

Essai de fluage par flexion sur éprouvette de bitume à basse température Bending Beam Rheometer Essais inter-laboratoires

Francis MIGLIORI
Chef du service Chimie
Laboratoire régional des Ponts et Chaussées
d'Aix-en-Provence

Présentation

A. Ferraro MAIA
Société des pétroles Shell

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

RÉSUMÉ

Dans le cadre de la collaboration scientifique entre le LCPC et le Groupement professionnel des bitumes, il a été réalisé un essai inter-laboratoires sur un projet de mode opératoire utilisant le Bending Beam Rheometer. Six laboratoires ont participé à ces essais sur deux bitumes de grade 20/30 et 35/50.

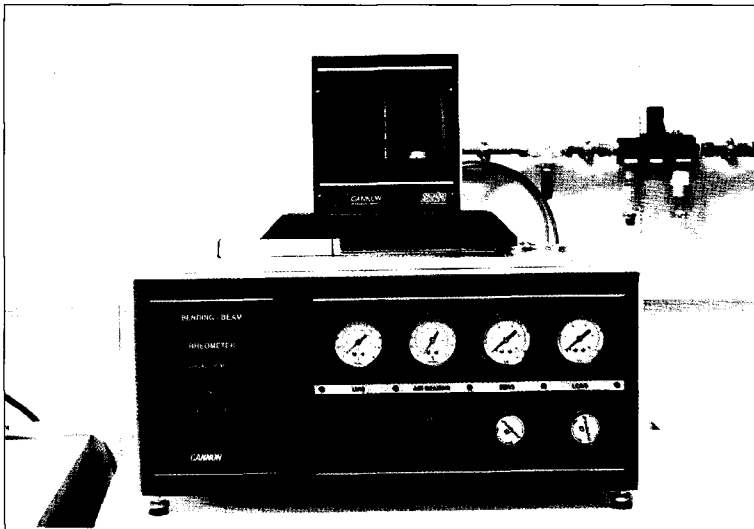
L'exploitation des résultats montre que pour la détermination de la température d'isomodule 300 MPa, de « m » et de la température pour $m = 0,300$ on peut se contenter de réaliser les essais à trois températures avec un pas de 6 °C, ceci sans pour autant avoir une dispersion plus importante entre les laboratoires. L'intervalle de confiance est un peu plus large pour les valeurs calculées à partir de trois essais. Les écarts des paramètres mesurés entre les différents laboratoires sont faibles et confirment la fiabilité de l'essai BBR pour caractériser le comportement à froid des liants routiers.

Ce travail a permis de proposer à l'AFNOR un projet de norme d'essai.

MOTS CLÉS : 31 - Chaussée (corps de) - Fluage - Éprouvette - Bitume - Essai - Température - Charge - Rhéomètre - Fissuration.

L'essai de flexion sur barreau de bitume (essai au Bending Beam Rheometer) mis au point dans le cadre du Strategic Highways Research Program aux États-Unis a montré tout son intérêt pour la détermination des caractéristiques rhéologiques des bitumes à basse température. Plusieurs laboratoires français étant dotés de l'équipement nécessaire pour réaliser cet essai, il est apparu nécessaire de réaliser des essais inter-laboratoires en vue de la mise au point d'une méthode d'essai et afin de préparer un essai d'exactitude qui permettrait de déterminer les caractéristiques de répétabilité et de reproductibilité.

L'étude a été faite sur des bitumes purs de classe 20/30 et 35/50, sélectionnés fin 1997 par le Groupement professionnel des bitumes (GPB). Après une phase de discussion du protocole d'essai proposé par le LRPC d'Aix-en-Provence à partir de son expérience, les essais ont été réalisés, courant 1998, dans cinq laboratoires de sociétés pétrolières et d'un laboratoire des Ponts et Chaussées. Ce travail, dont les résultats sont présentés dans l'article qui suit, a permis de proposer au Bureau de normalisation du pétrole un projet de texte pour la norme expérimentale AFNOR XP T 66-062.



La détermination des propriétés rhéologiques des liants hydrocarbonés aux basses températures est une voie pour estimer la possibilité d'occurrence de dégradations des chaussées par fissuration thermique. L'essai de fluage par flexion sur éprouvette de bitume à l'aide de l'appareil Bending Beam Rheometer (BBR) a été conçu aux États-Unis dans le cadre du programme stratégique de recherche sur les chaussées (SHRP) pour caractériser le comportement rhéologique des liants hydrocarbonés à basse température.

