

Rhéologie des bitumes

Prédiction des résultats des tests de fluage BBR à partir des résultats de module complexe

François OLARD

Société APPIA

Hervé DI BENEDETTO

École nationale des travaux publics de l'État

Bernard ECKMANN

Société EUROVIA

RÉSUMÉ

L'étude du comportement linéaire de dix bitumes (avant et après vieillissement au RTFOT + PAV), à partir des essais de module complexe et de fluage, est tout d'abord présentée. L'essai de module complexe a été réalisé en utilisant un appareil Métravib (solicitation en traction/compression ou en cisaillement annulaire). L'essai de fluage a été réalisé en utilisant le *Bending Beam Rheometer* (solicitation en flexion trois points).

Ces deux essais, réalisés dans le domaine des petites déformations, donnent tous deux accès aux fonctions visco-élastiques linéaires des bitumes. En particulier, à une température T donnée, la complaisance complexe $J^*(\omega)$ et la fonction de fluage $J(t)$ peuvent être obtenues respectivement à partir de l'essai de module complexe et de l'essai de fluage.

Il est notamment montré que les résultats obtenus à l'essai de fluage BBR sur liants peuvent être prédits à partir des résultats de module complexe, en utilisant les transformations développées pour un comportement de type visco-élastique linéaire isotrope. Ces deux essais, donnant accès au même type d'informations, peuvent être réalisés tous deux soit par souci de vérification, soit en complément l'un de l'autre.

DOMAINE : *Route.*

ABSTRACT

**BITUMEN RHEOLOGY
PREDICTION OF BBR CREEP TEST RESULTS
ON THE BASIS OF COMPLEX MODULUS RESULTS**

Studies carried out on the linear behavior of ten bitumen samples (before and after aging using RTFOT and Pressure Aging Vessel - PAV), based on both complex modulus and creep tests, are first presented. The complex modulus test was conducted by use of a Metravib device (tension/compression loading or annular shearing loading). The creep test was performed using the Bending Beam Rheometer (three-point bending loading).

Both these tests, which span the range of small deformations, yield access to the linear viscoelastic functions of bitumen. In particular, at a given temperature T , the complex compliance $J^(\omega)$ and the creep function $J(t)$ may be obtained from the complex modulus test and creep test, respectively.*

This work has also demonstrated that the results obtained from the BBR creep test on binders can be predicted from the complex modulus results, through use of the transformations developed for a behavior of the isotropic linear viscoelastic type. These two tests, which provide access to the same sort of information, may be conducted either to ensure the quality of verification or to complement one another.

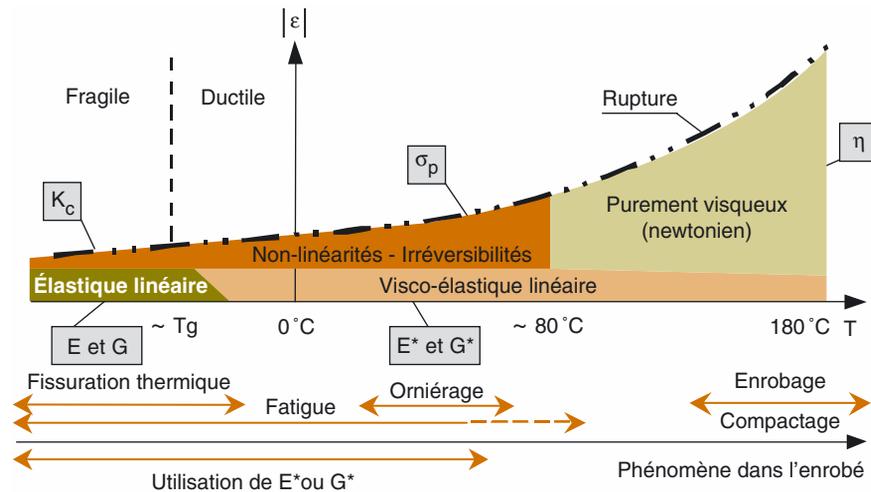
FIELD: *Roads*

3

INTRODUCTION

Contexte de l'étude

Le travail présenté ici est issu d'une thèse traitant du comportement thermo-mécanique des enrobés bitumineux à basses températures, qui visait en particulier à mettre en évidence les relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé, aussi bien dans le domaine des petites déformations que dans celui des grandes déformations [1]. Le présent article se limite à l'étude du comportement linéaire des bitumes. À partir de considérations sur la théorie de la visco-élasticité linéaire (VEL) et de l'utilisation de formules approchées permettant le passage du domaine fréquentiel au domaine temporel, les résultats d'une campagne d'essais de fluage sur différents types de liants sont prédits à partir de mesures de module complexe.



■ Fig. 1
Représentation schématique des différentes classes de comportement des bitumes en fonction de $|\varepsilon|$ et T , d'après Olard et al. [1-3].

Généralités sur le comportement des bitumes

La figure 1 permet d'identifier les principaux types de comportement des bitumes en fonction de l'amplitude de déformation $|\varepsilon|$ et de la température T , pour une vitesse de déformation fixée. On y distingue :

- les domaines fragile et ductile, où la résistance à la traction σ_p peut être mesurée ;
- la rupture fragile, qui peut être caractérisée par la ténacité K_c ou l'énergie de rupture G_c (mécanique linéaire de la rupture) ;
- le comportement élastique linéaire, caractérisé par les modules E et G (respectivement en traction-compression et en cisaillement) ;
- le domaine visco-élastique linéaire, caractérisé par les modules complexes E^* et G^* ;
- le comportement purement visqueux (newtonien), caractérisé par la viscosité η ;
- pour des déformations de l'ordre de quelques pour cent, le domaine où le comportement est fortement non linéaire. Des irréversibilités instantanées peuvent également apparaître et on parle alors de comportement plastique.

Il est nécessaire de prendre en compte ces différents domaines de comportement pour préciser le comportement rhéologique global du matériau. Comme indiqué précédemment, seul le comportement linéaire des bitumes est étudié ici. À noter que la limite de linéarité des bitumes est supérieure à 1 % quel que soit le couple fréquence-température considéré [4, 5].

Un état de l'art sur les propriétés visco-élastiques linéaires des mélanges bitumineux a été établi par Di Benedetto et al. [6].

CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Liants utilisés

Dix bitumes très différents ont été sélectionnés :

- cinq bitumes purs (de classe respective 0/10¹, 10/20¹, 20/30, 35/50 et 50/70). Par la suite, ces cinq bitumes sont respectivement dénommés bitume 0/10, bitume 10/20, etc. ;

1 - Ces deux bitumes, dénommés par simplicité 0/10 et 10/20, ne correspondent pas à une classe normalisée, mais à une fabrication spéciale. En effet, le bitume le plus dur figurant dans la norme NF EN 12591 est le 20/30.

