non disponible	4,5 % max
Teneur en paraffines DSC	prNFT 66-067	% masse	2,6	2,0	3,4	non disponible	–

TABLEAU VI (suite)

Tenue à la fatigue mécanique

Caractéristiques mesurées	Méthodes	Unités	Moyenne	Mini	Maxi	« Bitume Avis Techniques » (août 1999)	Norme NF EN 12591
Allongement à la rupture (traction H2 : 20 °C/500 mm/min)	T 66-038	%	754	720	800	523	–
Contrainte à la rupture (traction H2 : 20 °C/500 mm/min)	T 66-038	MPa	0	0	0	0	–
Énergie conventionnelle à la rupture (traction H2 : 20 °C/500 mm/min)	T 66-039	J/cm ²	1,9	1,6	2,1	1,2	–
Indice de pénétrabilité LCPC	prNFT 66-064	–	– 1,2	– 1,7	– 0,7	– 1,2	–

Tenue à l'orniérage

Caractéristiques mesurées	Méthodes	Unités	Moyenne	Mini	Maxi	« Bitume Avis Techniques » (août 1999)	Norme NF EN 12591
T °C pour $\ G^* \ = 10 \text{ kPa @ } 7,8 \text{ Hz}$ (module minimal)	prNFT 66-065	°C	65	62	67	65	–
Angle de phase δ pour $\ G^* \ = 10 \text{ kPa @ } 7,8 \text{ Hz}$	prNFT 66-065	deg	86	85	87	82	–
T °C pour $G^*/\sin \delta = 1 \text{ kPa @ } 1,6 \text{ Hz}$	AASHTO-TP5	°C	67	66	70	non disponible	–

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] SAUGER E., JAMOIS D., STAWIARSKI A., CORTÉ J.-F., Détermination de caractéristiques de référence des bitumes purs produits dans les raffineries françaises, *Proc. 2nd Eurasphalt and Eurobitume Congress*, Book I, **2000**, pp. 801-811.
- [2] SAUGER-VAUTHIER E., *Essais croisés français sur la traction SHRP : étude préliminaire et mise au point d'un mode opératoire commun*, Rapport de recherche LCPC, **1998**.
- [3] SAUGER-VAUTHIER E., *Essais croisés français sur la traction SHRP : étude finale*, Rapport de recherche LCPC, à paraître.
- [4] MOUILLET V., *Nouvelle détermination de la teneur en paraffines des bitumes français produits en 1999 et 2000 (convention LCPC/GPB)*, Rapport de recherche LRPC d'Aix-en-Provence, **janvier 2002**.