En effet, les essais existants dans ce domaine donnent des valeurs indicatives qui, d'une part, ne sont pas des mesures des propriétés intrinsèques du matériau et, d'autre part, sont mal reliées aux phénomènes de fissuration thermique.

Compte tenu de l'intérêt et de la qualité de cet essai, tels qu'ils ressortaient des résultats obtenus aux États-Unis, plusieurs laboratoires français ont fait l'acquisition d'un appareillage d'essai BBR (Photographie). Le LRPC d'Aix-en-Provence était l'un des premiers à être équipé en 1994. À la lumière des premières études réalisées [1] et du fait de la multiplication des laboratoires s'équipant en BBR, il est apparu nécessaire de mettre au point un protocole d'essai, puis de réaliser des comparaisons inter-laboratoires.

Ce sujet constituait l'une des actions du programme 1998 de recherche concertée décidé par le Laboratoire central des Ponts et Chaussées (LCPC) et le Groupement professionnel des bitumes (GPB).

L'étude a associé six laboratoires :

- BP Sunbury, Grande-Bretagne,
- ELF Centre de recherche Elf Solaize,
- ESSO Centre de recherche Mont-Saint-Aignan,
- SHELL Centre de recherche de Grand-Couronne,
- TOTAL Centre européen de recherche et technique de Gonfreville,
- LRPC d'Aix-en-Provence.

L'essai BBR

L'essai BBR permet d'étudier la déformation d'un barreau de bitume maintenu à température contrôlée sous l'action d'une charge constante appliquée en son milieu pendant 240 secondes. Les éprouvettes d'essai ont les dimensions suivantes :

- longueur : $127 \pm 0,5$ mm,
- largeur : $12,7 \pm 0,05$ mm,
- épaisseur : $6,3 \pm 0,05$ mm.

Le comportement en fluage est caractérisé par deux paramètres :

- ❶ le module en flexion $S(t)$,
- ❷ la pente « m » de la relation $\lg(S) = f(\lg(\text{temps de charge}))$

Dans la démarche retenue par le SHRP pour définir des spécifications sur les liants bitumineux [2], ces paramètres, mesurés pour un temps de charge de 60 secondes, servent à déterminer :

- la température pour laquelle le module de rigidité en flexion S est de 300 MPa, et la valeur de la pente « m » correspondante, qui décrit l'aptitude du liant à relaxer les contraintes,
- la température pour laquelle $m = 0,300$.

Le principe de l'essai est montré sur la figure 1.

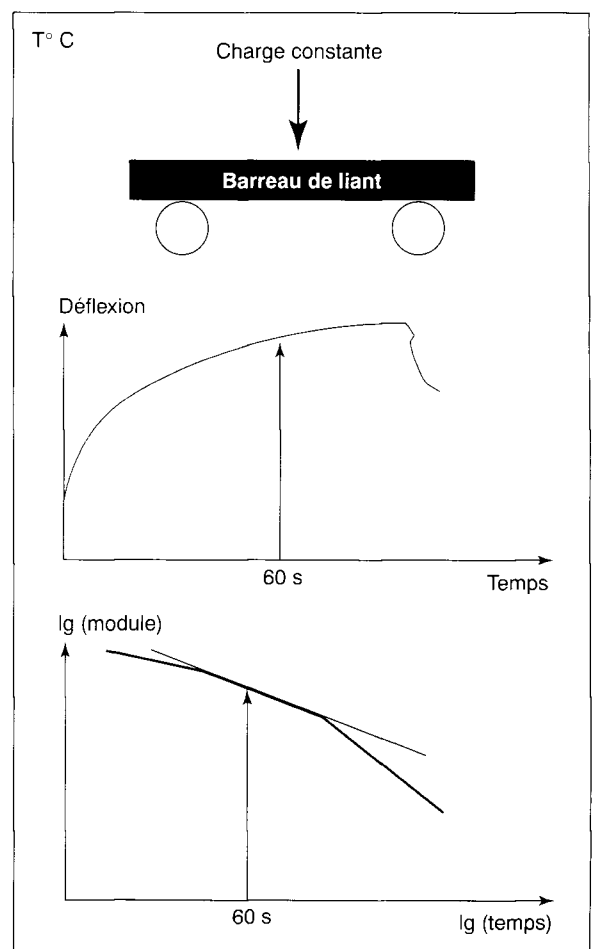


Fig. 1 - Principe de l'essai.