➤ cinq bitumes-polymères : trois modifiés avec une faible teneur en élastomère, avec ou sans réticulation, et deux modifiés avec une forte teneur en élastomère ou en plastomère². Ces cinq bitumes modifiés sont appelés dans la suite PMB1, PMB2, PMB3, PMB4 et PMB5.

Le tableau I présente les caractéristiques conventionnelles (pénétrabilité à 25 °C, température bille et anneau et point de fragilité Fraass) des dix liants, vieilliss ou non au RTFOT + PAV.

Les liants PMB4 et PMB5 sont des liants modifiés avec une forte teneur en polymère, dans lesquels le polymère est la phase continue tandis que le bitume est la phase dispersée du mélange. Citons à titre d'exemple les travaux de Dony [7], Brûlé [8] ou Durand et al. [9] selon lesquels, au-delà d'une concentration critique en polymère (généralement entre 4 et 5 % selon le bitume de base utilisé), les particules d'asphaltènes précipitent pour former des agrégats dispersés au sein d'une phase de polymère gonflé par les huiles. Pour une teneur en polymère faible (cas des liants PMB1, PMB2 et PMB3), le polymère utilisé, gonflé par les huiles du bitume, est dispersé dans une matrice bitume enrichie en asphaltènes [6-8].

TABLEAU I
Résultats des essais conventionnels sur les liants étudiés,
avant et après vieillissement au RTFOT + PAV

Liant	0/10	10/20	20/30	35/50	50/70	PMB1	PMB2	PMB3	PMB4	PMB5
Teneur en polymère ²						Faible	Faible	Faible	Forte	Forte
Pénétrabilité 25 °C (mm/10) sur liant neuf	8	18	25	38	60	24	52	47	88	54
Pénétrabilité 25 °C (mm/10) sur liant après RTFOT + PAV	0	10	11	18	24	14	19	19	56	24
Température bille et anneau (°C) sur liant neuf	88	62	60	53,5	48,5	68	57,5	55,4	100	65,8
Température bille et anneau (°C) sur liant après RTFOT + PAV	95,3	76,1	72,8	65	59,5	82,2	69,1	75,6	79,6	76
Fraass (°C) sur liant neuf	7	-10	-11	-15	-18	-17	-16	-12	-20	-17
Fraass (°C) sur liant après RTFOT + PAV	12	1	-1	-3	-6	-10	-17	-5	-21	-10

2 - Les natures et teneurs exactes en polymères ne sont pas précisées par souci de confidentialité.

Essai de module complexe

Les essais de module complexe sur bitumes ont été réalisés par Total, Eurovia et Appia, avec un appareil Métravib dans un domaine de fréquence compris entre 6,3 et 250 Hz. De - 30 à + 30 °C, des essais de traction/compression ont été menés sur éprouvettes cylindriques (diamètre = 10 mm ; hauteur = 22 mm). De + 30 à + 60 °C, les tests réalisés ont consisté en un cisaillement annulaire sur éprouvettes en cylindre creux (diamètre intérieur = 8 mm ; diamètre extérieur = 10 mm ; hauteur = 20 mm). Le temps de stabilisation appliqué entre chaque palier de température est de 15 minutes.

Le prélèvement et la fabrication des éprouvettes sont effectués de la façon suivante :

➤ en traction/compression, les boîtes de conditionnement des bitumes (de 1 kg dans notre cas) sont chauffées à 180 °C maximum pendant 30 min. L'échantillon est alors moulé, puis laissé à température ambiante pendant environ 30 min. L'échantillon de bitume est ensuite stocké au

2 - Les natures et teneurs exactes en polymères ne sont pas précisées par souci de confidentialité.

réfrigérateur 10 min avant de l'introduire dans la machine pour réaliser l'essai (mesure du module complexe E^* en traction/compression) ;

➤ en cisaillement annulaire, on prélève à la température ambiante, au moyen d'une spatule, un échantillon de bitume qu'on installe directement dans l'anneau. Ensuite, on chauffe à 180 °C maximum pendant 10 min pour que l'éprouvette se mette en place et assurer le collage ainsi que l'homogénéité de l'échantillon. On se place alors à la température d'essai (mesure du module complexe G^* en cisaillement).

La relation $E^* = 3G^*$ (incompressibilité et isotropie) entre les modules complexes en traction/compression (E^*) et en cisaillement (G^*) est supposée valable. Cette relation permet de tracer l'ensemble des résultats en fonction de G^* uniquement.

Le test de module complexe a été réalisé à la fois sur les dix bitumes non vieillis et sur les dix bitumes après vieillissement au RTFOT + PAV.

Essai de fluage

Principe

Les essais de fluage sur bitumes ont été réalisés selon la norme américaine AASHTO TP1, à l'aide d'un rhéomètre à flexion de poutre Bending Beam Rheometer (BBR) à trois températures différentes, sur les dix bitumes avant et après vieillissement au RTFOT + PAV. Ces essais ont été réalisés par Total et Eurovia.

L'échantillon de bitume, de forme parallélépipédique (125 mm × 12,7 mm × 6,35 mm) est immergé dans un bain à température constante et maintenu à chaque température testée pendant 30 min. Une charge constante de 100 g est appliquée sur la partie supérieure de l'échantillon, posé sur deux rouleaux d'entraxe 100 mm. La déflexion au centre du barreau δ est mesurée de manière continue.

Deux paramètres sont calculés à six temps de charge différents compris entre 8 et 240 secondes :

- le module en flexion S ,
- la pente m , correspondant à la valeur absolue de la pente de la courbe $\log(S) = f(\log(t))$.

Ces deux paramètres sont pris comme indicateurs de la propension du bitume au fluage³ ou de la susceptibilité au temps de charge. Ils sont calculés à partir de la théorie des poutres, en assimilant le barreau de bitume à une poutre continue viscoélastique.

On note respectivement σ et ε la contrainte et la dilatation en flexion sur la fibre inférieure du barreau. Lors de cet essai de fluage, la contrainte en traction sur la fibre inférieure, au centre du barreau, est maintenue constante, c'est-à-dire $\sigma = \sigma_0 = \text{constante}$. Ainsi, comme l'indique l'équation 1, le module de rigidité $S(t)$ mesuré à chaque instant t n'est autre que l'inverse de la fonction de fluage $J(t)$.

$$S(t) = \frac{\sigma}{\varepsilon(t)} = \frac{\sigma_0}{\sigma_0 J(t)} = \frac{1}{J(t)} \quad (1)$$

Indicateurs retenus

Le comportement à basse température du bitume est caractérisé par les deux paramètres suivants :

- la température d'isomodule 300 MPa pour un temps de charge de 60 s, considérée comme une température critique vis-à-vis de la fissuration thermique du bitume. En pratique, trois températures suffisent pour encadrer et extrapoler la température recherchée (à laquelle $S(t = 60 \text{ s}) = 300 \text{ MPa}$). Cette température est notée $T_{s=300}$;
- la température d'isopente $m = 0,3$ pour un temps de charge de 60 s, également considérée comme une température critique vis-à-vis de la fissuration thermique du matériau considéré. Cette température est notée $T_{m=0,3}$.

