

Étude du comportement à basse température des bitumes routiers

Application du Bending Beam Rheometer

RÉSUMÉ

L'étude du comportement à basse température des bitumes routiers par l'essai BBR (Bending Beam Rheometer) permet de déterminer la température d'isomodule 300 MPa (Low Temperature Cracking) et la valeur de « m » (susceptibilité au temps de charge) correspondante. L'interprétation des courbes de variation des modules en fonction de la température d'essai montre des susceptibilités thermiques différentes. Les courbes reliant le logarithme du module et le logarithme du temps de charge à une température fixée, donnent pour des bitumes de grade identique des écarts importants en module à 60 secondes.

Les différences de température d'isomodule 300 MPa entre les bitumes avant et après RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) sont de l'ordre du degré, ce qui confirme les observations faites avec l'essai Fraass et tend à démontrer que l'effet du RTFOT est faible sur les indicateurs mesurés à basse température.

Les résultats de l'ensemble des bitumes tous grades et traitements confondus montrent qu'il existe une corrélation entre le point de Fraass et la température d'isomodule 300 MPa.

L'essai BBR a été réalisé sur les bitumes avant et après RTFOT et n'a donc pas intégré le vieillissement PAV (Pressure Aging Vessel), les conclusions seront à réexaminer après cet essai, notamment au niveau de la valeur de « m », qui pourrait s'avérer discriminante sur des liants vieillis artificiellement ou naturellement sur chaussées.

MOTS CLÉS : 31 - Bitume - Essai - Fluage - Flexion - Rhéologie - Barre - Température - Module - Rigidité - Vieillissement - Sensibilité - Temps (durée) - Charge / Basse température.

Francis MIGLIORI
Docteur de spécialité, Chef du service de Chimie

Anne DALIGAULT*
ITPE, service de Chimie

Jean-Christophe MOLINENGO
Technicien supérieur, service de Chimie

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées d'Aix-en-Provence

Introduction

L'approche du comportement à basse température des liants bitumineux reste un sujet de préoccupation. La fissuration thermique de surface des couches de roulement qui entraîne des dégradations de chaussées peut avoir deux origines :

- la fatigue thermique due aux cycles de température subis par l'enrobé,
- les très basses températures.

En France, il semble que les cas de fissuration thermique des bétons bitumineux rencontrés proviennent essentiellement des cycles de température.

Les fissures apparaissent à la surface de l'enrobé et se propagent sous l'effet des cycles thermiques et du trafic routier, la fissuration se produisant quand la contrainte thermique devient supérieure à la contrainte de rupture en traction [1].

Les facteurs importants engendrant ce phénomène de fissuration sont étroitement liés à la susceptibilité thermique et à la viscosité du liant bitumineux. L'expérience a montré, à partir des résultats trouvés sur des liants extraits de zones fissurées [2], que l'on observait cette fissuration lorsque les bitumes ont :

- une température de ramollissement bille et anneau égale ou supérieure à 70 °C,
- une teneur en asphaltènes supérieure à 20 %,
- une pénétration à 25 °C inférieure à 20 1/10 de millimètres,
- une température de Fraass égale ou supérieure à 0 °C.

* Actuellement au LROP, a participé au début de l'étude.

Si dans le domaine des températures élevées on sait corrélérer certaines caractéristiques des liants avec le comportement des bétons bitumineux, aux basses températures, par contre, l'essai de fragilité Fraass est un indicateur parfois contesté qui n'a pas pu être corrélé correctement avec le comportement des enrobés.

Dans le cadre du SHRP (Strategic Highway Research Program), les chercheurs américains de l'Institut des transports et de l'université de Pennsylvanie [3] ont introduit un essai de fluage par flexion sur barreau, BBR (Bending Beam Rheometer), pour caractériser le comportement rhéologique du bitume à basse température.

Le BBR permet de réaliser un essai de fluage sur barreau de bitume à des températures négatives : il sert à déterminer entre autres la température pour laquelle le module atteint 300 MPa. Le comportement à basse température est caractérisé de plus par un essai de traction directe permettant de déterminer la température pour laquelle l'allongement relatif à la rupture est de 1 %.

Nous avons choisi d'étudier la caractérisation rhéologique du bitume à basse température par l'essai BBR. Dans cette étude, nous présentons les résultats de la caractérisation de bitumes routiers 35/50, 50/70, 10/20 et 20/30 à partir des essais traditionnellement utilisés pour la connaissance des liants hydrocarbonés et par les essais de fluage sur barreau.

Pour l'ensemble des bitumes étudiés, une analyse de corrélation est présentée entre les valeurs trouvées avec les essais conventionnels et les températures d'isomodule 300 MPa mesurées au BBR pour un temps de charge de 60 secondes.

Essais de caractérisation des bitumes à basse température

Un certain nombre d'essais tentent d'appréhender le comportement à basse température. En fait les résultats ne sont le plus souvent que des indicateurs. Nous rappellerons brièvement les plus utilisés actuellement, sans oublier l'approche de la fissuration thermique des bétons bitumineux par l'analyse de résultats de TBA et de module complexe. Ensuite nous présentons les essais proposés par le SHRP.

Pénétration

La mesure de la pénétrabilité à 4 °C (200 g, 60 s) peut être un critère permettant d'estimer les performances du bitume à basse température [4].

Nous avons mis en évidence [5] une corrélation entre la pénétration à 4 °C ($P_{(4\text{ }^{\circ}\text{C})}$) et le point de fragilité Fraass (T_{Fraass}) sur une étude de 20 bi-

tumes différents avec un coefficient de corrélation $r = 0,853$ et une relation :

$$P_{(4\text{ }^{\circ}\text{C})} = -1,135 T_{\text{Fraass}} + 2,504$$

La pénétration peut aussi être utilisée pour extraire la température de transition vitreuse [6] en étudiant le changement de pente de la courbe de pénétration en fonction de la température.

Ductilité

La mesure de ductilité est parfois suggérée comme une méthode de prévision de la tenue à basse température. Cependant, il semble qu'aucune corrélation ne soit établie [7].

Fraass

La mesure du point Fraass est l'essai le plus répandu dans de nombreux pays pour caractériser, dans des conditions particulières, le comportement du bitume à basse température. En France, cette détermination est réalisée selon la norme NF T 66-026. La température Fraass n'est pas une spécification pour les bitumes mais une valeur indicative.

Cet essai courant n'est malheureusement pas totalement satisfaisant en raison de sa mauvaise reproductibilité du fait de la difficulté de préparation des échantillons. Le point de Fraass est, par ailleurs, difficile à rapporter aux propriétés fondamentales du bitume et à corrélérer avec le comportement des bétons bitumineux. En effet, il a été démontré [8] que la fissuration thermique, fissuration « par le haut », des enrobés est indépendante de la température de fragilité Fraass.

La température Fraass représente dans les conditions de l'essai le début du domaine fragile (transition comportement visqueux/fragile).

Mesure de la température de transition vitreuse

La température de transition vitreuse (T_g) est un paramètre important de caractérisation des bitumes car elle est en relation avec les propriétés mécaniques à basse température. Bien que le point de Fraass soit souvent controversé, il a été démontré [9] qu'une corrélation existe ($r = 0,85$) entre cette caractéristique traditionnelle et la température de transition vitreuse mesurée par l'analyse calorimétrique différentielle :

$$T_{\text{Fraass}} = 0,717 T_g + 4,3$$

Module complexe - Température de bille et anneau

Une étude expérimentale sur la fissuration thermique [8] réalisée à partir des bitumes extraits de 15 carottes d'enrobés fortement, faiblement et non fissurés, a conduit aux conclusions suivantes.

- La fissuration par le haut des enrobés est reliée à :
- une température de ramollissement élevée ($> 68^{\circ}\text{C}$),
 - une température mesurée par l'essai de module complexe, pour un angle de phase de 45° à 7,8 Hz, supérieure à 40°C .