Le protocole d'essai

Le protocole d'essai proposé aux différents laboratoires a été rédigé à partir de la méthode « Test Method for Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder Using the Bending Beam Rheometer » (Projet ASTM) [3] et de l'étude faite au LRPC d'Aix-en-Provence [1].

➤ Écarts au projet ASTM [3]

Le protocole d'essai diffère, pour la préparation des échantillons, de la méthode P245 [3] qui précise que l'essai doit être réalisé dans un temps de quatre heures après la préparation des éprouvettes. Ce délai n'est pas conciliable avec la réalisation d'essais à plusieurs températures sans plusieurs phases de réchauffage de l'échantillon ; de plus, dans le cas de certains liants spéciaux ou modifiés polymères l'équilibre colloïdal ou l'état de recristallisation, n'est pas atteint après un repos de quatre heures. Dans notre protocole d'essai, les barreaux de bitume sont coulés la veille pour que les éprouvettes aient un temps de repos d'une nuit à la température ambiante du laboratoire si possible à 23 ± 2 °C. Les essais doivent être réalisés dans un délai maximum de vingt-quatre heures après coulage des échantillons. Le temps de conditionnement avant démoulage peut différer en fonction de l'utilisation d'une enceinte à basse température ou d'un bain cryogénique.

➤ Recherche du nombre de températures à tester

L'essai inter-laboratoires avait aussi pour objectif de confirmer le nombre de températures d'essais strictement nécessaire. La procédure SHRP propose en effet de faire des essais à trois températures avec un pas de 6 °C. Les études faites au LRPC d'Aix-en-Provence étaient conduites à cinq températures avec un pas de 3 °C. Il a donc été choisi de faire les essais sur deux éprouvettes de bitume à cinq températures avec un pas de 3 °C, et d'exploiter les résultats d'essais à partir des cinq températures mais aussi à partir des trois températures espacées de 6 °C.

Les résultats détaillés ont été fournis par chaque laboratoire participant aux essais ; l'exploitation pour déterminer les températures d'isomodule 300 MPa et d'isopente $m = 0,300$ a été faite à partir des courbes $\lg S = f(T)$ et $m = f(T)$ de tous les points expérimentaux en effectuant une régression linéaire dans la plage de température considérée.

Les courbes des figures 2 et 3 illustrent l'exploitation faite.

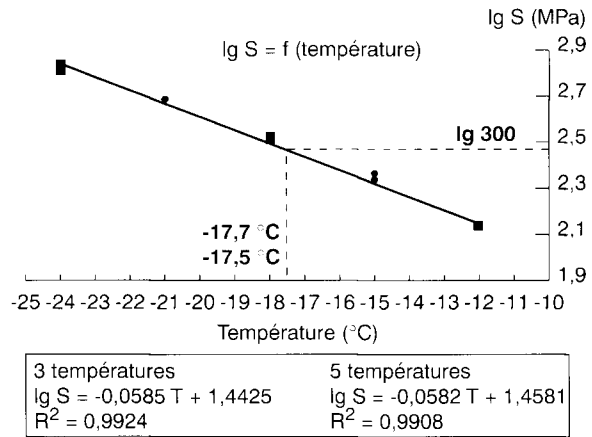


Fig. 2 - Exploitation pour obtenir la température d'isomodule pour laquelle $S = 300$ MPa.

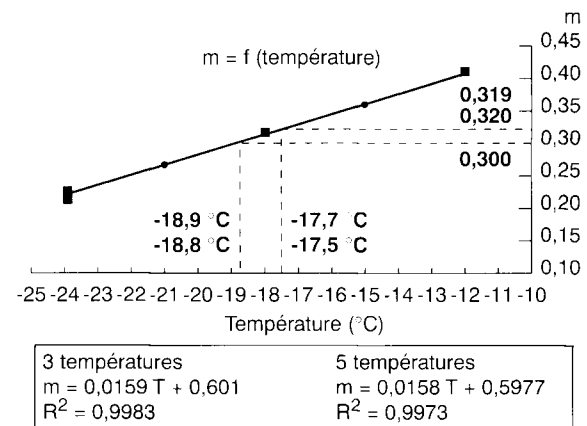


Fig. 3 - Exploitation pour obtenir le coefficient « m ».