King et al. [10], ou Lu et Isacson [11], soulignent que la température critique d'isomodule mesurée à l'appareil BBR est un bon indicateur des performances à froid des enrobés bitumineux.

3 - Signalons un abus de langage fréquent dans la profession. Certains auteurs affirment, à tort, que S ou m témoignent du pouvoir de **relaxation** des contraintes par le liant. Cette affirmation est maladroite puisqu'il s'agit d'un essai de **fluage** où, par définition, le tenseur des contraintes est constant tandis que le tenseur des déformations dépend du temps de charge.

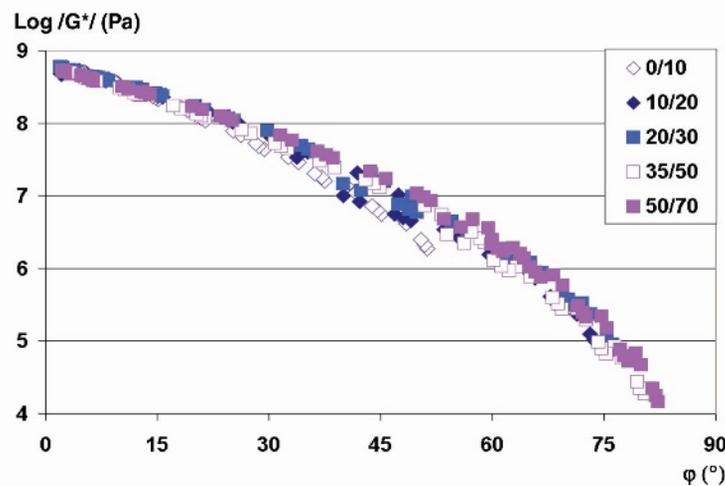
RÉSULTATS

Résultats de l'essai de module complexe

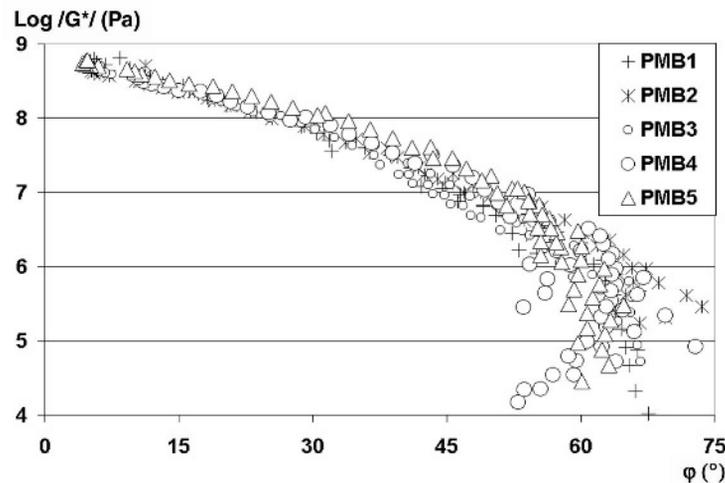
Les courbes de module complexe des bitumes purs et des bitumes modifiés (non vieillis) dans le diagramme de Black (angle de phase-norme du module complexe) sont représentées sur les figures 2 et 3.

Les courbes de Black des liants modifiés n'étant pas uniques et continues (cf. Fig. 3), le principe d'équivalence temps-température (PETT) ne s'applique pas à ces liants modifiés. Cependant, pour ces mêmes bitumes modifiés, des courbes maîtresses de la norme du module complexe de cisaillement ($|G^*|$) peuvent être tracées à une température de référence, notée par la suite T_s , en translatant les différentes isothermes selon l'axe des fréquences. On appelle cette propriété « principe d'équivalence partielle temps-température » (PEPTT) puisque la procédure de translation des isothermes donne une courbe maîtresse unique et continue uniquement pour la norme du module.

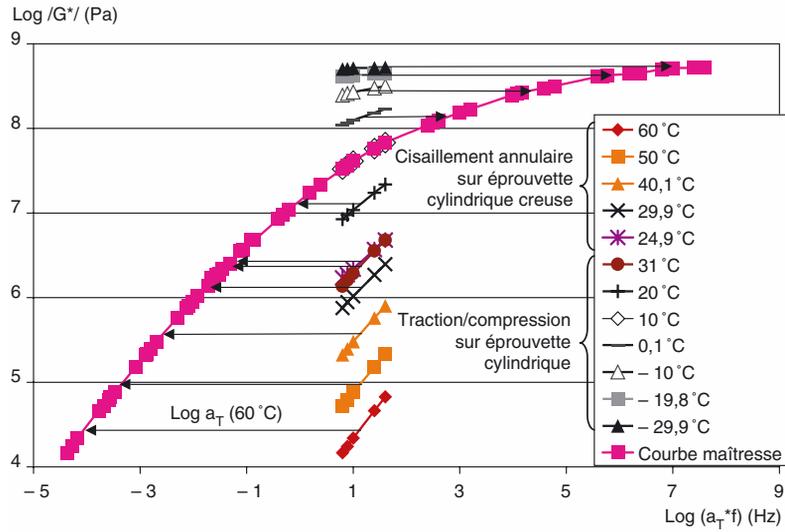
La figure 4 illustre la procédure de construction de la courbe maîtresse de la norme du module complexe de cisaillement ($|G^*|$) du bitume 50/70 non vieilli. Ainsi, la valeur de $|G^*|$ à toute température peut être obtenue, à condition que le facteur de translation a_T soit connu.



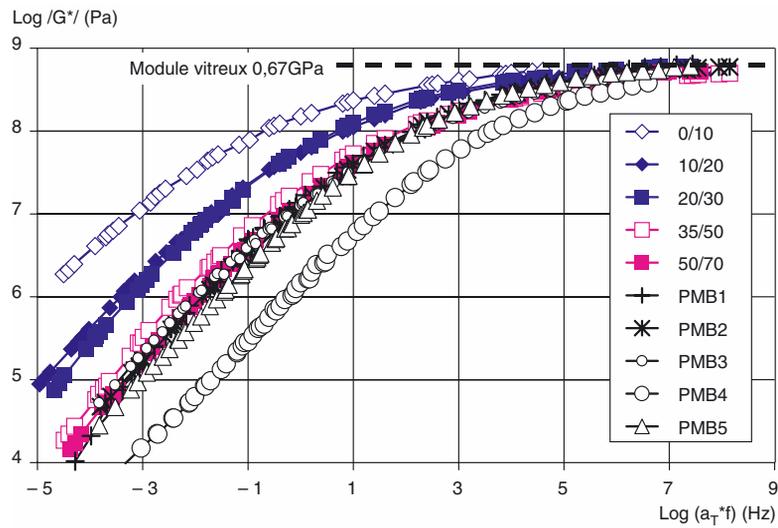
■ Fig. 2
Module complexe des bitumes purs (non vieillis) dans l'espace de Black.