La fissuration thermique diurne proviendrait, non pas de la fragilité du bitume telle que l'on peut la mesurer par des essais de rupture à basse température, mais de cycles thermiques de grande amplitude.

Essais SHRP

Dans son programme de recherche, le SHRP [10] a développé deux essais pour caractériser le comportement des liants à basse température :

- un essai de fluage par flexion sur barreau de bitume pour déterminer à un temps de charge donné :
 - . une température pour laquelle le module de rigidité en flexion est de 300 MPa,
 - . un paramètre décrivant la susceptibilité au temps de charge « m » ;
- un essai de traction directe à la vitesse de 1 mm/min permettant d'obtenir :
 - . la température pour laquelle l'allongement relatif à la rupture est de 1 %,
 - . la température pour laquelle le module de rigidité en traction est de 300 MPa.

Ces essais sont réalisés après les essais de simulation d'enrobage et d'évolution sur site : durcissement d'un film mince de liant bitumineux sous l'effet de la chaleur et de l'air RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) et vieillissement sous pression d'air PAV (Pressure Aging Vessel).

Les nouvelles spécifications pour les liants bitumineux [11] établies par le SHRP dans le domaine du comportement à basse température proposent que :

- à une température supérieure de 10°C à la température minimale susceptible d'être atteinte par la chaussée, le module de rigidité du liant caractérisé par le « Bending Beam Rheometer » soit inférieur à 300 MPa et « m » soit supérieur à 0,30 (cet écart de 10°C permet de relier le comportement sur le site et l'essai de laboratoire et de compenser les différences de vitesse de chargement),
- si le module est supérieur à 300 MPa mais inférieur à 600 MPa, il faut que l'allongement à la rupture mesuré par l'essai de traction soit supérieur à 1 %.

Cette nouvelle approche du comportement à basse température des liants bitumineux paraît séduisante et il nous a semblé intéressant d'examiner les conditions et les difficultés de réalisation de l'essai BBR et d'en préciser les conditions opératoires.

Essai de fluage par flexion de barreau - BBR

Nous avons conduit l'étude à partir de la procédure d'essai proposée par l'AASHTO TP 1 [12].

Principe et matériel

Principe

L'essai « BBR » permet d'étudier la déformation d'un barreau de bitume sous l'action d'une force constante appliquée pendant 240 secondes en son milieu.

Le barreau de bitume a pour dimensions :
largeur (b) = $12,7 \pm 0,05$ mm ;
longueur (l) = $127 \pm 0,5$ mm ;
épaisseur (h) = $6,35 \pm 0,05$ mm.

Le comportement en fluage est caractérisé par deux paramètres :

- le module en flexion S ;
- la pente « m » de la relation $\log(S) = f(\log \text{temps de charge})$.

Description du matériel

Le BBR comprend :

- un dispositif d'application de la pression dont la partie haute regroupe le piston et sa plate-forme de charge ; la partie basse contient les supports pour les barreaux de bitume. Cette partie basse est plongée dans une cuve contenant un fluide de réfrigération,
- un système de réfrigération par circulation de fluide, externe au BBR permettant de travailler dans une plage de température allant de -40°C jusqu'à 25°C .

Cet ensemble est raccordé à un micro-ordinateur qui, par l'intermédiaire d'un système d'acquisition et de traitement de données, permet l'exploitation des résultats de l'essai.

Paramètres étudiés

La contrainte maximum en flexion du barreau en son milieu (σ) est calculée en fonction des dimensions du barreau, et de la force appliquée pour des temps de chargement de 8, 15, 30, 60, 120 et 240 secondes par la relation :

$$\sigma = 3PL/2bh^2 \text{ (exprimée en MPa),}$$

avec :

P, charge = 0,98 N.

L, longueur du barreau entre les supports = 102 mm.

b, largeur du barreau = 12,70 mm.

h, épaisseur du barreau = 6,35 mm.

La déformation maximale du barreau est calculée par la relation :

$$\epsilon = 6\delta h/L^2$$

avec δ , flèche du barreau en millimètres.

Le module en flexion $S(t)$ a pour expression :

$$S(t) = \sigma/\epsilon, \text{ soit } S(t) = PL^3/4bh^3\delta(t) \text{ (exprimé en MPa).}$$

Ces déterminations permettent de déduire les paramètres recherchés, à savoir :

- la température d'isomodule 300 MPa pour un temps de charge de 60 secondes qui est considérée comme la température de « fissuration » du bitume (low temperature cracking) ;
- la valeur « m » qui est la valeur absolue de la pente de la tangente à la courbe $\log(S) = f(\log \text{ temps de chargement})$ pour $t = 60$ secondes. Ce paramètre peut être considéré comme une susceptibilité au temps de charge.

Conditions expérimentales

Les conclusions de l'étude expérimentale effectuée par les auteurs pour la mise au point de l'essai BBR sont les suivantes.

Conditions de conservation

Les conditions opératoires pour la préparation et le démouillage des échantillons, ont été déterminées en partant du principe qu'il est impératif de s'affranchir du durcissement physique dû à « l'histoire thermique » de l'échantillon. Nous avons choisi une température de conditionnement avant le démouillage proche de la température la plus élevée de l'essai, mais permettant un démouillage sans déformation de l'éprouvette.

Après préparation des barreaux de bitume 35/50, par exemple, les éprouvettes sont conservées la nuit dans les moules à la température ambiante du laboratoire ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$), et testées le lendemain après un temps de 20 minutes pour le démouillage à -10°C et 60 minutes pour mise à la température de l'essai.

Ce mode opératoire s'écarte de la proposition de la méthode « AASHTO Provisional Standard » [12], qui précise que l'essai doit être réalisé dans un temps de quatre heures après préparation des éprouvettes.

Fixer un temps limite de réalisation d'essai de quatre heures après la préparation des barreaux de bitume pose un certain nombre de problèmes. En effet, ceci impose de préparer les échantillons pour chaque température d'essai, ce qui risque de multiplier les phases de réchauffage. Pour déterminer une courbe de la variation du module à 60 secondes en fonction de la température, il nous a semblé beaucoup plus important de privilégier l'histoire thermique et de n'effectuer qu'une opération de réchauffage des échantillons, de couler la totalité des éprouvettes d'essais

et de ne pas respecter le temps maximal de « restructuration » de quatre heures. Dans le cas où l'essai est effectué après des essais RTFOT et PAV, il est quasi impossible de pouvoir respecter ce délai de quatre heures, à moins de traiter séparément les essais.

Si l'on suit la procédure du SHRP, on ne travaille qu'à une seule température d'essai correspondant au grade du bitume étudié, et il est possible de respecter le temps des quatre heures.

Pour conforter notre choix, nous avons effectué des essais à partir des deux types de conditionnement sur un bitume 35/50 qui a servi à la mise au point du mode opératoire (*cf. Essais de répétabilité et de reproductibilité*).

Réutilisation des barreaux de bitume

Les essais BBR demandent 11 grammes de liant par éprouvette. Pour tracer la courbe de variation du module en fonction de la température et déterminer la température de l'isomodule 300 MPa, il faut 12 barreaux de bitume, soit environ 130 grammes de liant sans compter les pertes dues au coulage des échantillons.

Dans ces conditions il nous a paru important d'étudier les conditions expérimentales nous permettant de réaliser plusieurs essais sur un seul barreau de bitume, ceci dans le but de pouvoir éventuellement exécuter un essai BBR sur un liant récupéré à partir d'une carotte de béton bitumineux très mince par exemple.

Les résultats expérimentaux dans des conditions de relaxation et de température maîtrisées montrent qu'il est possible de réaliser une expérimentation complète, c'est-à-dire d'obtenir une courbe de module en fonction de la température d'essai, en n'utilisant que trois barreaux.