Les liants

Les liants testés sont des bitumes purs, choisis par le Groupement professionnel des bitumes (GPB), de classe 20/30 et 35/50. Le GPB a assuré la répartition et la diffusion des échantillons à chaque laboratoire intervenant.

Résultats et analyse

Bitume 20/30 Référence G0597

Dans le tableau I sont donnés les résultats détaillés des valeurs de module S (en MPa) et les valeurs de « m » aux températures d'essais pour chaque laboratoire. Les moyennes et les écarts types calculés sur l'ensemble des laboratoires par température d'essai sont également notés dans le tableau I.

TABLEAU I
Résultats détaillés des mesures BBR

T °C	Module S (MPa)							m						
	Laboratoires							Laboratoires						
	1	2	3	4	5	6	x ± σ	1	2	3	4	5	6	x ± σ
- 6	87,3 84,5	91,8 92,8	91,8 96,7	95,0 97,0	97,8 92,4	102 93,7	93,6 ± 4,7	0,436 0,431	0,444 0,443	0,459 0,440	0,432 0,428	0,435 0,422	0,428 0,428	0,435 ± 0,01
- 9	138 138	142 143	148 152	151 148	152 157	145 145	146,6 ± 5,9	0,390 0,395	0,411 0,405	0,394 0,389	0,395 0,405	0,387 0,380	0,382 0,391	0,394 ± 0,009
- 12	232 239	223 216	234 241	240 230	244 253	228 220	233,3 ± 10,7	0,346 0,345	0,364 0,356	0,338 0,344	0,356 0,338	0,340 0,333	0,346 0,349	0,347 ± 0,01
- 15	330 326	348 342	340 381	357 352	385 368	341 332	350,2 ± 19,3	0,304 0,301	0,323 0,305	0,274 0,294	0,303 0,302	0,296 0,295	0,289 0,285	0,298 ± 0,01
- 18	496 493	513 513	552 527	524 554	517 496	468 460	509,4 ± 28,9	0,259 0,256	0,271 0,264	0,258 0,258	0,264 0,259	0,262 0,253	0,257 0,242	0,259 ± 0,007

On peut remarquer que la dispersion des résultats est faible, les coefficients de variation sont :
 - de l'ordre de 4 à 5,7 % pour les valeurs de module,
 - de l'ordre de 2,3 à 3,3 % pour les valeurs de « m ».

À partir des résultats unitaires, et non pas des moyennes, les régressions précisées dans le texte (fig. 2 et 3) ont été calculées pour déterminer les températures d'isomodule 300 MPa et les températures pour m = 0,300 à partir des cinq températures. Les résultats sont donnés dans le tableau II.

TABLEAU II
Résultats des essais BBR
à partir de cinq températures

	T _{300 MPa}	m	T _{m = 0,300}
Laboratoire 1	- 14,3 °C	0,312	- 15,1 °C
Laboratoire 2	- 14,2 °C	0,326	- 15,9 °C
Laboratoire 3	- 13,8 °C	0,315	- 14,7 °C
Laboratoire 4	- 13,9 °C	0,321	- 15,3 °C
Laboratoire 5	- 13,8 °C	0,315	- 14,8 °C
Laboratoire 6	- 14,4 °C	0,303	- 14,6 °C
Moyenne	- 14,1 °C	0,315	- 15,1 °C
Écart type	0,27	0,008	0,48
Coefficient de variation	1,9 %	2,5 %	3,2 %

Les essais à cinq températures avec un pas de 3 °C donnent une plage de variation pour :

- les températures d'isomodule 300 MPa de - 13,8 à - 14,4 °C,
- les températures d'isopente pour m = 0,300 de - 14,6 à - 15,9 °C,
- le paramètre m de 0,303 à 0,326.

Les grandeurs précédentes ont également été déterminées à partir des valeurs obtenues pour les trois températures suivantes : - 6, - 12 et - 18 °C. Les résultats correspondants figurent dans le tableau III.