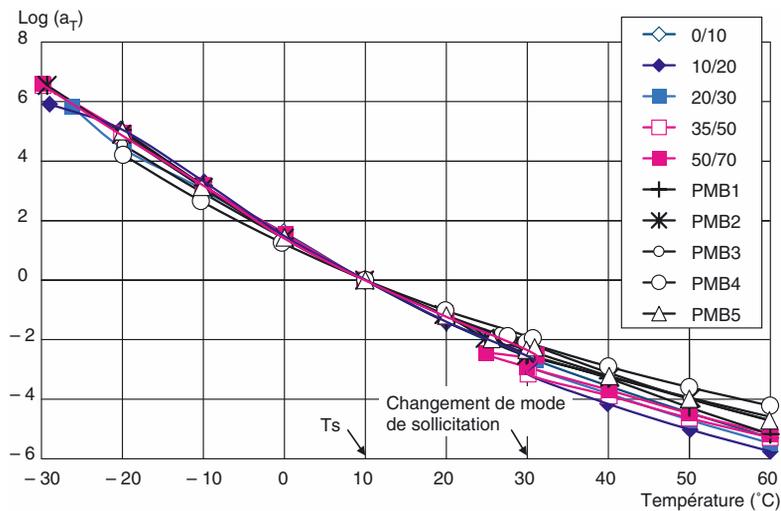
■ Fig. 3
Module complexe des bitumes modifiés (non vieillis) dans l'espace de Black.



■ Fig. 4
Construction de la courbe maîtresse du bitume 50/70 (non vieilli) à $T_s = 10\text{ °C}$.



■ Fig. 5
Courbes maîtresses de $|G^*|$ des bitumes non vieillis à $T_s = 10\text{ °C}$.



■ Fig. 6
Facteurs de translation a_T des bitumes non vieillis (température de référence : $T_s = 10\text{ °C}$).

En ce qui concerne les cinq bitumes purs étudiés, le PETT est valable puisque les courbes de Black obtenues sont en effet uniques et continues (cf. Fig. 2). De plus, les figures 2 et 5 mettent en évidence la transition entre un comportement purement visqueux (angle de phase presque égal à 90 °) et un plateau vitreux ($|G^*| \approx 0,67$ GPa) unique pour les dix bitumes étudiés. Ce plateau vitreux à 0,67 GPa est proche des valeurs de modules vitreux obtenues par Franken et al. [12] sur huit bitumes ($|G^*| \approx 0,719 \pm 0,066$ GPa).

La figure 6 montre les facteurs de translation a_T des dix bitumes testés sur l'intervalle de température considéré. Des coefficients a_T proches signifient que, lors du processus de construction des courbes maîtresses, les translations avec la température selon l'axe des fréquences sont quasi identiques pour les dix bitumes étudiés (en première approximation). Ce résultat ne peut pas, *a priori*, être généralisé à toutes les familles de bitumes.

Faute de place, les courbes obtenues pour les liants vieillis après RTFOT + PAV ne sont pas représentées (cf. [1]).

Résultats de l'essai de fluage BBR

Le tableau II regroupe les deux indicateurs retenus à l'essai BBR pour caractériser le comportement à basse température des dix bitumes testés, avant et après vieillissement au RTFOT + PAV.

TABLEAU II
Températures critiques BBR (t = 60 s) des dix bitumes testés, avant et après vieillissement au RTFOT + PAV

Liant neuf	0/10	10/20	20/30	35/50	50/70	PMB1	PMB2	PMB3	PMB4	PMB5
T(S(t = 60 s) = 300 MPa) (°C) liant neuf	-6,2	-12,2	-13,3	-17,4	-19,3	-15,8	-19,5	-19	-28,8	-19,3
T(S(t = 60 s) = 300 MPa) (°C) liant après RTFOT + PAV	-2,8	-9,7	-10,9	-15,1	-16,9	-14,8	-17,4	-16,4	-27,5	-17,7
T(m(t = 60 s) = 0,3) (°C) liant neuf	-0,6	-14	-14,5	-18,9	-20,9	-15,1	-20,9	-19	-29,1	-21,7
T(m(t = 60 s) = 0,3) (°C) liant après RTFOT + PAV	8,8	-8,5	-7,9	-13,3	-16,1	-10,3	-16	-11,6	-24,4	-18,2

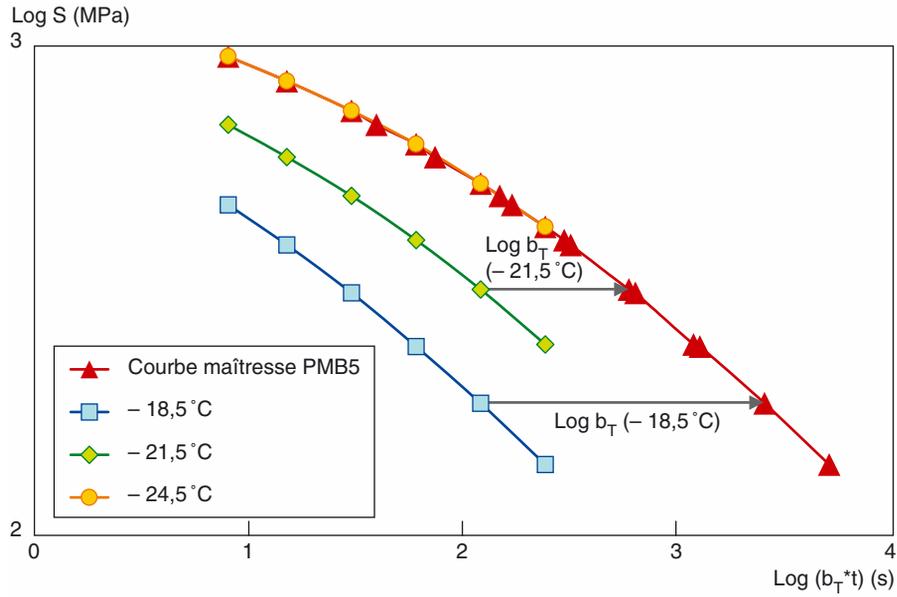
Des courbes maîtresses de S(t) ont été construites pour les liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5 (avant et après vieillissement au RTFOT + PAV), à partir des trois isothermes sur chaque liant, à la température de référence $T_s = -24,5$ °C choisie arbitrairement (Fig. 7 et 8). Faute de place, les courbes obtenues pour les liants vieillis après RTFOT + PAV ne sont pas représentées.