Essais de répétabilité et de reproductibilité

À partir des conditions opératoires de préparation des éprouvettes d'essais et de leur conditionnement avant démouillage que nous avons définies, nous avons réalisé une série d'essais de fluage par flexion sur un échantillon de bitume 35/50 à une température rigoureusement contrôlée de $-15^\circ\text{C} \pm 0,2^\circ\text{C}$.

Nous avons choisi de travailler dans ces conditions pour être proche de la température d'isomodule 300 MPa de ce bitume, de façon à vérifier la répétabilité de la détermination du module pour un temps de chargement de 60 secondes.

Les résultats trouvés par deux opérateurs différents à dix mois d'intervalle permettent d'avoir une valeur moyenne de module de $285 \text{ MPa} \pm 5,2 \text{ MPa}$ soit un coefficient de variation de 1,8 %. Sur la valeur de m nous obtenons une moyenne de $0,343 \pm 0,006$, ce qui donne un coefficient de variation de 1,7 %.

En respectant le temps de quatre heures entre la préparation des éprouvettes et l'essai BBR, la valeur moyenne de S_{60} est de 292 MPa avec un écart-type de 11,6 et un coefficient de variation de 4 %. On constate dans ces conditions une plus mauvaise répétabilité de l'essai. Il est possible que le temps de conservation à la température du laboratoire ne soit pas suffisant pour que le barreau de bitume retrouve son équilibre colloïdal et thermique avant sa mise à la température de démoulage de -10°C .

Il est important de préciser que l'ensemble de l'étude expérimentale a été réalisée sur des bitumes routiers dont la teneur en paraffine est inférieure à 4,5 % selon la norme NF T 66-015 ; dans le cas de bitumes paraffiniques, ces conclusions seraient à réexaminer.

Caractérisation des bitumes routiers

Étude du comportement à basse température

Nous avons travaillé ici sur un ensemble de bitumes routiers représentatifs de la production française des grades 35/50, 50/70 et des bitumes « durs » 10/20 - 20/30. Ces bitumes sont caractérisés avant et après RTFOT par :

- les essais traditionnels (pénétration à 25°C , indice de pénétrabilité LCPC, température de Bille et Anneau et point de fragilité Fraass) d'une part ;
- des analyses chimiques (teneur en asphaltènes au n-heptane, analyse de composition par la

chromatographie IATROSCAN et distillation simulée) d'autre part.

Pour l'étude du comportement à basse température, nous avons pratiqué l'essai de fluage par flexion sur barreau (BBR) suivant le mode opératoire décrit (cf. § Conditions expérimentales). N'étant pas équipés pour la simulation du vieillissement sur site par le PAV, nous avons mesuré les caractéristiques des bitumes avant et après RTFOT. Ces essais seront repris ultérieurement après PAV.

Les valeurs de température d'isomodule et de « m » pour un temps de charge de 60 secondes ont été déterminées avec le BBR pour le continent nord-américain. Il nous a semblé important de préciser ces données pour les différents grades de bitumes français.

Ce travail a eu pour but de déterminer de façon rigoureuse la température d'isomodule 300 MPa et la valeur de m correspondante, pour un temps de charge de 60 secondes, à partir d'une série d'essais à plusieurs températures.

L'ensemble des données expérimentales est traité pour analyser les courbes de :

- déflexion en fluage en fonction du temps de chargement à une température donnée ;
- variation du module en fonction du temps de chargement pour chaque température d'essai.

Bitumes 35/50

Le tableau I, regroupe l'ensemble des caractéristiques des bitumes 35/50 étudiés.

TABLEAU I - Caractéristiques des bitumes 35/50

Bitumes	Péné (25 °C)	% Péné Résid.	TBA (°C)	δ TBA (°C)	IP Pfeif.	IP LCPC	Asph. (%)	Fraass (°C)	IATROSCAN					Dist. Simulée (%)	
									S	A	R	A	Ic	160/480 °C	160/540 °C
Ref. 1 35/50	45		51,5		-1,1	-0,9	10,4	-10	3,3	42,3	33	21,4	0,33	1,8	5,4
Ref. 1 RTFOT	30	66,7	57	5,5	-0,7	-0,6	12,1	-9	3,6	44,6	30,3	21,4	0,33	1,8	5,5
Ref. 2 35/50	41		53,5		-0,8	-1	11,1	-8	6,4	52,9	24,5	16,2	0,29	1,3	7,3
Ref. 2 RTFOT	25	61	59	5,5	-0,7	-0,6	13,4	-8	6,3	50,8	25,6	17,3	0,31	1,2	6,7
Ref. 3 35/50	45		54		-0,5	-0,3	14,8	-12	5,6	51,8	23,3	19,3	0,33	1,5	7,2
Ref. 3 RTFOT	29	64,4	60,5	6,5	-0,1	0,5	17,7	-11	5,5	52,8	21,4	20,4	0,35		
Ref. 4 35/50	47		54,5		-0,3	-0,4	14,6	-16	4,3	53,1	22	20,6	0,33	2,6	9,6
Ref. 4 RTFOT	30	64	59,5	5	-0,2	0,3	17	-14	4,7	47,8	26,5	21,1	0,35		

Légende : Péné : Pénétration à 25°C
% Péné : % Pénétration restante après RTFOT
TBA : Température bille anneau
δ TBA : Différence de TBA après RTFOT
IP Pfeif. : Indice de pénétrabilité Pfeiffer
IP LCPC : Indice de pénétrabilité LCPC

Asph. : Asphaltènes (n-heptane)
Fraass : Température Fraass
IATROSCAN :
S : Saturés ; A : Aromatiques ; R : Résines ;
A : Asphaltènes ; Ic : Indice d'instabilité colloïdale
Dist. simulée : Distillation simulée

La caractérisation du comportement en fluage à basse température avec le BBR est effectuée à partir d'une série d'essais à des températures différentes. À chaque température, il est réalisé au minimum trois essais ; les valeurs données dans les tableaux de résultats sont des moyennes. Pour chaque série d'essais la température d'isomodule 300 MPa et m sont obtenus par interpolation linéaire.

Résultats expérimentaux - Bitume 35/50 Ref. 1

À titre d'exemple, nous présentons le détail d'un essai BBR sur le bitume 35/50 Ref. 1.

Dans le tableau II figure l'ensemble des résultats moyens des paramètres S et m trouvés avant et après RTFOT ainsi que les valeurs des températures d'isomodule 300 MPa et de « m » correspondantes déduites des courbes de la figure 1.

TABLEAU II
Valeurs de S et m

Températures (°C)	Bitume d'origine		Bitume après RTFOT	
	Module S (en MPa)	m	Module S (en MPa)	m
– 10	125	0,43	155	0,37
– 12	182	0,38	208	0,35
– 15	281	0,34	329	0,31
– 17	355	0,31		
T. isomodule 300 MPa	– 15,5 °C		– 14,5 °C	
m	0,33		0,32	

Ces résultats permettent de tracer les droites expérimentales de la variation du logarithme du module S pour un temps de chargement de 60 secondes en fonction de la température, ainsi que la régression linéaire (fig. 1).

Les coefficients de corrélation des régressions linéaires sont de 0,99. On constate que l'effet du vieillissement RTFOT sur la variation de la température d'isomodule est peu important.

Les courbes de déformation des barreaux de bitume en fluage, mesurées à quatre températures différentes sous une charge de 100 grammes pendant 240 secondes, sont représentées sur la figure 2.

On remarque la grande sensibilité de la déformation du bitume en fonction de la température ; à 240 secondes, la déflexion mesurée à – 10 °C est 3,6 fois plus importante qu'à – 17 °C.

Ces résultats confirment ceux d'Anderson [3].

La figure 3 montre, dans un diagramme bilogarithmique, la variation du module S en fonction

du temps de charge pour les différentes températures d'essai.

