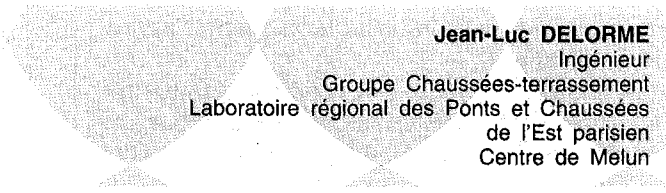


Essai à la presse à cisaillement giratoire

Expérience d'exactitude



Jean-Luc DELORME
Ingénieur
Groupe Chaussées-terrassement
Laboratoire régional des Ponts et Chaussées
de l'Est parisien
Centre de Melun

RÉSUMÉ

L'essai à la presse à cisaillement giratoire est un essai déterminant dans la méthodologie de formulation des enrobés. Il a connu un développement important au cours des deux dernières décennies dans les laboratoires routiers, la méthode d'essai a été normalisée, des spécifications normatives ont été établies sur de nombreux produits. Aussi, l'actualisation des connaissances sur les valeurs de reproductibilité R et de répétabilité r a été entreprise. La méthode suit la démarche décrite dans la norme NF ISO 5725 de 1994.

Vingt-six laboratoires ont réalisé les essais préalables, vingt ont participé effectivement à l'expérience proprement dite. L'expérience a porté sur le pourcentage de vides à soixante girations d'un béton bitumineux classique pour couche de roulement, avec quatre répliques de l'essai.

Après application des tests statistiques, r et R ont été déterminés à partir des résultats de dix-huit laboratoires.

Les valeurs obtenues $r = 0,95$ et $R = 1,38$ tiennent compte de la méthode de préparation du mélange. Ces valeurs sont compatibles avec les spécifications figurant dans les normes de produit.

MOTS CLÉS : 31 - Essai - Compacteur giratoire - Composition du mélange - Enrobé - Méthode d'essai - Norme - Teneur en vides - Couche de roulement - Laboratoire.

Introduction

L'essai à la presse à cisaillement giratoire est développé pour la formulation des enrobés bitumineux français depuis 1972. Au début, il a été utilisé majoritairement dans les laboratoires de l'Administration.

Progressivement, d'autres laboratoires, entreprises routières, sociétés pétrolières, laboratoires étrangers, se sont équipés.

En 1980, une expérience d'exactitude a été réalisée avec dix-sept laboratoires, dont une forte proportion de laboratoires de l'Administration.

Depuis cette époque, les utilisateurs de l'essai sont devenus plus nombreux et la répartition des types d'utilisateurs a considérablement évolué. Le projet de mode opératoire de l'essai de 1979 a été transformé en norme française homologuée en 1992 (et révisée en 1993). L'essai a fait l'objet de spécifications dans dix normes de produits. Les procédés de préparation des corps d'épreuve se sont diversifiés. Cette opération est réalisée selon la norme **NF P 98-250-1** *Préparation des mélanges hydrocarbonés*, mais cette norme autorise l'emploi de trois types de malaxeurs différents ; l'ancien mode opératoire était plus restrictif sur ce point notamment.

Devant ces évolutions, il a été décidé d'organiser une expérience de détermination de l'exactitude, prenant en compte la norme d'essai **NF P 98-252**, la norme de préparation **NF P 98-250-1**, et une répartition plus actuelle des praticiens de l'essai.

La Commission de normalisation *Essais relatifs aux chaussées* a décidé, dans la séance du 1^{er} mars 1994, d'organiser cette expérience conformément à la norme NF ISO 5725 selon le schéma suivant :

- appel de candidature auprès des utilisateurs,
- réalisation d'une expérience préalable par tous les candidats avec un mélange à caractéristiques imposées mais utilisant leurs propres approvisionnements,
- sélection d'un nombre de candidats compatible avec la quantité de matériaux prévue, par tirage au sort orienté pour tenir compte de la répartition des utilisateurs et ceci **quel que soit le résultat** obtenu au cours de l'expérience préparatoire,
- réalisation de l'expérience d'exactitude selon la norme NF ISO 5725-2 sur un matériau courant.

Expérience préalable à l'expérience d'exactitude

Principe

Cette phase préparatoire permet de lancer l'appel de candidatures à l'expérience d'exactitude. L'objectif est de vérifier le calibrage des appareillages en place en réalisant un essai complet sur une formule à caractéristiques spécifiées (origine des granulats, courbe granulométrique, teneur en liant).