Il est alors possible d'obtenir des facteurs de translation b_T qui doivent être égaux (si l'hypothèse d'un comportement visco-élastique linéaire thermorhéologiquement simple peut être appliquée aux bitumes testés) à l'inverse des facteurs a_T , obtenus à partir des essais de module complexe. La figure 9 confirme que les coefficients a_T et $1/b_T$ des bitumes étudiés sont proches.

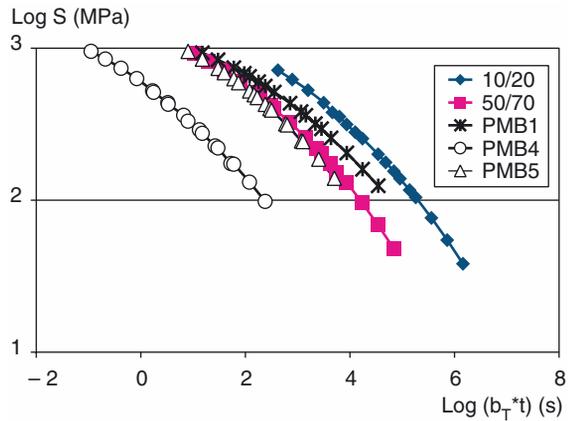
PRÉDICTION DES TESTS DE FLUAGE BBR À PARTIR DES RÉSULTATS DE MODULE COMPLEXE SUR LIANTS

Les essais de module complexe et de fluage, étant réalisés dans le domaine des petites déformations (cf. Fig. 1), donnent tous deux accès aux fonctions visco-élastiques linéaires.

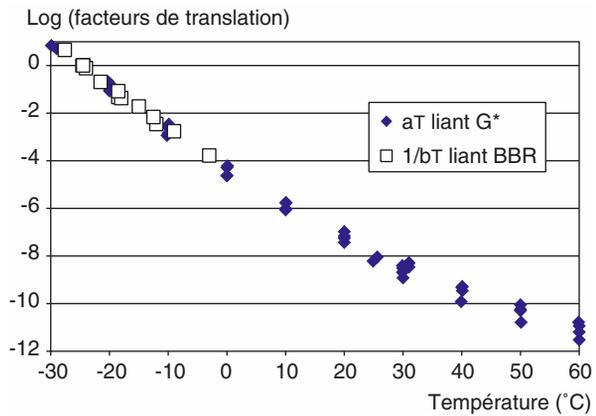
L'essai de module complexe donne en particulier accès à la complaisance complexe $J^*(\omega, T)$ qui dépend de la pulsation ω et de la température T. Pour l'essai BBR, le module de rigidité S(t), mesuré à chaque instant t et à une température T donnée, n'est autre que l'inverse de la fonction de fluage J(t) à la température T (cf. équation 1). Ainsi, à une température T donnée, la complaisance complexe



■ Fig. 7
Exemple de construction de la courbe maîtresse $S(t)$ à $T_s = -24,5$ °C (température de référence) dans le cas du liant PMB5 neuf.



■ Fig. 8
Courbes maîtresses S à $T_s = -24,5$ °C (température de référence) pour les liants neufs.



■ Fig. 9
Comparaison entre les facteurs de translation a_T (déduts de la figure 6) et $1/b_T$ pour les cinq bitumes neufs représentés sur la figure 8 ($T_s = -24,5$ °C).

$J^*(\omega)$ et la fonction de fluage $J(t)$ peuvent être obtenues respectivement à partir de l'essai de module complexe et de l'essai de fluage au BBR.

$$J^*(\omega, T) = i\omega \int_0^{\infty} e^{-i\omega t} J(t, T) dt \quad (2)$$

Les relations intégrales entre $J^*(\omega)$ et $J(t)$, issues de la théorie viscoélastique linéaire (e.g. [13] [14]), sont difficiles à mettre en œuvre (cf. équation 2). Elles ont été approchées par des relations simples. Afin de convertir la complaisance complexe $J^*(\omega)$ en fonction de fluage $J(t)$ (passage du domaine fréquentiel au domaine temporel), les quatre équations approchées suivantes – tirées d'une étude bibliographique de Marasteanu [15] – ont été utilisées :

$$J(t) \approx |J^*(\omega)|_{\omega = 1/t} \quad \text{Kopelman (1958)} \quad (3)$$

$$J(t) \approx J'(\omega)_{\omega = 2/\pi t} \quad \text{Christensen (1982)} \quad (4)$$

$$J(t) \approx J'(\omega) - 0,4J''(0,4\omega) + 0,014J''(10\omega)_{\omega = 1/t} \quad \text{Ninomiya et Ferry (1959)} \quad (5)$$

$$J(1,25t) \approx J'(\omega) + 0,5303J''(0,5282\omega) + 0,021J''(0,0849\omega) - 0,0418J''(6,37\omega)_{\omega = 1/t} \\ \text{Schwarzl et Struik (1968)} \quad (6)$$

Les formules de Ninomiya et Ferry et de Schwarzl et Struik (équations 5 et 6) nécessitent que les fonctions $J'(\omega)$ et $J''(\omega)$ (parties réelle et imaginaire de la complaisance complexe) soient connues, alors que la formule de Kopelman (équation 3) et celle de Christensen (équation 4) utilisent respectivement la norme de la complaisance complexe et la partie réelle $J'(\omega)$ uniquement. Par conséquent, les équations de Kopelman et de Christensen sont faciles d'emploi, mais sans doute moins pertinentes à haute température que les formules de Ninomiya et Ferry et de Schwarzl et Struik. Ces développements nécessitent la validité du Principe d'Equivalence Temps-Température, qui est vérifié à basse température ($< 10^\circ\text{C}$ d'après nos résultats) pour les dix liants testés.

La formule approchée de Schwarzl et Struik présente l'intérêt supplémentaire d'être associée à un calcul théorique de l'erreur relative sur J ($\delta J/J$). L'erreur relative est systématiquement inférieure à 10 %. Mieux encore, pour un angle de déphasage inférieur à 45° , l'erreur relative reste inférieure à 1,6 %. Or, $S(t)$ n'est autre que l'inverse de $J(t)$. L'erreur relative sur S ($\delta S/S$) est donc égale, en valeur absolue, à l'erreur relative sur J ($\delta J/J$). Si le même type de calcul d'incertitude pouvait être fait pour les autres formules, on n'en trouve cependant pas trace dans la littérature.

Afin d'appliquer les équations 3 à 6, les modules complexes G' et G'' sont tout d'abord calculés en utilisant le PETT (pour les liants modifiés, le PETT n'est valable que dans le domaine des basses températures (cf. Fig. 3)) pour obtenir les courbes maîtresses à la température de l'essai BBR. Ensuite, les modules complexes G' et G'' sont convertis en complaisances J' et J'' à l'aide des équations 7 et 8.