TABLEAU III
Résultats des essais BBR
à partir de trois températures

	T _{300 MPa}	m	T _{m = 0,300}
Laboratoire 1	- 14,3 °C	0,314	- 15,2 °C
Laboratoire 2	- 14,2 °C	0,324	- 15,9 °C
Laboratoire 3	- 13,8 °C	0,321	- 15,1 °C
Laboratoire 4	- 13,9 °C	0,320	- 15,3 °C
Laboratoire 5	- 13,8 °C	0,313	- 14,8 °C
Laboratoire 6	- 14,5 °C	0,304	- 14,8 °C
Moyenne	- 14,1 °C	0,316	- 15,3 °C
Écart type	0,28	0,007	0,41
Coefficient de variation	2,0 %	2,2 %	2,7 %

La comparaison des valeurs de ces deux tableaux permet de conclure qu'il y a similitude des résultats calculés à partir des mesures expérimentales réalisées à cinq températures et à trois températures. Les moyennes, écarts types et coefficients de variation sont quasi identiques.

Bitume 35/50 Référence G0541

La même démarche a été suivie avec le bitume 35/50, les résultats détaillés de chaque laboratoire ainsi que les moyennes et les écarts types par température d'essai sont donnés dans le tableau IV.

TABEAU IV
Résultats détaillés des mesures BBR

T °C	Module S (MPa)							m						
	Laboratoires							Laboratoires						
	1	2	3	4	5	6	x ± σ	1	2	3	4	5	6	x ± σ
- 12	132	129	141	139	134	132	136	0,411	0,406	0,393	0,414	0,411	0,395	0,407
	137	138	139	134	139	134	± 3,7	0,413	0,408	0,412	0,417	0,414	0,386	± 0,01
- 15	220	198	218	221	221	213	216	0,357	0,365	0,341	0,359	0,351	0,344	0,354
	227	214	201	216	230	208	± 9,6	0,356	0,366	0,349	0,365	0,359	0,338	± 0,01
- 18	331	325	319	325	359	348	342	0,312	0,323	0,293	0,329	0,309	0,297	0,312
	342	341	362	346	371	333	± 16,2	0,309	0,319	0,312	0,329	0,309	0,302	± 0,01
- 21	478	475	470	500	519	492	507	0,265	0,279	0,255	0,272	0,264	0,257	0,263
	503	503	528	580	535	506	± 30,5	0,262	0,273	0,268	0,250	0,253	0,254	± 0,009
- 24	651	674	579	740	669	659	667	0,223	0,238	0,214	0,219	0,237	0,210	0,222
	704	698	659	-	654	646	± 40,6	0,219	0,236	0,211	-	0,228	0,211	± 0,01

La dispersion des résultats expérimentaux est acceptable, il faut préciser que le laboratoire n° 3 a fourni quatre valeurs par température et que le choix aléatoire des résultats pénalise sa répétabilité et l'ensemble de l'interprétation ; les coefficients de variation sont :

- de l'ordre de 2,7 à 6,1 % pour les valeurs de module,
- de l'ordre de 2,5 à 4,5 % pour les valeurs de « m ».

Ces valeurs permettent de déterminer les températures d'isomodule 300 MPa et d'isopente pour m = 0,300 à partir des cinq températures. Les résultats sont donnés dans le tableau V.

TABEAU V
Résultats des essais BBR
à partir de cinq températures

	T _{300 MPa}	m	T _{m = 0,300}
Laboratoire 1	- 17,5 °C	0,320	- 18,8 °C
Laboratoire 2	- 17,7 °C	0,328	- 19,5 °C
Laboratoire 3	- 17,6 °C	0,311	- 18,3 °C
Laboratoire 4	- 17,3 °C	0,329	- 19,0 °C
Laboratoire 5	- 17,3 °C	0,324	- 18,9 °C
Laboratoire 6	- 17,6 °C	0,305	- 18,0 °C
Moyenne	- 17,5 °C	0,320	- 18,8 °C
Écart type	0,17	0,01	0,53
Coefficient de variation	1,0 %	3,0 %	2,8 %

Dans ces conditions, on obtient une plage de variation pour :

- les températures d'isomodule 300 MPa de - 17,3 à - 17,7 °C,
- les températures d'isopente pour m = 0,300 de - 18,0 à - 19,5 °C,
- le paramètre m de 0,305 à 0,329.