Analyse des résultats

Les différentes températures d'isomodule 300 MPa et les valeurs de m (pour un temps de charge de 60 secondes) pour les bitumes 35/50 étudiés sont regroupées dans le tableau III.

TABLEAU III
Températures d'isomodule 300 MPa
et valeurs de m

Bitumes	Températures d'isomodule 300 MPa		m	
	Origine	Après RTFOT	Origine	Après RTFOT
35/50 Ref. 1	– 15,5 °C	– 14,5 °C	0,33	0,32
35/50 Ref. 2	– 13,3 °C	– 12,3 °C	0,31	0,29
35/50 Ref. 3	– 17,6 °C	– 16,5 °C	0,31	0,29
35/50 Ref. 4	– 18,7 °C	– 17,4 °C	0,32	0,29

On remarque deux niveaux de température d'isomodule 300 MPa : – 13/– 15 °C et – 18/– 19 °C pour une même classe de bitume n'ayant subi aucun traitement.

Après RTFOT, la température d'isomodule 300 MPa augmente globalement de 1 °C.

La susceptibilité au temps de charge m pour les bitumes de départ est supérieure à la valeur de 0,30 pour la température d'isomodule de 300 MPa. Par contre, après RTFOT, à cette température la valeur de m est inférieure à 0,30, sauf pour le bitume Ref. 1.

Les courbes de variation du module en fonction de la température des bitumes 35/50 d'origine sont illustrées par la figure 4.

Le calcul de la régression linéaire pour chaque essai (fig. 4) conduit à des coefficients de corrélation de 0,99 et permet de déterminer la pente « a » des droites, pente que l'on peut associer à une susceptibilité thermique dans la fenêtre de température – 8 /– 21 °C.

Les différentes pentes sont données dans le tableau IV.

TABLEAU IV
Pentes des droites expérimentales

Bitumes	Pentes des droites	
	Origine	Après RTFOT
35/50 Ref. 1	– 0,070	– 0,071
35/50 Ref. 2	– 0,071	– 0,061
35/50 Ref. 3	– 0,060	– 0,059
35/50 Ref. 4	– 0,068	– 0,063

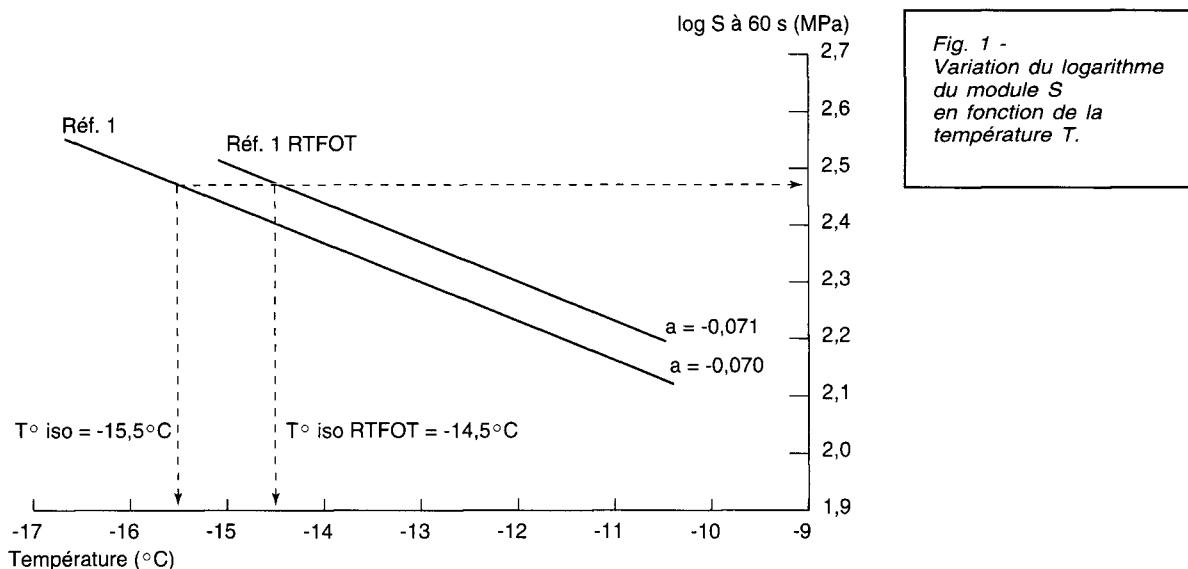


Fig. 2 - Courbes de déformation en fluage en fonction du temps

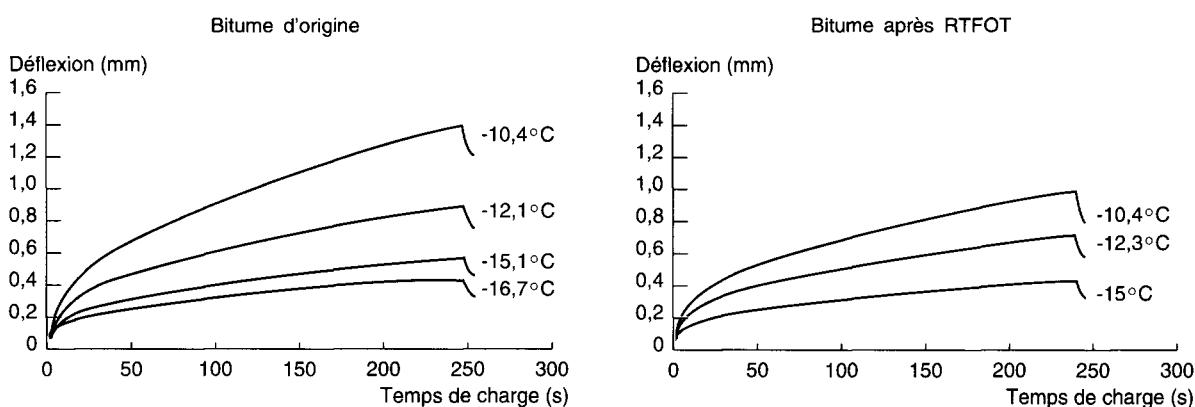


Fig. 3 - Relation du logarithme du module S et du logarithme du temps

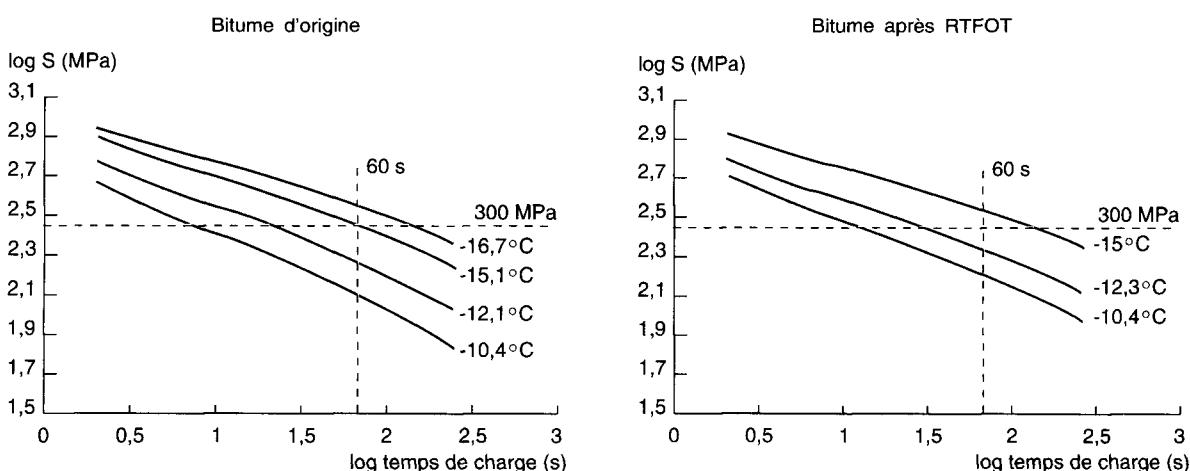
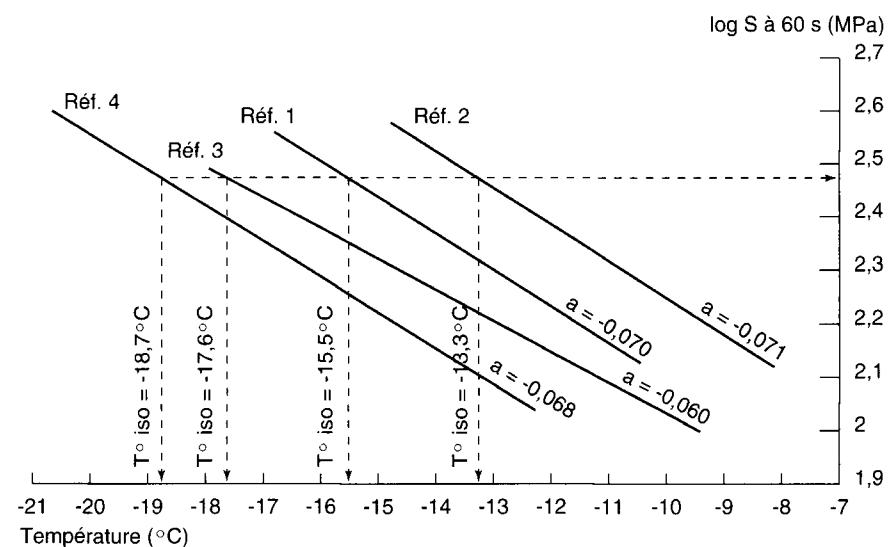