Les laboratoires candidats doivent :

- calibrer leur appareillage (procédure proposée en application de la norme **NF P 98-252**),
- préparer un mélange BBSG 0/10 avec des granulats dont la carrière d'origine est imposée. Le mélange est cependant recomposé à partir de leurs propres approvisionnements. La masse volumique des granulats est déterminée suivant la norme **P 18-559** à l'huile de paraffine,
- réaliser un essai (trois répliques).

Le critère principal est le pourcentage de vides à soixante girations.

Résultats

Vingt-huit laboratoires ont posé leur candidature, vingt-six ont communiqué leur résultat au 31 octobre 1995, ce qui a donné le graphique de la figure 1.

Les granulats sont prélevés sur les approvisionnements propres du laboratoire candidat, l'homogénéité interlaboratoire des granulats n'est donc pas assurée. Malgré cette incertitude d'approvisionnements, on constate que vingt et un laboratoires se situent dans un intervalle de $\pm 1\%$ autour de la valeur moyenne. Cinq laboratoires s'écartent de cet intervalle (défini arbitrairement).

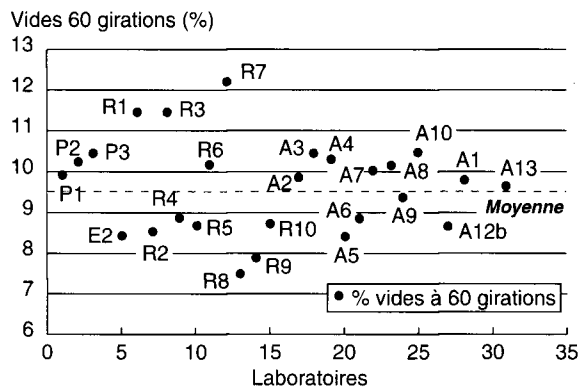


Fig. 1 - Pourcentage de vides à soixante girations lors de l'expérience préalable.

Expérience d'exactitude

Organisation générale

L'objectif est de déterminer la répétabilité r et la reproductibilité R de l'essai de compactage à la presse à cisaillement giratoire (PCG) selon la norme **NF P 98-252** de décembre 1993 pour le pourcentage de vides à un nombre de girations donné. Le nombre de girations choisi correspond au seuil fixé dans la norme de produit correspondante.

La méthode suivie pour la réalisation de l'expérience d'exactitude est conforme à la norme NF ISO-5725-2 de décembre 1994.

La Commission de normalisation *Essais relatifs aux chaussées* a été chargée du rôle de commission d'expert au sens de la norme ISO 5725. La fonction exécutive a été assurée par le Laboratoire régional des Ponts et Chaussées de l'Est parisien (LREP), et la fonction statistique par des experts du Laboratoire central des Ponts et Chaussées (LCPC).

La norme **NF P 98-252** porte uniquement sur la mesure de l'évolution du pourcentage de vides d'un mélange hydrocarboné en fonction de l'énergie de compactage. Elle indique qu'un résultat d'essai est la moyenne d'au moins trois déterminations.

L'essai est réalisé à l'aide d'une presse dont les caractéristiques de fonctionnement principales sont les suivantes :

- pression verticale : 0,6 MPa,
- angle α : 1°,
- vitesse de rotation : comprise entre 6 tr/min et 30 tr/min,
- diamètre du moule : 160 mm,
- hauteur de l'éprouvette (sans vides) : 150 mm.

Chaque laboratoire réalise quatre répliques (soit 4×3 essais élémentaires).

Le malaxage du mélange fait intervenir la norme **NF P 98-250-1 Préparation des mélanges hydrocarbonés**. Dans cette norme, il est possible d'utiliser trois types de malaxeurs. Le type 1 est un malaxeur de petite capacité, décrit précisément, le type 2, selon cette norme, est un malaxeur de grande capacité dont les caractéristiques géométriques sont spécifiées, mais le type 3 n'obéit à aucune spécification particulière. L'expérience a été conduite avec des malaxeurs de type 2 et de type 3.

La masse volumique réelle (MVR), qui intervient dans la définition de la hauteur minimale de l'éprouvette PCG, est calculée à partir des masses volumiques des granulats, déterminées selon la norme **P 18-559** à l'huile de paraffine.

La masse volumique réelle a été établie par le laboratoire responsable de l'organisation, d'après les mesures sur l'ensemble du stock de matériau.