Si $J^*(i\omega) = J'(\omega) - iJ''(\omega)$, on obtient en écriture complexe les relations suivantes :

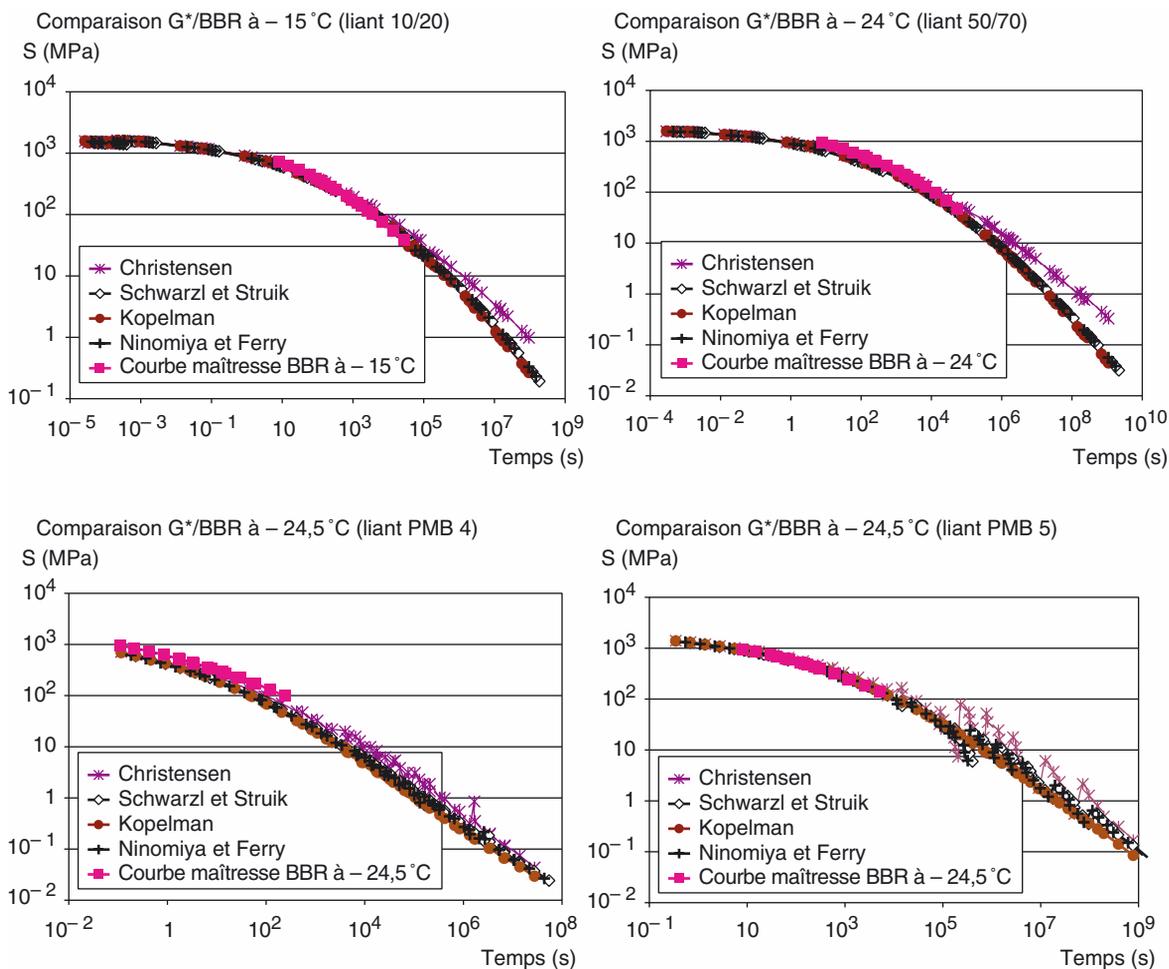
$$J'(\omega) = \frac{3G'(\omega)}{[3G'(\omega)]^2 + [3G''(\omega)]^2} \quad (7)$$

$$J''(\omega) = \frac{3G''(\omega)}{[3G'(\omega)]^2 + [3G''(\omega)]^2} \quad (8)$$

Pour appliquer les formules de Ninomiya et Ferry d'une part, et de Schwarzl et Struik d'autre part, le logarithme de J'' est alors approché par un polynôme du 4^{ème} degré. Cela permet de calculer les termes $J''(0,4\omega)$ et $J''(10\omega)$ de l'équation 5 et $J''(0,5282\omega)$, $J''(0,0849\omega)$ et $J''(6,37\omega)$ de l'équation 6.

La figure 10 (resp. Fig. 11) présente la comparaison entre les données de module complexe converties et les données expérimentales obtenues à l'essai de fluage BBR, pour les quatre liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5 avant (resp. après) vieillissement au RTFOT + PAV. Cette figure met en évidence la bonne précision des quatre équations approchées utilisées.

Les figures 10 et 11 montrent que la formule approchée de Christensen (équation 4) donne des valeurs de la fonction de fluage $J(t)$ plus faibles, et donc des valeurs plus fortes de la rigidité $S(t)$ (équation 1), en comparaison des équations approchées de Ninomiya et Ferry et de Schwarzl et Struik, plus précises. Ces différences augmentent avec le temps t et, par conséquent, avec l'angle de phase. La figure 11, ainsi que les résultats de Marasteanu [15], montrent que la formule de Kopelman



■ Fig. 10

Comparaison entre les données converties de module complexe et les données expérimentales de l'essai de fluage pour les liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5 avant RTFOT + PAV.