Fig. 4 -
Variation du logarithme
du module S en fonction
de la température T .



La susceptibilité des bitumes 35/50 dans la plage de température étudiée est équivalente pour les bitumes Ref. 1, 2 et 4 origine, le comportement du bitume Ref. 3 étant différent. L'influence du RTFOT sur les bitumes 35/50 est négligeable sur ce paramètre.

Sur la figure 5, nous avons tracé pour une température de -15°C les courbes de variation du logarithme du module en fonction du logarithme du temps de charge des bitumes 35/50 origine.

Ces courbes sont les courbes maîtresses à -15°C dans la fenêtre d'observation de 8 à 240 secondes. On constate qu'à 60 secondes de temps de charge, les niveaux de module pour les quatre liants étudiés de même grade 35/50 sont nettement différents, l'étendue des valeurs est de 161 MPa (214 à 375 MPa). Les comportements rhéologiques de ces bitumes 35/50, à la température de -15°C , sont très différents.

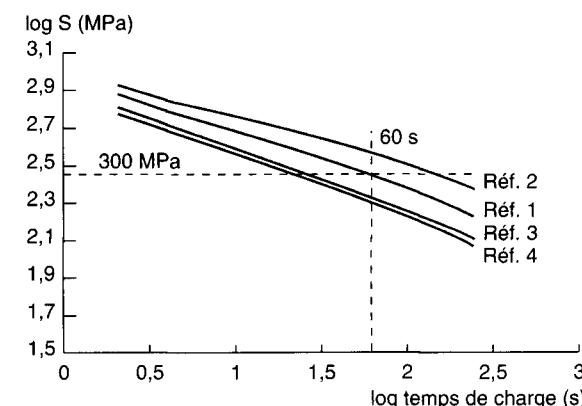


Fig. 5 - Variation du logarithme de S en fonction du logarithme du temps à -15°C .

Bitumes 50/70

L'ensemble des caractéristiques des bitumes 50/70 étudiés sont reportées dans le tableau V.

Les températures d'isomodule 300 MPa et les valeurs de m pour un temps de charge de 60 secondes pour les bitumes 50/70 étudiés sont regroupées dans le tableau VI.

La plage des températures d'isomodule 300 MPa pour les bitumes d'origine est relativement faible (-3°C), par contre, le bitume Ref. 9 a une valeur de m très largement supérieure aux autres liants étudiés.

Sur la figure 6, le report de l'ensemble des courbes des variations du logarithme de S en fonction des températures d'essai permet de comparer les pentes de chacune des droites de régression. Le calcul des régressions linéaires pour chaque série d'essais conduit à des coefficients de corrélation de 0,99 et permet de calculer les pentes dont les valeurs pour chaque bitume étudié sont récapitulées dans le tableau VII.

Si l'on assimile la pente de la droite à la susceptibilité thermique dans une plage de température de -12°C à -20°C , on constate que quatre des cinq bitumes 50/70 étudiés présentent la même susceptibilité dans le domaine étudié.

La pente du bitume Ref. 9 ($a = -0,092$) s'écarte très largement de celles des autres bitumes du même grade.

L'influence du vieillissement au RTFOT, dans le domaine de température étudié, est peu marquante sur la susceptibilité des bitumes Ref. 5, 6 et 7 ; par contre, l'évolution de la pente « a » du bitume Ref. 8 est relativement importante.

TABLEAU V
Caractéristiques des bitumes 50/70

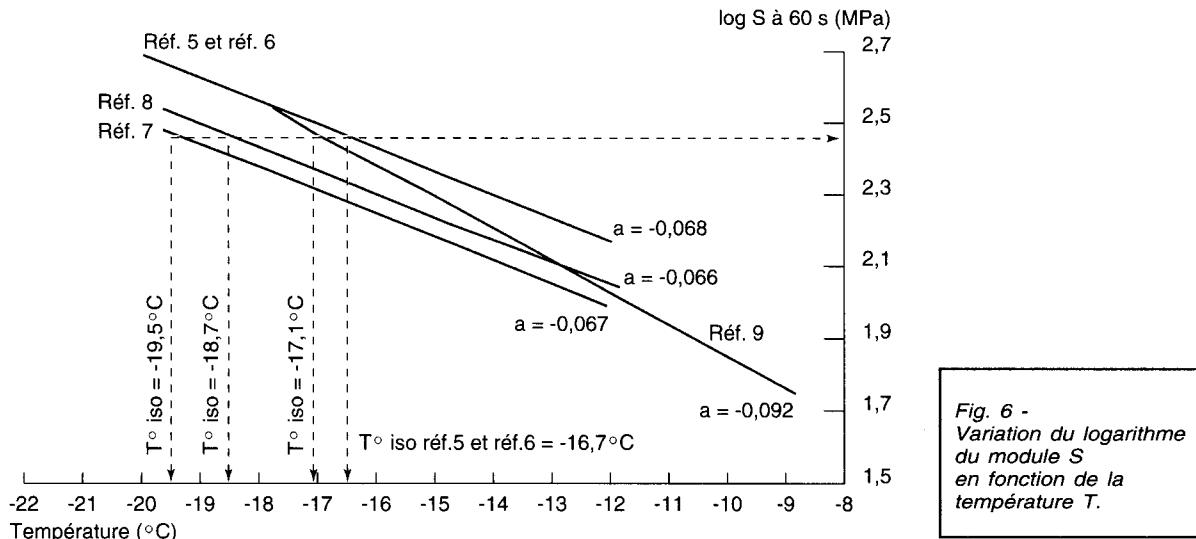
Bitumes	Péné 25 °C	% Péné Résid.	TBA (°C)	δ TBA (°C)	IP Pfeif.	IP LCPC	Asph. (%)	Fraass (°C)	IATROSCAN					Dist. Simulée (%)	
									S	A	R	A	Ic	160/480 °C	160/540 °C
Ref. 5 50/70	61		50		- 0,7	- 1,2	10,8	- 13	6,4	52,7	25,5	15,3	0,28	1,4	7,4
Ref. 5 RTFOT	36	59	55	5	- 0,8	- 1,2	12,4	- 13	6,3	49,2	27,9	16,5	0,3		
Ref. 6 50/70	64		49		- 0,9	- 1,3	8,9	- 11	4,9	49,1	28,2	17,8	0,29	1,6	6,2
Ref. 6 RTFOT	40	62,5	53,5	4,5	- 0,9	- 0,7	11,1	- 12	4,6	49,8	26,5	19,1	0,31		
Ref. 7 50/70	60		50,5		- 0,6	- 0,1	14,1	- 17	6	50,8	23,4	19,7	0,35	2,1	9,5
Ref. 7 RTFOT	38	63,3	58	7,5	0	0,5	16,9	- 15	5,5	50,4	22,7	21,5	0,37		
Ref. 8 50/70	63		49,5		- 0,8	- 0,9	11,4	- 18	4,1	59,2	17	19,6	0,31	0,6	3,8
Ref. 8 RTFOT	41	65,1	54,5	5	- 0,6	- 0,3	13	- 16	4,3	53,8	21,1	20,8	0,34		
Ref. 9 50/70	66		48		- 1,1				6,1	48,6	24,2	21	0,37	8,4	22,1