Il a été décidé de n'utiliser qu'un seul niveau avec un enrobé très courant, le béton bitumineux **BBSG 0/10** (selon la norme **NF P 98-130**).

Le matériau

Le matériau retenu est un enrobé très courant, un béton bitumineux semi-grenu **BBSG 0/10** (suivant la norme **NF P 98-130**), ayant la composition suivante (fig. 2) :

> 6/10	Noubleau	37,5 %
> 2/6	Noubleau	28 %
> 0/2	Noubleau	32 %
> Filler	Piketty	2,5 %
> Bitume 50/70		5,6 %

La teneur en bitume est fixée à 5,6 %. Le bitume n'est pas fourni, seul le grade 50/70 est imposé.

Les fines d'apport ont été fournies par les établissements Piketty, conditionnées en sachets de 1 kg.

Les granulats 0/2, 2/6, 6/10 proviennent des carrières de la Noubleau. Ils ont été préparés et conditionnés à la carrière. L'homogénéité de chaque fraction sur l'ensemble de la livraison a été vérifiée en ce qui concerne la masse volumique et la granularité.

Sur le 6/10, par exemple, la masse volumique varie entre 2,83 et 2,84 g/cm³ (huit déterminations réparties sur le stock). À titre indicatif, la répétabilité de l'essai est de 0,025 g/cm³.

La masse volumique du mélange a été calculée par le laboratoire responsable des essais et, par conséquent, la masse de matériaux à soumettre à essai a été fixée à 7 793 g par éprouvette.

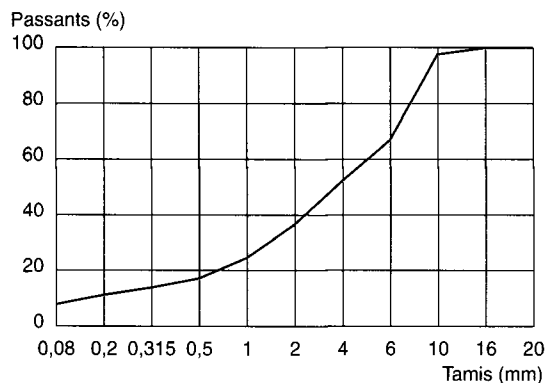


Fig. 2 - Courbe granulométrique du mélange.

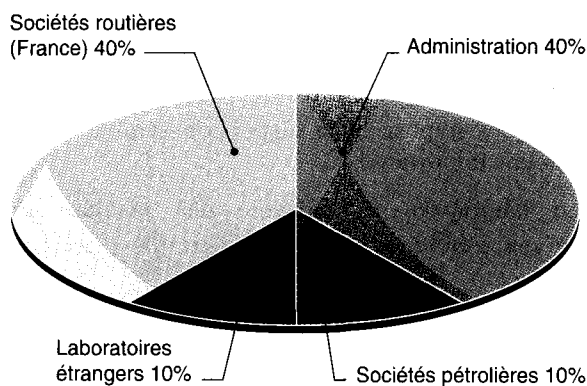


Fig. 3 - Répartition des laboratoires participant à l'expérience.

Sélection des laboratoires pour l'expérience d'exactitude

Parmi les laboratoires candidats à l'expérience préalable d'exactitude, la Commission de normalisation a procédé à un tirage au sort représentatif de la population des laboratoires pratiquant l'essai.

Le tirage au sort a eu lieu le 22 mars 1996 lors d'une séance plénière de la Commission de normalisation *Essais relatifs aux chaussées*.

Les quantités de matériaux disponibles ont permis d'approvisionner vingt laboratoires répartis de la manière suivante :

- > Laboratoires d'entreprises routières : 8
- > Laboratoires de l'Administration : 8*
- > Laboratoires étrangers : 2**
- > Laboratoires de sociétés pétrolières : 2

Cette répartition (fig. 3) est représentative des estimations de la population d'utilisateurs actuels.

* Un des laboratoires de cette catégorie dispose de deux modèles différents de machines d'essais de laboratoire. Ce laboratoire a réalisé deux fois l'expérience.

** À la suite de difficultés sur la machine d'essais, un des laboratoires n'a pas été en mesure de fournir les résultats avant la date limite (même après aménagement particulier de cette date).

