



Vieillissement thermique des enrobés bitumineux en laboratoire

**Incidence sur les caractéristiques rhéologiques et
mécaniques lors de la fabrication et/ou du
réchauffage en laboratoire**

Thermische Alterung von Asphalt im Labor

Asphalt thermal ageing in laboratory

**École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)
Laboratoire des voies de circulation (LAVOC)**

**Prof. A.-G. Dumont
M. Pittet**

**Mandat de recherche VSS 2000/434 sur demande de
l'Office Fédéral des Routes (OFROU)**

Der Inhalt dieses Berichtes verpflichtet nur den (die) vom Bundesamt für Strassen beauftragten Autor(en). Dies gilt nicht für das Formular 3 "Projektabschluss", welches die Meinung der Begleitkommission darstellt und deshalb nur diese verpflichtet.

Bezug: Schweizerischer Verband der Strassen- und Verkehrsfachleute (VSS)

Le contenu de ce rapport n'engage que l' (les) auteur(s) mandaté(s) par l'Office fédéral des routes. Cela ne s'applique pas au formulaire 3 "Clôture du projet", qui représente l'avis de la commission de suivi et qui n'engage que cette dernière.

Diffusion : Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

Il contenuto di questo rapporto impegna solamente l' (gli) autore(i) designato(i) dall'Ufficio federale delle strade. Ciò non vale per il modulo 3 «conclusione del progetto» che esprime l'opinione della commissione d'accompagnamento e pertanto impegna soltanto questa.

Ordinazione: Associazione svizzera dei professionisti della strada e dei trasporti (VSS)

The content of this report engages only the author(s) commissioned by the Federal Roads Office. This does not apply to Form 3 'Project Conclusion' which presents the view of the monitoring committee.

Distribution: Swiss Association of Road and Transportation Experts (VSS)



Vieillissement thermique des enrobés bitumineux en laboratoire

**Incidence sur les caractéristiques rhéologiques et
mécaniques lors de la fabrication et/ou du
réchauffage en laboratoire**

Thermische Alterung von Asphalt im Labor

Asphalt thermal ageing in laboratory

**École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)
Laboratoire des voies de circulation (LAVOC)**

**Prof. A.-G. Dumont
M. Pittet**

**Mandat de recherche VSS 2000/434 sur demande de
l'Office Fédéral des Routes (OFROU)**

Impressum

Service de recherche et équipe de projet

Direction du projet

André-Gilles Dumont

Membres

Michel Pittet

Dr Thierry Pucci

Dr Claude Grimm

Marc-Antoine Fénart

Commission d'experts responsable

Commission d'experts 5.09 : Essais sur mélanges bitumineux

Commission de suivi

Président

Christian Angst

Membres

Rémy Gubler

Yvan Ramel

Max Seeberger

Felix Solcà

Auteur de la demande

Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

Source

Le présent document est téléchargeable gratuitement sur <http://www.mobilityplatform.ch>.

Table des matières

	Impressum	4
	Résumé	7
	Zusammenfassung	8
	Summary	9
1	Introduction	10
1.1	Problématique	10
1.2	Orientation donnée par le centre de recherche	10
1.3	Situation de la normalisation	11
1.4	État de l’art	12
1.4.1	Introduction sur l’étude du vieillissement thermique et historique	12
1.4.2	Description des phénomènes mis en œuvre	13
1.4.3	Etudes menées aux Etats-Unis : SHRP, SUPERPAVE et LTPP	15
1.4.4	Conséquences physiques et chimiques du vieillissement thermique	16
1.5	Objectifs du projet de recherche	17
1.6	Méthodologie – Programme	17
2	Résultats de l’étude exploratoire (A)	20
2.1	1ère expérimentation	20
2.2	2ème expérimentation	26
2.3	3ème expérimentation	29
2.4	Etude complémentaire sur l’orniérage	32
2.5	Etude complémentaire sur le module de rigidité	33
2.6	Indices représentatifs du vieillissement – Etude IRTF	36
2.6.1	Représentation graphique comparative de l’oxydation IO pour les différents traitements	38
2.6.2	Indice d’oxydation (IO)	40
2.6.3	Indice sulfoxyde (IS)	40
2.6.4	Evolution du ratio (IS/IO)	41
2.6.5	Indice longue chaîne (ILC)	42
2.6.6	Indice de ramification (IR)	42
2.6.7	Indice d’aliphaticité (IA)	43
2.6.8	Indice effet de bord 1 (IEB1) et indice effet de bord 2 (IEB2)	43
2.6.9	Incidences quant à la suite de l’étude	44
3	Résultats de l’étude d’approfondissement et de calibration (B)	45
4	Vérification et validation (C)	48
5	Conclusions	57
5.1	Implications pour la pratique	58
5.2	Effet sur la normalisation. Propositions pour l’adaptation des normes	58
5.3	Propositions pour des recherches ultérieures	58
	Annexes	60
	Abréviations	77
	Bibliographie	79
	Clôture du projet	80
	Index des rapports de recherche en matière de route	84

Résumé

L'analyse et la comparaison de résultats d'essais menés en laboratoire sur des enrobés bitumineux ne doivent être effectuées que si les conditions et les caractéristiques de ces essais sont similaires.