TABLEAU VI
Températures d'isomodule 300 MPa
et valeurs de m

Bitumes	Températures d'isomodule 300 MPa		m	
	Origine	Après RTFOT	Origine	Après RTFOT
50/70 Ref. 5	- 16,7 °C	- 15,9 °C	0,32	0,29
50/70 Ref. 6	- 16,7 °C	- 16,3 °C	0,32	0,30
50/70 Ref. 7	- 19,5 °C	- 18,3 °C	0,33	0,30
50/70 Ref. 8	- 18,7 °C	- 17,6 °C	0,33	0,31
50/70 Ref. 9	- 17,1 °C		0,36	

TABLEAU VII
Pentes des droites expérimentales

Bitumes	Pentes des droites	
	Origine	Après RTFOT
50/70 Ref. 5	- 0,068	- 0,066
50/70 Ref. 6	- 0,068	- 0,061
50/70 Ref. 7	- 0,067	- 0,065
50/70 Ref. 8	- 0,066	- 0,058
50/70 Ref. 9	- 0,092	



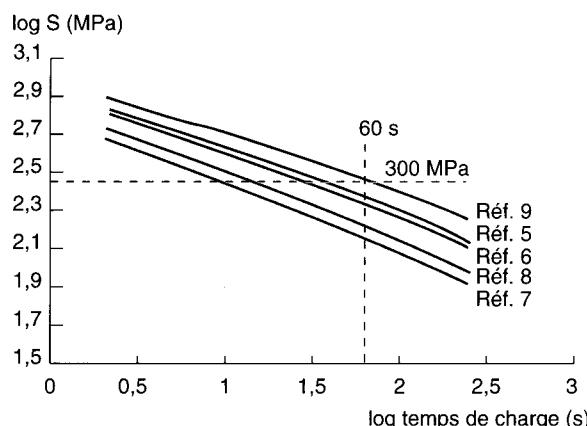


Fig. 7 - Variation du logarithme du module S en fonction du logarithme du temps à -15 °C.

Sur la figure 7, nous avons tracé pour la température de -15 °C les courbes du logarithme du module en fonction du logarithme du temps de charge pour les bitumes 50/70 d'origine.

Les courbes maîtresses $\log S = f(\log t)$ à -15 °C dans la plage de 8 à 240 secondes montrent pour des bitumes de même grade 50/70 des niveaux de modules différents ; on note une étendue de 85 MPa (150 à 235 MPa).

Bitumes 10/20 - 20/30

Le tableau VIII synthétise l'ensemble des résultats de caractérisation des bitumes 10/20 et 20/30 étudiés.

Dans le tableau IX, nous avons récapitulé pour les « bitumes durs » les différentes températures d'isomodule 300 MPa et les valeurs de m correspondantes pour un temps de charge de 60 secondes.

La fourchette des températures d'isomodule 300 MPa est étroite et égale à 2 °C. L'observation sur les valeurs de m (susceptibilité au temps de charge) est identique. Deux niveaux de température d'isomodule (-11,3/-12,8 °C et -14,3/-14,8 °C) sont mis en évidence.

Il est important de noter que la valeur de m après essai RTFOT, à l'exception du bitume Ref. 10, n'est pas conforme à la spécification du SHRP alors que l'essai PAV n'a pas été réalisé.

Les courbes de variation du logarithme du module S en fonction de la température d'essai (points expérimentaux et droites de régression) sont rassemblées sur la figure 8.

TABLEAU VIII
Caractéristiques des bitumes 10/20 et 20/30

Bitumes	Péné 25 °C	% Péné Résid.	TBA (°C)	δ TBA (°C)	IP Pfeif.	IP LCPC	Asph. (%)	Fraass (°C)	IATROSCAN					Dist. Simulée (%)	
									S	A	R	A	Ic	160/480 °C	160/540 °C
Ref. 10 10/20	19		64		-0,3	0,1	19	-7	2,2	53,1	22,3	22,4	0,33	2,5	10,4
Ref. 10 RTFOT	15	78,9	68,5	4,5	0,1	0,8	20	-7	2,3	50,1	24,4	23,2	0,34		
Ref. 11 10/20	18		64,5		-0,3	0,1	16,7	-7	2,3	52,4	23,3	22	0,32	0,7	2,9
Ref. 11 RTFOT	13	72,2	70	5,5	0	0,5	18,2	-6	2,2	50	22,8	25	0,37		
Ref. 12 20/30	23		64,5		0,2	0,5	19,4	-7	4,9	43	24,2	27,8	0,49	1,5	7,3
Ref. 12 RTFOT	15	65,2	72	7,5	0,6	1,4	23,5	-4	4,4	41,9	23,6	30,1	0,53		
Ref. 13 20/30	21		66		0,3		18,7	-9	3,5	46,8	22,3	27,4	0,45	1,8	7,6
Ref. 13 RTFOT	16	76,2	73	7	0,8		22,4	-8	3,9	46,2	21,8	28,1	0,47		

TABLEAU IX
Températures d'isomodule 300 MPa et valeurs de m

Bitumes	Températures d'isomodule 300 MPa		m	
	Origine	Après RTFOT	Origine	Après RTFOT
10/20 Ref. 10	-12,8 °C	-11,8 °C	0,32	0,31
10/20 Ref. 11	-11,3 °C	-10,3 °C	0,30	0,29
20/30 Ref. 12	-14,3 °C	-13,3 °C	0,30	0,28
10/20 Ref. 13	-14,8 °C	-13,7 °C	0,30	0,28

TABLEAU X
Pentes des droites expérimentales

Bitumes	Pentes des droites	
	Origine	Après RTFOT
10/20 Ref. 10	-0,065	-0,058
10/20 Ref. 11	-0,050	-0,054
20/30 Ref. 12	-0,065	-0,051
10/20 Ref. 12	-0,061	-0,050