Analyse statistique de l'expérience Pourcentage de vides à soixante girations

Résultats d'essai d'origine

Les résultats d'essai d'origine pour le pourcentage de vides à soixante girations (V60.n, n étant le numéro de la réplique) sont récapitulés dans les formulaires A, B, C (tableaux I, II et III) (fig. 2 de la norme ISO 5725-2, 1994).

Les valeurs des formulaires A et B ont été reportées sur les figures 4 et 5. Sur ces graphiques, les valeurs trouvées pour les laboratoires R₁₀ et A₂ paraissent suspectes, respectivement anormalement basses et anormalement élevées.

Le laboratoire E₁ n'a pas respecté le nombre de répliques imposé et la dispersion semble relativement importante.

Le laboratoire P₁ présente des résultats en moyenne élevés et une réplique semble « isolée ».

TABLEAU I
Formulaire A - Recueil des données d'origine

Indice i du labora- toire	Code du labora- toire	Pourcentage de vides à 60 girations			
		Réplique 1	Réplique 2	Réplique 3	Réplique 4
		(%)	(%)	(%)	(%)
1	P ₁	12,50	12,60	13,10	12,50
2	P ₂	12,00	12,00	12,80	11,30
3	E ₁	10,50	11,40	11,50	-
4	R ₁	11,80	11,40	12,30	12,10
5	R ₃	11,90	11,50	11,00	11,80
6	R ₄	12,30	12,60	12,70	12,20
7	R ₆	11,50	11,50	11,80	11,80
8	R ₇	12,20	12,40	12,10	12,40
9	R ₈	12,40	12,30	12,10	11,80
10	R ₉	11,20	11,40	11,10	11,80
11	R ₁₀	10,10	10,20	10,50	10,40
11b	A ₂	13,10	13,10	13,10	14,10
12	A ₃	12,20	11,60	12,00	12,10
13	A ₆	11,20	11,10	12,00	10,80
14	A ₇	11,80	12,00	12,10	11,90
15	A ₈	12,10	12,70	11,90	12,40
16	A ₉	11,60	11,60	11,30	11,30
17	A _{12b}	11,50	11,70	11,80	11,70
18	A _{12p}	11,80	11,70	12,10	12,60
19	A ₁₃	11,90	11,80	12,20	12,50

TABLEAU II
Formulaire B - Recueil des moyennes

Indice i du laboratoire	Code du laboratoire	Pourcentage de vides moyen à 60 girations (%)
1	P ₁	12,68
2	P ₂	12,03
3	E ₁	11,13
4	R ₁	11,90
5	R ₃	11,55
6	R ₄	12,45
7	R ₆	11,65
8	R ₇	12,28
9	R ₈	12,15
10	R ₉	11,38
11	R ₁₀	10,30
11b	A ₂	13,35
12	A ₃	11,98
13	A ₆	11,28
14	A ₇	11,95
15	A ₈	12,28
16	A ₉	11,45
17	A _{12b}	11,68
18	A _{12p}	12,05
19	A ₁₃	12,10

TABLEAU III
Formulaire C - Recueil des mesures
de dispersion intracellule

Indice i du laboratoire	Code du laboratoire	Dispersion à 60 girations
1	P ₁	0,21
2	P ₂	0,39
3	E ₁	0,42
4	R ₁	0,30
5	R ₃	0,30
6	R ₄	0,20
7	R ₆	0,15
8	R ₇	0,13
9	R ₈	0,20
10	R ₉	0,23
11	R ₁₀	0,15
11b	A ₂	0,38
12	A ₃	0,19
13	A ₆	0,36
14	A ₇	0,10
15	A ₈	0,28
16	A ₉	0,15
17	A _{12b}	0,09
18	A _{12p}	0,30
19	A ₁₃	0,25