Dans le cas de matériaux tels que les revêtements bitumineux, les laboratoires d'essais routiers leur appliquent, pour certains essais, un traitement thermique préalable qui modifie leurs caractéristiques mécaniques et intrinsèques. Ces différentes procédures de réchauffage mènent ainsi à des variations de résultats.

Tout d'abord, une description historique de par les études menées en la matière et des phénomènes physico-chimiques intervenants est proposée afin d'établir le contexte du vieillissement thermique des enrobés bitumineux en laboratoire.

La présente recherche consiste à décrire la situation normalisée actuelle au niveau suisse et européen et à mettre en évidence les lacunes existantes. Plusieurs études ont été réalisées dans ce sens : une étude exploratoire menée hors mandat qui a permis de décrire et comprendre les divers paramètres influents sur l'évolution du vieillissement thermique par la comparaison entre différents types de liants et de diverses procédures de réchauffage, une étude d'approfondissement et de calibration axée sur trois procédures de réchauffage avec notamment l'utilisation d'une étuve sous atmosphère d'azote et finalement une phase de vérification et de calibration qui permet de valider, au moyen d'essais représentatifs, la procédure de réchauffage proposée.

Cette nouvelle méthodologie de réchauffage adaptée aux laboratoires routiers leur permet de mieux maîtriser la répétabilité et la reproductivité des essais et ainsi d'obtenir des résultats probants et proches des conditions rencontrées en centrale.

Au futur, des études et essais complémentaires permettraient de décrire les limites de la méthode et de définir le cadre d'utilisation propre à la méthode.

Il est important de noter qu'étant donné la durée étendue sur laquelle la recherche a eu lieu, la nominalisation des procédures et des enrobés diffère d'une étude à l'autre mais également par rapport à celle des normes en vigueur au moment de la publication.

Zusammenfassung

Die Ergebnisse von Asphaltprüfungen können prinzipiell nur dann miteinander verglichen werden, wenn die Prüfbedingungen und –Abläufe harmonisiert wurden.

Im Strassenbaulabor werden Mischgutproben für verschiedene Prüfverfahren vorgängig erwärmt, was ihre Eigenschaften grundsätzlich verändern kann. Unterschiedliche Abläufe und Bedingungen im Temperierungsverfahren führen somit zu Unterschieden in den Prüfergebnissen.

Um einen Überblick über die Vorgänge während der thermischen Alterung von Asphaltbelägen im Labor zu erhalten, wurden vorerst bestehende Studien analysiert. Gleichzeitig wurden die physikalisch-chemischen Phänomene, welche an der Alterung beteiligt sind, systematisch gegliedert.

Das vorliegende Forschungsprojekt hat unter Anderem als Zielsetzung die aktuelle Normungssituation in der Schweiz und in Europa zu beschreiben, sowie Wissenslücken aufzuzeigen. Die Forschungsarbeit gliedert sich in verschiedene Studien: In einer Vorstudie, welche ausserhalb des Mandats zugeführt wurde, konnten die verschiedenen Einflussparameter der thermischen Alterung durch den Vergleich verschiedener Bitumenarten und verschiedener Temperierungsverfahren erfasst und beschrieben werden. In einer Vertiefungsstudie, bei welcher 3 Temperierungsverfahren (unter anderem mit Verwendung eines Ofens mit Stickstoffatmosphäre) untersucht wurden und in einer Kalibrierungsstudie in welcher das vorgeschlagene Temperierungsverfahren anhand repräsentativer Asphaltprüfungen validiert wurde.

Dieses neue, für Strassenbaulabor angepasste Temperierungsverfahren ermöglicht die Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit der Prüfungen zu verbessern und somit aussagekräftige Ergebnisse zu erzeugen. Zudem konnte erreicht werden, dass die thermische Alterung im Labor Veränderungen der mechanischen Eigenschaften bewirken, welche in einer ähnlichen Grössenordnung sind, wie sie bei der Asphaltherstellung in einer Aufbereitungsanlage auftreten.

Weitere Untersuchungen würden es erlauben die Grenzen des Verfahrens sowie dessen Anwendungsbereich präziser zu definieren.