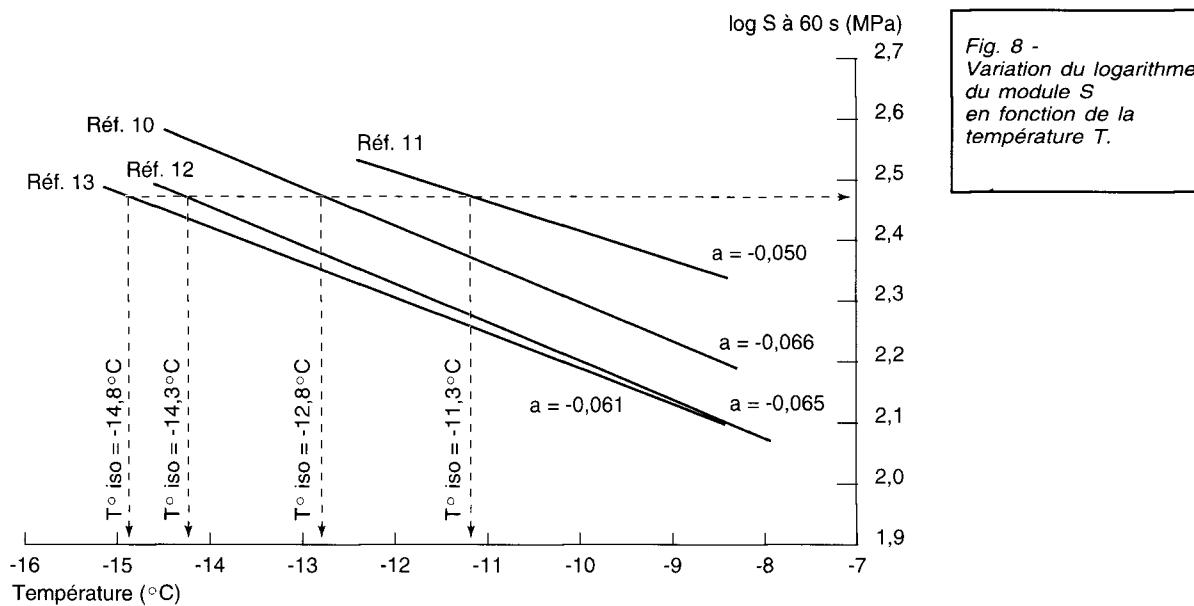


Fig. 8 - Variation du logarithme du module S en fonction de la température T.

Le calcul de la régression linéaire pour chaque essai conduit à des coefficients de corrélation de l'ordre de 0,99 et permet de calculer la pente assimilable à une susceptibilité thermique dans la plage de température exploitée par les essais BBR.

Dans le tableau X sont précisées les différentes pentes calculées à partir des régressions linéaires.

On remarque que la susceptibilité dans le domaine de température étudié est quasiment équivalente pour les bitumes d'origine à l'exception du 10/20 Ref. 11. Après RTFOT, les valeurs des pentes « a » sont très proches ; leur évolution (à l'exception du 10/20 Ref. 11) est plus importante que celle des liants 35/50 et 50/70.

Sur la figure 9 sont tracées pour la température de -12 °C les courbes du logarithme du module en fonction du logarithme du temps de charge pour les « bitumes durs » 10/20 - 20/30 origine.

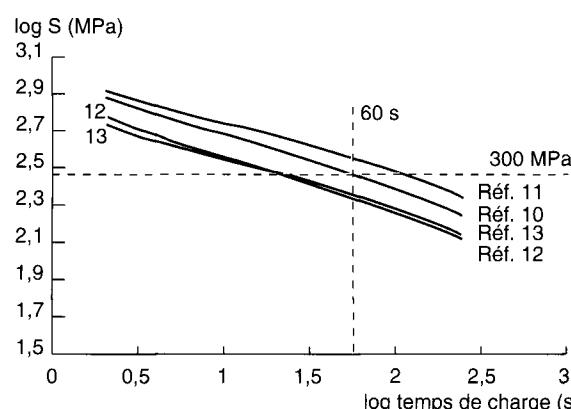


Fig. 9 - Variation du logarithme du module S en fonction du temps t à -12 °C.

Les courbes du logarithme du module en fonction du logarithme du temps de charge pour les « bitumes durs » 10/20 et 20/30 (avant et après RTFOT) à -12 °C montrent des comportements rhéologiques relativement différents pour des liants de même grade. On observe une variation de module de 136 MPa pour une plage de 205 à 341 MPa.

Analyse des résultats

Il nous a semblé intéressant d'étudier les corrélations possibles entre les résultats des essais classiques et les températures d'isomodule 300 MPa obtenues par l'essai BBR.

En effet, l'approche du comportement, ou de l'indicateur caractérisant une tenue à basse température, se fait traditionnellement par la mesure du point de fragilité Fraass. L'approche des phénomènes de fissuration thermique peut s'appréhender par la température de Bille et Anneau complétée par la teneur en asphaltènes au n-heptane.

Nous avons donc étudié l'ensemble des résultats trouvés sur les bitumes avant et après RTFOT (tableau XI).

Corrélation point de Fraass Température d'isomodule 300 MPa

Nous avons analysé les résultats des points de Fraass obtenus par l'appareil automatique et les températures d'isomodule 300 MPa déduites de l'essai BBR.

Le calcul de la régression linéaire entre les deux séries de valeurs conduit à l'expression :

$$T_{\text{Fraass}} = 1,38 T_{\text{Iso. 300 MPa}} + 10,49$$

avec $r = 0,911$ (T en °C).

On peut considérer qu'il existe une corrélation acceptable entre le point de Fraass et la température d'isomodule 300 MPa obtenue au BBR. Les points expérimentaux et la droite de régression sont portés sur la figure 10.

Il faut noter que les températures d'isomodule 300 MPa sont toutes inférieures aux points de fragilité Fraass.

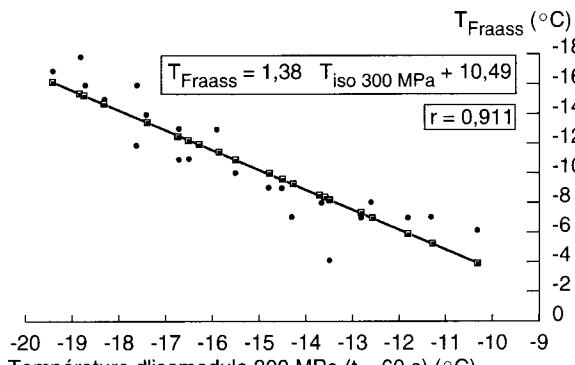


Fig. 10 - Corrélation Fraass/Température d'isomodule 300 MPa.

Corrélation température bille et anneau Température d'isomodule 300 MPa

Le calcul de la régression linéaire entre les deux séries de valeurs conduit à la relation :

$$T_{B.A.} = 2,06 T_{Iso. 300 \text{ MPa}} + 90,54$$

avec $r = 0,709$ (T en °C).

On peut considérer qu'il existe une tendance d'évolution commune entre la température bille et anneau ($T_{B.A.}$) et la température d'isomodule 300 MPa (BBR) mais que la corrélation est faible.

Corrélation teneur en asphaltènes au n-heptane Température d'isomodule 300 MPa

La régression linéaire entre les deux séries de résultats conduit à l'expression suivante :

$$\text{Asphaltènes (\%)} = 0,68 T_{Iso. 300 \text{ MPa}} + 25,78$$

avec $r = 0,432$ (T en °C).

Il n'y a pas de corrélation entre la teneur en asphaltènes et la température d'isomodule 300 MPa.

TABLEAU XI
Résultats des essais étudiés

Bitumes	$T_{Iso. 300 \text{ MPa}}$ (°C)	T_{Fraass} (°C)	$T_{B.A.}$ (°C)	% Asphaltènes
35/50 Ref. 1	-15,5	-10	51,5	10,4
35/50 Ref. 1 RTFOT	-14,5	-9	57	12,1
35/50 Ref. 2	-13,3	-8	53,5	11,1
35/50 Ref. 2 RTFOT	-12,3	-8	59	13,4
35/50 Ref. 3	-17,6	-12	54	14,8
35/50 Ref. 3 RTFOT	-16,5	-11	60,5	17,7
35/50 Ref. 4	-18,7	-16	54,5	14,6
35/50 Ref. 4 RTFOT	-17,4	-14	60	17
35/50 Ref. 5	-16,7	-13	50	10,8
35/50 Ref. 5 RTFOT	-15,9	-13	55	12,4
50/70 Ref. 6	-16,7	-11	49	8,9
50/70 Ref. 6 RTFOT	-16,3	-12	53,5	11,1
50/70 Ref. 7	-19,5	-17	50,5	14,1
50/70 Ref. 7 RTFOT	-18,3	-15	58	16,9
50/70 Ref. 8	-18,7	-18	49,5	11,4
50/70 Ref. 8 RTFOT	-17,6	-16	54,5	13
20/30 Ref. 10	-12,8	-7	64	19
20/30 Ref. 10 RTFOT	-11,8	-7	68,5	20
10/20 Ref. 11	-11,3	-7	54,5	16,7
20/30 Ref. 11 RTFOT	-10,3	-6	70	18,2
20/30 Ref. 12	-14,3	-7	64,5	19,4
20/30 Ref. 12 RTFOT	-13,3	-4	72	23,5
10/20 Ref. 13	-14,8	-9	66	18,7
10/20 Ref. 13 RTFOT	-13,7	-8	73	22,4