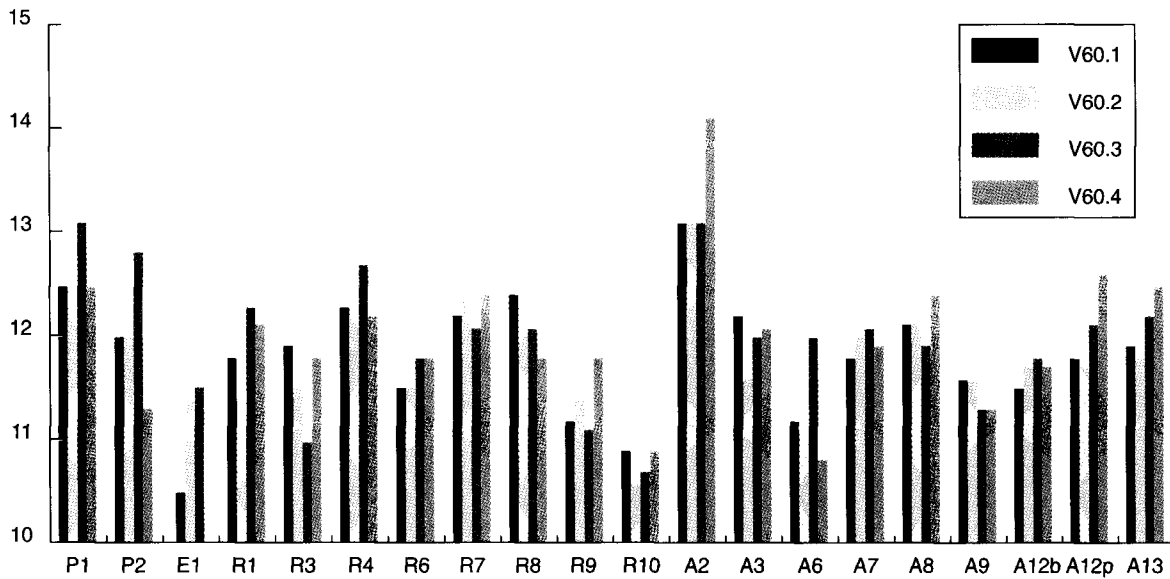


Fig. 4 - Recueil des données d'origine.

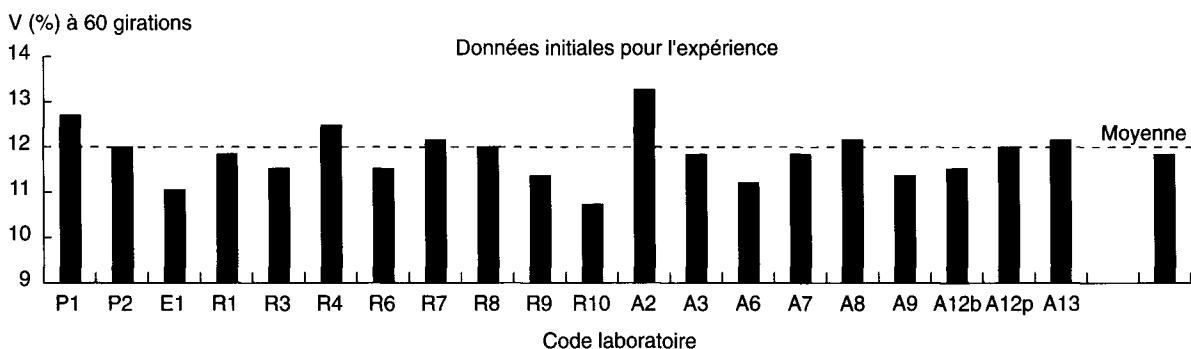


Fig. 5 - Recueil des moyennes.

Examen des résultats pour la cohérence et les valeurs aberrantes (paragraphe 7.3 de la norme ISO 5725-2)

La statistique de cohérence inter-laboratoires h (table de Mandel) a été calculée et reportée sur la figure 6.

Les lignes horizontales, correspondant à la valeur des indicateurs de Mandel, ont été tracées (seuils de 5 % et seuil de 1 %).

Au seuil de 5 %, les deux laboratoires R₁₀ et A₂ sont suspects. Au seuil de 1 %, R₁₀ est considéré comme aberrant, A₂ est en limite.

Recherche d'explication

Les laboratoires R₁₀ et A₂ ont été invités à refaire l'expérience, de manière à détecter une erreur de

manipulation ou un défaut d'homogénéité des matériaux fournis. Les résultats de cette expérience confirment les résultats initiaux (cependant, R₁₀ « améliorait » légèrement le résultat, mais restait critique vis-à-vis du test h de Mandel). Le facteur matériau n'est pas en cause. D'autres hypothèses sont à envisager. Il a été décidé d'écarter les laboratoires A₂ et R₁₀ de l'exploitation. Ces décisions ont été rapportées à la Commission de normalisation.

Le graphique k de Mandel (fig. 7) montre une grande variabilité d'essais pour les laboratoires P₂ et E₁ (excès au seuil de 5 %), sans toutefois atteindre les valeurs critiques à 1 %.

P₂ et E₁ ont été conservés pour la suite de l'analyse.