À partir de ces essais l'exploitation des résultats a été reprise en prenant les trois températures suivantes, - 12 °C, - 18 °C et - 24 °C. Les résultats sont consignés dans le tableau VI.

Ici encore, la comparaison des résultats calculés à partir de cinq et trois températures conduit à des valeurs de T_{300 MPa}, « m » et T_{m = 0,300} quasi identiques.

TABEAU VI
Résultats des essais BBR
à partir de trois températures

	T _{300 MPa}	m	T _{m = 0,300}
Laboratoire 1	- 17,7 °C	0,319	- 18,9 °C
Laboratoire 2	- 17,7 °C	0,326	- 19,5 °C
Laboratoire 3	- 17,8 °C	0,309	- 18,4 °C
Laboratoire 4	- 17,5 °C	0,330	- 19,3 °C
Laboratoire 5	- 17,5 °C	0,325	- 19,2 °C
Laboratoire 6	- 17,8 °C	0,304	- 18,0 °C
Moyenne	- 17,7 °C	0,319	- 18,9 °C
Écart type	0,14	0,01	0,58
Coefficient de variation	0,8 %	3,1 %	3,1 %

Intervalle de confiance au seuil de probabilité 95 %

L'étude statistique permet de connaître l'intervalle de confiance défini comme étant les limites entre lesquelles se trouve la valeur vraie de la moyenne des paramètres BBR considérés au seuil de probabilité choisi de 95 %. Le nombre d'éprouvettes testées, bien qu'insuffisant, permet de définir des ordres de grandeur. Les calculs ont été faits avec la méthode décrite par Michel Neuilly [4]. La synthèse des résultats est donnée dans les tableaux VII et VIII pour les deux bitumes testés.

TABLEAU VII
Bitume 20/30 Référence G0597
Intervalle de confiance au seuil de probabilité 95 %

Laboratoires	Nombre de températures	Intervalle de confiance $T_{300 \text{ MPa}}$ (°C)	Intervalle de confiance m	Intervalle de confiance $T_{m = 0,300}$ (°C)
Laboratoire 1	5	± 0,95	± 0,006	± 0,40
Laboratoire 2	5	± 0,25	± 0,017	± 1,16
Laboratoire 3	5	± 0,7	± 0,032	± 2,0
Laboratoire 4	5	± 0,4	± 0,018	± 1,25
Laboratoire 5	5	± 1,1	± 0,013	± 0,95
Laboratoire 6	5	± 0,56	± 0,013	± 0,89
Laboratoire 1	3	± 1,6	± 0,006	± 0,40
Laboratoire 2	3	± 0,25	± 0,016	± 1,05
Laboratoire 3	3	± 0,8	± 0,036	± 2,35
Laboratoire 4	3	± 0,7	± 0,021	± 1,5
Laboratoire 5	3	± 1,6	± 0,022	± 1,55
Laboratoire 6	3	± 0,61	± 0,013	± 0,89

TABLEAU VIII
Bitume 35/50 Référence G0541
Intervalle de confiance au seuil de probabilité 95 %

Laboratoires	Nombre de températures	Intervalle de confiance $T_{300 \text{ MPa}}$ (°C)	Intervalle de confiance m	Intervalle de confiance $T_{m = 0,300}$ (°C)
Laboratoire 1	5	± 1,1	± 0,009	± 0,6
Laboratoire 2	5	± 0,95	± 0,006	± 0,4
Laboratoire 3	5	± 1,8	± 0,022	± 1,5
Laboratoire 4	5	± 1,0	± 0,024	± 1,5
Laboratoire 5	5	± 1,7	± 0,023	± 1,5
Laboratoire 6	5	± 1,0	± 0,007	± 0,5
Laboratoire 1	3	± 1,6	± 0,011	± 0,7
Laboratoire 2	3	± 1,4	± 0,005	± 0,4
Laboratoire 3	3	± 2,6	± 0,029	± 1,9
Laboratoire 4	3	± 1,1	± 0,025	± 1,5
Laboratoire 5	3	± 2,6	± 0,025	± 1,75
Laboratoire 6	3	± 1,2	± 0,004	± 0,4

Conclusions

Dans le cadre des actions concertées LCPC/GPB six laboratoires ont réalisés des essais d'inter-comparaison pour évaluer l'essai BBR (fluage par flexion sur éprouvette de bitume) sur deux bitumes de classe 20/30 et 35/50.