Conclusion

La mise en œuvre de l'essai de fluage sur barreau de bitume par le « Bending Beam Rheometer » dans notre laboratoire a nécessité :

- une mise au point du mode opératoire proposé par le SHRP pour déterminer les conditions de préparation des éprouvettes d'essais ;
- une étude de répétabilité et de reproductibilité de la méthode (sur un même appareil), qui montre que l'essai BBR est satisfaisant ;
- un travail important d'informatique sur le premier logiciel livré avec l'appareil, qui était peu performant.

Il faut préciser que l'ensemble des essais a été réalisé sur des bitumes dont la teneur en paraffines était conforme à la norme NF T 66-015, ce qui peut expliquer certaines de nos conclusions quant à la répétabilité et la reproductibilité et aux conditions de préparation des éprouvettes (temps et température).

L'étude des treize bitumes, de classes et de raffineries différentes, qui ont été entièrement caractérisés avant et après RTFOT par les essais classiques et par l'analyse du comportement rhéologique à basse température par l'essai BBR, apporte plusieurs enseignements.

En effet, en plus des paramètres recherchés - la température d'isomodule 300 MPa et la valeur de m correspondante - les courbes et notamment les pentes des droites de régression linéaire des variations du module en fonction des températures d'essai permettent de mettre en évidence des susceptibilités thermiques différentes, dans les plages de températures étudiées. Par ailleurs, les courbes du logarithme du module en fonction du logarithme du temps de charge à une température donnée indiquent pour des bitumes d'un même grade des comportements rhéologiques

différents ; des écarts importants en module à 60 secondes sont effectivement notés au sein d'une même classe.

Les écarts de température d'isomodule 300 MPa entre les bitumes avant et après RTFOT sont faibles, de l'ordre du degré, ce qui confirme d'ailleurs les observations faites avec l'essai Fraass et tend à démontrer que l'effet du RTFOT est faible sur les indicateurs mesurés à basse température.

Les températures d'isomodule (BBR) 300 MPa de certains bitumes « durs » 10/20 - 20/30 sont proches de celles obtenues pour des 35/50.

Le calcul de la régression linéaire entre les températures de fragilité Fraass et celles de l'isomodule 300 MPa (BBR) pour l'ensemble des bitumes étudiés avant et après RTFOT est tout à fait acceptable. Il faut préciser que les séries d'essais ont été réalisées avec un Fraass automatique par deux opérateurs.

L'essai BBR a été réalisé sur les bitumes avant et après RTFOT et n'a donc pas intégré le vieillissement PAV. Les conclusions seront donc à réexaminer après cet essai, notamment pour la valeur de m , qui pourrait s'avérer discriminante sur des liants vieillis artificiellement ou naturellement sur chaussées. En effet, des résultats sur des bitumes extraits de bétons bitumineux fissurés après sept ans montrent que la température équivalente à $m = 0,30$ (température d'isosusceptibilité) est beaucoup plus élevée que la température d'isomodule 300 MPa (Δ de 10 °C). De plus, une analyse de corrélation entre les résultats des essais classiques après RTFOT et PAV et le comportement sur site sera à réaliser.

L'essai de fluage proposé par le SHRP sur les bitumes ayant subi le RTFOT et le PAV semble être prometteur pour la caractérisation du comportement rhéologique à basse température.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] DAUZATS M., RAMPAL A. (1988), *Mécanisme de fissuration de surface des couches de roulement*, Bull. liaison Labo. P. et Ch., **154**, mars-avr., pp. 57-72.
- [2] *Choix des bitumes pour travaux sur routes à fort trafic* (1987), Note d'information 26, éditée par le Service technique des Routes et autoroutes (SETRA), Paris, janv., p. 1.
- [3] BAHIA H.U., ANDERSON D.W., CHRISTENSEN (1992), *The Bending Beam Rheometer : a simple device for measuring low - temperature rheology of asphalt binders*, Asphalt Paving Technologists, **vol. 61**, pp. 117-148.
- [4] READSHOW E.E. (1972), *Asphalt specifications in British Columbia for low temperature performance*, asphalt paving technologists, **vol. 41**.
- [5] MIGLIORI F. (1995), *Corrélation entre la pénétration à 4 °C et le point de fragilité Fraass*, Rapport du service de chimie du Laboratoire des Ponts et Chaussées d'Aix en Provence.
- [6] KANDHAL P.S., BUTTON J.W., DAVIS R.L., ENSLEY E.K., KHOSLO N.P., PUZNAUSKAS V.P. (1988), *Low temperature properties of asphalt cements*, transportation research board Washington, D.C.

- [7] PUZINAUSKAS V.P. (1980), *Properties of asphalt cements*, The Asphalt Institute, RR - 80 - 2.
- [8] MIGLIORI F., PASTOR M., RAMOND G., SUCH C. (1993), *Étude statistique sommaire de quelques cas de fissurations thermiques*, 5th Eurobitume Congress, Stockholm, **vol. 1**, 16 - juin, pp. 724-728.
- [9] CLAUDY P., LÉTOFFÉ J.-M., PLANCHE J.-P., GERMANAUD L. (1991), *Caractérisation de la structure des bitumes par analyse thermique*, Journées d'études AFREM-LCPC, *Les bitumes ; leur fabrication, leurs propriétés et leurs applications routières*, Paris, 28 - 29 novembre.
- [10] ANDERSON D.A. (1994), *Programme SHRP. Méthodes d'essais et spécifications des Liants*, Revue générale des Routes et des Aérodromes, **714**, janv., pp. 48-52.
- [11] *Standard specifications for performance graded asphalt binder* (1993), AASHTO, MP 1, sept.
- [12] *Standard test method for determining the flexural creep stiffness of asphalt binder using the bending beam rheometer* (1993), AASHTO Designation TP 1, Edition 1 A, sept.

ABSTRACT

The study of the low-temperature behaviour of road bitumen Application of the Bending Beam Rheometer

F. MIGLIORI - A. DALIGAULT - J.C. MOLINENGO

The study of the low-temperature behaviour of road bitumens using the Bending Beam Rheometer (BBR) test makes it possible to determine the 300 MPa Low Temperature Cracking Isomoduli and the corresponding value of « m » (susceptibility to the loading time). The interpretation of the curves of variation of the moduli in function of the testing temperatures reveals different thermal susceptibilities. The curves of the logarithm of the modulus and the logarithm of the loading time at a fixed temperature show wide variations of the modulus at 60 seconds for identical grades of bitumen.

The 300 MPa isomodular temperature differences between bitumens before and after the Rolling Thin Film Oven test (RTFOT) are around one degree, thus confirming observations made with the Fraas test ; this tends to show that the RTFOT has only a slight effect on the indicators measured at low temperature.

The results, for all grades of bitumen and treatments, reveal a correlation between the Fraas point and the 300 MPa Low Temperature Cracking.

The BBR test was performed on bitumens before and after the RTFOT, and therefore did not incorporate the Pressure Aging Vessel (PAV) test. The conclusions need to be re-examined following the latter test, notably in respect of the value of « m », which could be shown to differentiate between artificially and naturally aged binders in pavements.