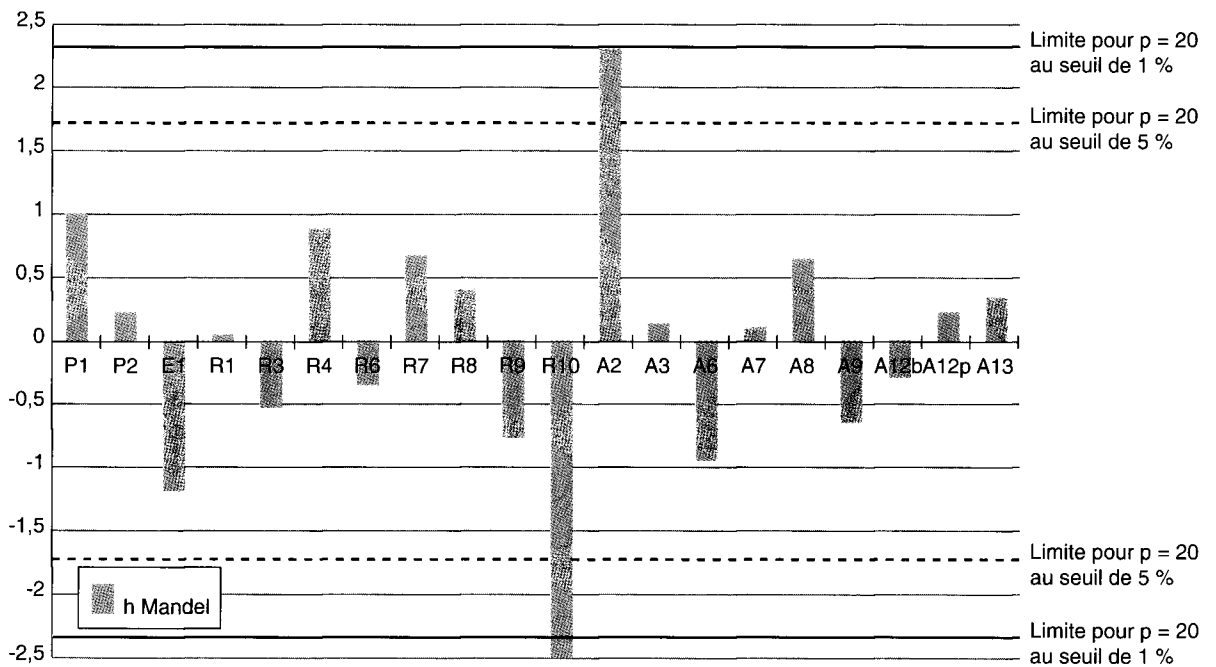


Fig. 6 - Valeur de l'indicateur h de Mandel calculé sur les données initiales.

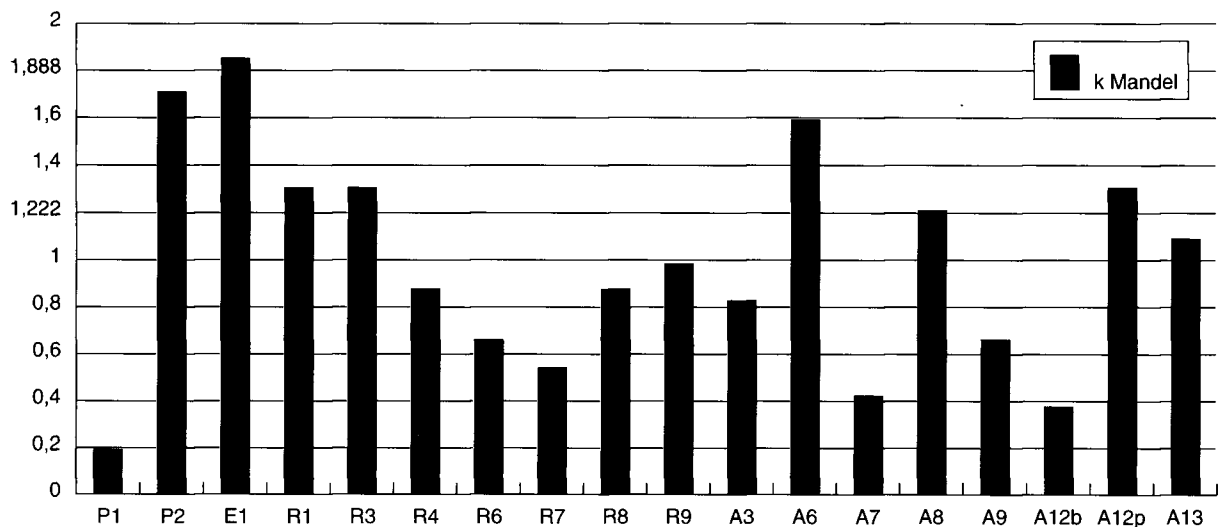


Fig. 7 - Indicateur k de Mandel.