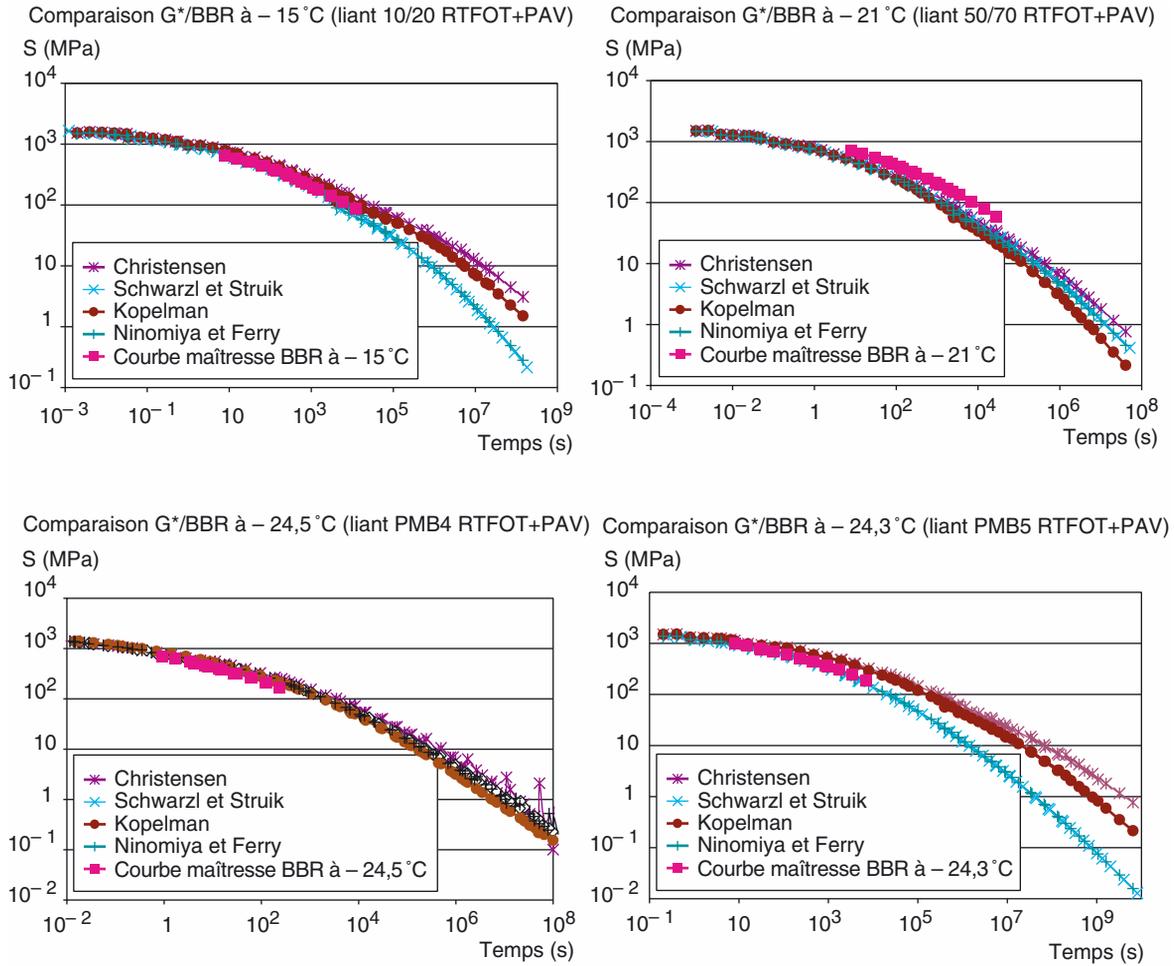
donne des valeurs de $J(t)$ plus faibles, en comparaison des équations de Ninomiya et Ferry et de Schwarzl et Struik.

Comme le montrent les figures 10 et 11, les données de module complexe converties couvrent un intervalle de temps important tandis que les données expérimentales obtenues à l'essai de fluage au BBR sont confinées sur un intervalle de temps réduit. En effet, le module en flexion (S) a été déterminé à six temps de chargement différents entre 8 s et 240 s, à trois températures. Ainsi, les courbes maîtresses BBR, construites à partir de trois isothermes, sont constituées de dix-huit points expérimentaux seulement sur un intervalle de temps réduit (cf. Fig. 10 et 11).

Les équations 3 à 6 ont permis de prédire le module de rigidité $S(t)$ mais pas la pente « m ». Celle-ci ne peut qu'être approchée à partir des valeurs $S(t)$ prédites.

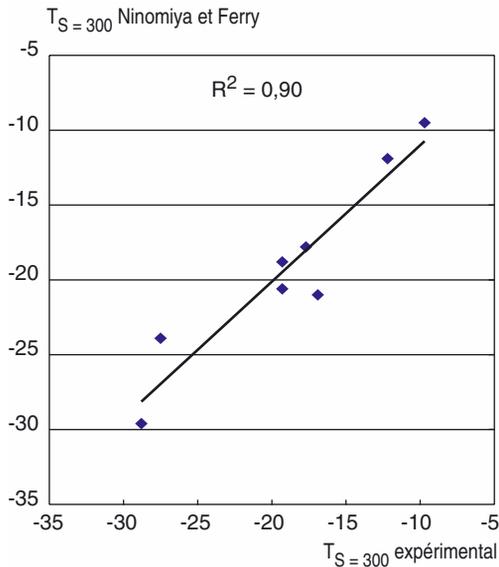
Les équations 3 à 6 pourraient permettre de prédire les résultats de module à partir des résultats expérimentaux de fluage. En revanche, ces quatre équations ne permettent pas de prédire l'angle de phase, tel que mesuré lors de l'essai de module complexe.

Enfin, le tableau III et la figure 12 présentent un exemple de comparaison entre la détermination expérimentale et la prédiction approchée via la formule de Ninomiya et Ferry du paramètre $T_{s=300}$. Le coefficient de corrélation obtenu ($r^2 = 0,90$) confirme qu'il est possible de prédire correctement le paramètre $T_{s=300}$ à partir des résultats de module complexe sur liants. Cette affirmation nécessite néanmoins d'être vérifiée à l'avenir avec d'autres bitumes, en réalisant à nouveau ce travail de comparaison et de recouplement des résultats.



■ Fig. 11

Comparaison entre les données converties de module complexe et les données expérimentales de l'essai de fluage pour les liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5 après RTFOT + PAV.



■ Fig. 12

Relation entre $T_{s=300}$ déterminé expérimentalement au BBR et $T_{s=300}$ approché via la formule de Ninomiya et Ferry, pour les liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5 avant et après RTFOT + PAV.

TABLEAU III

$T_{S=300}$ déterminé expérimentalement au BBR Vs $T_{S=300}$ approché via la formule de Ninomiya et Ferry, pour les liants 10/20, 50/70, PMB4 et PMB5 avant et après RTFOT + PAV

	10/20 neuf	10/20 RTFOT + PAV	50/70 neuf	50/70 RTFOT + PAV	PMB4 neuf	PMB4 RT + PAV	PMB5 neuf	PMB5 RTFOT + PAV
$T_{S=300}$ expérimental	- 12,2	- 9,7	- 19,3	- 16,9	- 28,8	- 27,5	- 19,3	- 17,7
$T_{S=300}$ Ninomiya et Ferry	- 11,9	- 9,5	- 20,6	- 21	- 29,6	- 23,9	- 18,8	- 17,8

CONCLUSIONS

Une campagne expérimentale d'essais de module complexe et de fluage sur dix liants bitumineux différents a été réalisée. Des résultats obtenus, il est possible d'en tirer les principales conclusions.

Dans le domaine linéaire des petites déformations, le principe d'équivalence temps-température (PETT) est vérifié à basse température (< 10 °C d'après nos résultats) pour les dix bitumes purs et modifiés testés.