Si l'objectif est de déterminer les valeurs de température d'isomodule ou de pente de fluage « m » comme dans les spécifications SHRP, les résultats permettent de conclure qu'il est possible de réaliser les essais à seulement trois tem-

pératures, ce qui permet de réduire notablement la procédure d'essai sans pour autant avoir des dispersions plus importantes entre les laboratoires comme le montre les plages de températures ci-après.

Pour le bitume 20/30 les paramètres obtenus sont dans les intervalles suivants :

- $T_{300 \text{ MPa}}$ de - 13,8 à - 14,5 °C,
- $T_{m = 0,300}$ de - 14,6 à - 15,9 °C,
- m de 0,303 à 0,326 pour cinq températures, et de 0,304 à 0,324 pour trois températures.

Pour les bitumes 35/50 les écarts sont les suivants :

– $T_{300 \text{ MPa}}$ de $-17,3$ à $-17,7$ °C pour cinq températures, et pour trois températures de $-17,5$ à $-17,8$ °C,

– $T_{m = 0,300}$ de $-18,0$ à $-19,5$ °C pour cinq et trois températures,

– m de $0,311$ à $0,329$ pour cinq températures, et de $0,309$ à $0,330$ pour trois températures.

L'étude statistique de l'intervalle de confiance au seuil de probabilité de 95 % montre quelques différences entre les laboratoires ; l'intervalle de confiance est un peu plus large pour les valeurs calculées à partir de trois essais. Cette observation ne semble pas remettre en cause la réduction du nombre d'essais, mais devra être confirmée avec un essai étendu à d'autres laboratoires.

Cet ensemble de résultats confirme ceux obtenus antérieurement sur d'autres liants [5]. Les écarts entre les laboratoires sont très largement inférieurs à la reproductibilité de l'essai FRAASS, qui est de 6 °C dans le projet de norme CEN.

Ce travail a permis l'élaboration d'un projet de norme d'essai instruit par l'AFNOR sous la référence XP T 66-062.

— RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES —

- [1] MIGLIORI F., DALIGAULT A., MOLINENGO J.-C. (1996), Étude du comportement à basse température des bitumes routiers. Application du Bending Beam Rheometer. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **202**, pp. 11-24.
- [2] AASHTO MPI Standard Specification for Performance Graded Binder.
- [3] *Test method for determining the flexural creep stiffness of asphalt binder using the Bending Beam Rheometer (BBR)*, Draft Revision as Submitted for balloting to ASTM, October 1998.
- [4] NEUILLY M., Modélisation et estimation des erreurs de mesures.
- [5] CLAXTON M., LESAGE J., MIGLIORI F., SANTAGATA E. (1995), Bending Beam Rheometer : Comparaison de résultats inter-laboratoires pour une série de liants bitumineux, *Revue générale des routes et autoroutes*, **735**.

Remerciements

L'auteur remercie les laboratoires qui ont participé à l'essai et Jean Peybernard (LCPC) pour l'exploitation des statistiques.

ABSTRACT

Inter-laboratory low temperature tests on a bitumen sample using a Bending Beam Rheometer

F. MIGLIORI

In the framework of scientific collaboration between the LCPC and the GPB (Groupement professionnel des bitumes) an inter-laboratory test was conducted of a proposed measurement procedure using the Bending Beam Rheometer. Six laboratories were involved in the tests on two bitumens with penetration grades of 20/30 and 35/50.

From the results it was apparent that conducting three tests separated by 6 °C was sufficient to determine the 300 MPa isomodulus temperature, the m -value and the temperature at which $m = 0.300$ and did not result in greater dispersion between the results from different laboratories. The confidence interval was slightly higher for the values calculated from the three tests. The differences in the parameters measured in the different laboratories were small, confirming the reliability of the BBR test as a means of characterizing road binders at low service temperatures.

As a result of this work a draft standard has been submitted to AFNOR.