Valeur critique de k : 1,89
au niveau de signification 1 %,
pour p = 20 et n = 4

Techniques numériques pour valeurs aberrantes

Le test de Cochran sur les résultats d'essai des dix-huit laboratoires ne conduit pas à des valeurs isolées ou aberrantes.

Les tests de Grubbs ne conduisent pas à des valeurs isolées ou aberrantes.

En complément, le nombre de répliques n'étant pas parfaitement équilibré (trois pour E₁, quatre en général), il a été appliqué un test de Dixon (conduisant au formulaire A *Données corrigées*).

Répétabilité - Reproductibilité

À partir du formulaire A *Données corrigées* du tableau IV, les calculs (tableau V) fournissent une répétabilité r = 0,950 % et une reproductibilité R = 1,384 %, en valeurs absolues.

TABLEAU IV
Formulaire A - Recueil des données d'origine -
Données corrigées

Indice i du labora- toire	Code du labora- toire	Pourcentage de vides à 60 girations			
		Réplique 1	Réplique 2	Réplique 3	Réplique 4
		(%)	(%)	(%)	(%)
1	P ₁	12,50	12,60	13,1*	12,50
2	P ₂	12,00	12,00	12,80	11,30
3	E ₁	10,50	11,40	11,50	-
4	R ₁	11,80	11,40	12,30	12,10
5	R ₃	11,90	11,50	11,00	11,80
6	R ₄	12,30	12,60	12,70	12,20
7	R ₆	11,50	11,50	11,80	11,80
8	R ₇	12,20	12,40	12,10	12,40
9	R ₈	12,40	12,30	12,10	11,80
10	R ₉	11,20	11,40	11,10	11,80
12	A ₃	12,20	11,60	12,00	12,10
13	A ₆	11,20	11,10	12,00	10,80
14	A ₇	11,80	12,00	12,10	11,90
15	A ₈	12,10	12,70	11,90	12,40
16	A ₉	11,60	11,60	11,30	11,30
17	A _{12b}	11,50	11,70	11,80	11,70
18	A _{12p}	11,80	11,70	12,10	12,60
19	A ₁₃	11,90	11,80	12,20	12,50

* donnée éliminée au test de Dixon.

Le pourcentage de vides à soixante girations, objet du calcul de répétabilité, reproductibilité du tableau V correspond au résultat de l'essai PCG le plus utilisé, notamment pour les spécifications des normes de produit. D'autres résultats de l'essai sont d'utilisation moins fréquente. Cependant, le calcul d'exactitude a été effectué et les résultats sont exposés dans les annexes 1 et 2.

Conclusion

L'expérience s'est déroulée correctement, avec un nombre de laboratoires relativement important (vingt pour quatorze prévus au minimum). Le nombre de laboratoires éliminés lors du traitement statistique reste faible (deux pour vingt). Les granulats fournis pour cette expérience sont très homogènes et le facteur « matériau » intervient très peu sur le résultat.

Les valeurs de r et R déterminées pour le pourcentage de vides à soixante girations sont voisines de celles attendues. Elles semblent meilleures que les valeurs obtenues lors de la précédente expérience. Il est cependant difficile de comparer les données, à cause des différences importantes dans les protocoles expérimentaux et dans les modes de traitement des données.

Les valeurs de r et R sont compatibles avec les spécifications figurant dans la norme NF P 98-130 relative à ce type de matériau. En effet, la prescription à soixante girations pour un BBSG 0/10 est de 4 % à 9 % de vides, cette étendue représente 3,6 fois la reproductibilité de l'essai. Ce résultat pourra être utile dans le cadre de la normalisation européenne.