Les facteurs de translation obtenus lors des essais de fluage, notés $b_T(S)$, sont égaux à l'inverse des facteurs $a_T(E^*)$ obtenus à partir des essais de module complexe car les bitumes testés ont un comportement visco-élastique linéaire thermorhéologiquement simple à basse température (< 10 °C d'après nos résultats).

Des outils de prédiction du comportement du liant lors de l'essai de fluage à partir de l'essai de module complexe sont proposés. En particulier, la formule approchée de Ninomiya et Ferry semble la plus précise pour reconstituer la courbe $S(t)$ à partir des données expérimentales de module complexe.

La formule approchée de Ninomiya et Ferry permet d'obtenir le paramètre $T_{S=300}$ à partir des données expérimentales de module complexe.

Plus généralement, la donnée de l'essai de module complexe permet de prévoir le comportement d'un matériau lors d'une sollicitation quelconque pourvu que celui-ci reste dans son domaine linéaire des petites déformations. Retenons que tous les calculs proposés ne restent valables que si le comportement du liant est viscoélastique linéaire ou « proche » de ce comportement.

Certains laboratoires ne disposent pas de l'appareil Métravib (qui permet notamment de faire des investigations jusqu'à $- 30$ °C), mais uniquement du DSR (Dynamic Shear Rheometer) qui ne permet pas des investigations à très basses températures (< 0 °C). Ces laboratoires peuvent réaliser l'essai de fluage BBR à basse température en complément de l'essai DSR réalisé à températures élevées.

Remerciements. Le travail présenté ici constitue une partie des travaux de recherche réalisés entre 2000 et 2003 dans le cadre d'une thèse en convention « CIFRE » (conventions industrielles de formation par la recherche, sous l'égide du ministère de la Recherche) regroupant le Département génie civil et bâtiment de l'École nationale des travaux publics de l'État et les entreprises routières APPIA et EUROVIA. La société Total a également été associée à l'étude.

Les auteurs tiennent à remercier leurs collègues d'APPIA (Jean-Pierre Antoine, Bernard Héritier, Jean-Pierre Triquignaux, Jean-Claude Vaniscote) et d'EUROVIA (Michèle Cyna, Anne Dony, Michel Mazé). Un grand merci également à Pierre Chaverot, Gilles Gauthier, Laurence Lapalu, Michel Malot et Jean-Pascal Planche, de la société Total, pour les discussions fructueuses que nous avons eues au cours de ce travail.

D'autres articles issus de cette collaboration entre l'École nationale des travaux publics de l'État et les deux entreprises routières APPIA et EUROVIA, traitant des propriétés de rupture à froid des liants et des enrobés bitumineux, sont donnés en référence [16-19].

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] OLARD F., *Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux à basses températures. Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé*, Thèse de doctorat, ENTPE-INSA, **2003**.
- [2] OLARD F., DI BENEDETTO H., DONY A., VANISCOTE J.-C., Properties of bituminous mixtures at low temperatures and relations with binder characteristics, *6th International RILEM Symposium on Performance Testing and Evaluation of Bituminous Materials*, Zurich, **2003**.
- [3] OLARD F., DI BENEDETTO H., ECKMANN B., TRIQUIGNEAUX J.-P., Linear viscoelastic properties of bituminous binders and mixtures at low and intermediate temperatures, *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, Vol. 4, Issue 1, **2003**.
- [4] AIREY G.D., RAHIMZADEH B., COLLOP A.C., Linear Viscoelastic Limits of Bituminous Binders, *Annual Meeting of the Association of Asphalt Paving Technologists*, Colorado Springs, **2002**.
- [5] AIREY G.D., RAHIMZADEH B., COLLOP A.C., Viscoelastic linearity limits for bituminous materials, *6th international RILEM Symposium on Performance Testing and Evaluation of Bituminous Materials*, Zurich, **2003**.
- [6] DI BENEDETTO H., PARTL M.N., FRANCKEN L., DE LA ROCHE SAINT ANDRE C., Stiffness testing for bituminous Mixtures, *Journal of Materials and Structures*, Vol. 34, pp. 66-70, **2001**.
- [7] DONY A., *Liants bitumes-polymères. De la fabrication à la mise en œuvre des enrobés : influence de la nature du bitume sur les propriétés mécaniques, leur micromorphologie et leur stabilité thermique*, ERLPC, **CR 15, 1991**.
- [8] BRÛLÉ B., Les bitumes-polymères. Notions de base, *Revue générale des routes et aérodromes*, **711, 1993**.
- [9] DURAND A., SUTTON O., MOREL J., MULLER G., Investigations on bitumen/polymer/filler interactions and rheological properties of mastics, *RILEM Symposium*, MTBM, Lyon, **1997**.
- [10] KING G.N., KING H.W., HARDERS O., ARAND W., CHAVEROT P., PLANCHE J.-P., Influence of asphalt grade and polymer concentration on the low temperature performance of polymer modified asphalt, *Journal of AAPT*, Vol. 62, **1993**.
- [11] LU X., ISACSSON U., Effect of binder rheology on the low-temperature cracking of asphalt mixtures, *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, Vol. 2, Issue 1, **2001**.
- [12] FRANKEN L., VANELSTRAETE A., Complex moduli of bituminous materials : A rational method for the interpretation of test results, *RILEM Symposium*, MTBM, Lyon, **1997**.
- [13] FERRY J.D., *Viscoelastic properties of polymers*, 3rd Edn, John Wiley & Sons, **1980**.
- [14] AKLONIS J.J., MACKNIGHT W.J., *Introduction to Polymer Viscoelasticity*, 2nd Edn, John Wiley & Sons, **1983**.
- [15] MARASTEANU M.O., *Inter-conversions of the linear viscoelastic functions used for the rheological characterization of asphalt binders*, PhD Thesis, Pennsylvania State University, **1999**.
- [16] OLARD F., DI BENEDETTO H., ECKMANN B., VANISCOTE J.-C., Low-temperature failure behavior of bituminous binders and mixes, *Transportation Research Board annual meeting*, Washington D.C., **2004**.
- [17] OLARD F., DI BENEDETTO H., *Fracture toughness and fracture energy of bituminous binders at low temperatures*, 5th RILEM International Conference "Cracking in Pavements", Limoges, **2004**.
- [18] OLARD F., DI BENEDETTO H., TRIQUIGNEAUX J.-P., MAZE M., Thermal cracking of bituminous mixtures : Experimentation and modeling, *3rd Eurobitume and Eurasphalt Congress*, Vienne, **2004**.
- [19] OLARD F., DI BENEDETTO H., VANISCOTE J.-C., ECKMANN B., Failure behavior of bituminous binders and mixes at low temperatures, *3rd Eurobitume and Eurasphalt Congress*, Vienne, **2004**.