TABLEAU V
Calcul de répétabilité et de reproductibilité
(données initiales et corrigées)

Modalité : pourcentage de vides à 60 girations			
Niveau : béton bitumineux semi-grenu 0/10 (BBSG 0/10)			
	Nombre de laboratoires considéré	18	18
	Paramètre	Valeurs brutes	Valeurs corrigées (test de Dixon)
y	Moyenne générale des résultats d'essai (exprimée en % de vides)	11,896	11,879
s _r	Écart type de répétabilité (exprimé en % de vides)	0,39	0,336
r	Répétabilité (exprimée en % de vides)	0,960	0,950
S _R	Écart type de reproductibilité (exprimé en % de vides)	0,508	0,489
R	Reproductibilité (exprimée en % de vides)	1,436	1,384

ANNEXE 1

Analyse statistique de l'expérience pour les autres niveaux de l'essai (dix et deux cents girations)

Pourcentage de vides à dix girations

La réplique n° 2 du laboratoire P₁ est déclarée aberrante au test de Dixon.

Le test de Cochran conduit à éliminer R₃ (trop grande variabilité), on obtient donc :

Nombre de laboratoires		18	17
		% de vide à 10 girations	
		Valeurs brutes	Valeurs corrigées
M	Moyenne globale	18,493	18,513
s _r	Écart type de répétabilité	0,415	0,313
r	Répétabilité 95 %	1,174	0,885
S _R	Écart type de reproductibilité	0,624	0,541
R	Reproductibilité 95 %	1,767	1,531

Pourcentage de vides à deux cents girations

La réplique n° 2 du laboratoire P₁ est déclarée aberrante au test de Dixon.

Les autres tests ne permettent pas de détecter de valeurs isolées ou aberrantes.

Nombre de laboratoires		18	17
		% de vide à 200 girations	
		Valeurs brutes	Valeurs corrigées
M	Moyenne globale	7,980	7,983
s _r	Écart type de répétabilité	0,364	0,366
r	Répétabilité 95 %	1,029	1,036
S _R	Écart type de reproductibilité	0,550	0,554
R	Reproductibilité 95 %	1,557	1,567

ANNEXE 2

Analyse statistique de l'expérience pour la pente K et l'ordonnée à l'origine V_1

L'évolution du pourcentage de vides en fonction du nombre de girations peut être exprimée par une relation du type :

$V (\%) = V_1 (\%) - K \log (\text{nombre de girations})$ pour des valeurs obtenues pour un nombre de girations compris entre vingt et deux cents girations.

Pente K

Le laboratoire P_1 est éliminé au test de Cochran.

Nombre de laboratoires		18	17
		Pente K	
		Valeurs brutes	Valeurs corrigées
M	Moyenne globale	3,497	3,473
s_r	Écart type de répétabilité	0,051	0,051
r	Répétabilité 95 %	0,144	0,143
S_R	Écart type de reproductibilité	0,133	0,085
R	Reproductibilité 95 %	0,376	0,240

Ordonnée à l'origine V_1 (%)

Nombre de laboratoires		18
		Ordonnée à l'origine
		Valeurs
M	Moyenne globale	26,17
s_r	Écart type de répétabilité	0,3942
r	Répétabilité 95 %	1,1157
S_R	Écart type de reproductibilité	0,8328
R	Reproductibilité 95 %	2,3568

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

NF P 98-130 (1991), *Enrobés hydrocarbonés - Couches de roulement et couches de liaison : bétons bitumineux semi-grenus*, AFNOR, décembre.

NF P 98-252 (1993), *Essais relatifs aux chaussées - Détermination du comportement au compactage des mélanges hydrocarbonés - Essai de compactage à la*

presse à cisaillement giratoire (PCG), AFNOR, décembre.

NF ISO 5725 (1994), *Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*, AFNOR, décembre.

ABSTRACT

An experiment to determine the precision of the giratory shear compactor

J.-L. DELORME

The giratory shear compaction test is a decisive test in the mix design of bituminous materials and its use in highway laboratories has greatly increased during the last two decades. The test method has been standardized and normative specifications have been drawn up for a large number of products. In addition our knowledge about the reproductibility R and the repeatability r has been updated using the method laid down in the NF ISO 5725 standard of 1994.

Twenty-six laboratories performed the preliminary tests, and twenty of these took part in the actual experiment. This related to the percentage of voids after 60 girations of a conventional rolling course bituminous concrete with four replica tests. After application of statistical tests, r and R were determined on the basis of the results from 18 laboratories. The values obtained ($r = 0.95$ and $R = 1.38$) take account of the method used to prepare the mix. These values are compatible with the specifications which feature in the standards for the product.