Angesichts des längeren Zeitraums, welcher für die Durchführung des Forschungsprojektes benötigt wurde, ist es wichtig zu beachten, dass die Normalisierungen über die Prüfverfahren und die Asphaltbeläge für die einzelnen Studien unterschiedlich sind. Dies gilt ebenfalls für den Zeitpunkt der Veröffentlichung des Schlussrapportes.

Summary

The analysis and comparison of laboratory test results on asphalt mixtures must be performed only if the testing conditions and characteristics are comparable.

In the case of materials such as asphalt pavements, road laboratories apply, for some specific tests, a preliminary thermal treatment that impacts the asphalt mixture mechanical and intrinsic properties. These various reheating procedures consequently affect the final test results.

Existing studies were analyzed in a first phase, this in order to establish the context of asphalt pavements laboratory thermal ageing. Simultaneously, the physico-chemical phenomena that are involved in the thermal ageing were also studied.

The present research consists in describing the current standardization state in Switzerland and in Europe, and to highlight existing gaps. Thus, different studies have been carried out with a similar procedure: Firstly, an exploratory study that was conducted outside of the initial allowed the description and better comprehension of the various parameters influencing the thermal ageing, by comparing different types of bitumen and heating processes. Secondly, a deepening and calibration study, based on three heating processes, including in particular the uses of a nitrogen atmosphere oven. Finally a testing and calibration phase based on representative laboratory testing that aims at verifying the proposed reheating process.

This new reheating methodology, adapted to road laboratories, enables to better govern the repeatability and reproducibility of the tests, and thus obtain meaningful results in conditions comparable to asphalt mixing plant conditions.

Further studies and additional testing would allow describing the limits of the method and tuning the method context and conditions.

Given the longer period, which the research project lasted, it is important to note that the normalization of the test methods and the types of asphalt pavements differs for the individual studies and standards in effect at the time of publication.

1 Introduction

1.1 Problématique

La majorité des réseaux routiers sont constitués de revêtements bitumineux souples. Au cours du temps et sous l'effet combiné du trafic, des conditions climatiques et des traitements de surface (salage), ce matériau se rigidifie et ses propriétés mécaniques se dégradent.

Les laboratoires routiers qui caractérisent ces matériaux et en évaluent les performances réalisent des essais qui nécessitent de les réchauffer soit pour élaborer les échantillons soit pour les solliciter dans des conditions thermiques définies. Sous l'effet thermique du réchauffage, le bitume s'oxyde et ses caractéristiques rhéologiques et mécaniques s'en trouvent modifiées. Il a ainsi été constaté, lors des campagnes d'essais interlaboratoires "Robin" menés en Suisse, une grande variabilité dans les résultats des essais. L'association des laboratoires accrédités d'essais pour la construction routière a plusieurs fois mis en évidence l'incidence des procédures de réchauffage des échantillons comme cause principale des variations des résultats constatées. Une première harmonisation des procédures de traitement des échantillons a permis de diminuer les écarts de façon importante. Si pour les laboratoires accrédités, le cadre défini par l'assurance qualité permet de bien gérer la répétabilité, un besoin d'harmonisation des procédures existe pour bien gérer la reproductibilité entre laboratoires.

Les procédures de traitement figurant dans les normes suisses pour la fabrication et le réchauffage d'échantillons bitumineux en laboratoire ne sont pas décrites de façon univoque. Elles peuvent donc mener à des taux de vieillissement différents du liant selon la procédure appliquée et ainsi des propriétés différentes du matériau. L'exploitation des résultats d'essais peut être rendue difficile et quelques fois ne pas se situer du côté de la sécurité, sachant qu'un excès de réchauffage fausse les résultats des performances mécaniques ou intrinsèques.

La commission d'experts VSS 5.09 : Essais sur mélanges bitumineux chargée à l'époque des spécifications et engagée dans la normalisation européenne a relevé la nécessité d'approfondir les connaissances et elle a initié et suivi les travaux de recherche.

Les résultats obtenus par la présente étude ont été communiqués sous une forme brute aux experts engagés dans la normalisation et ceux-ci ont pu influencer favorablement les travaux d'élaboration des normes.

1.2 Orientation donnée par le centre de recherche

Au début de l'utilisation d'un four à micro-ondes pour le séchage des granulats destinés à l'essai Los Angeles, le Lavoc a mené une étude (Rapport de recherche VSS n° 180 – Actualisation de l'essai Los Angeles – Mandat de recherche 9/86) pour vérifier l'effet de cet équipement sur les performances mécaniques du matériau. Il en a été déduit que le four à micro-ondes semble ne pas présenter de contre-indications pour autant que le granulat ne soit pas poreux et ne comporte pas de matériaux ferreux.

Pour la présente recherche ont été utilisé :

- un four à micro-ondes industriel "Gigatherm" d'une puissance de 3000 Watts et d'un volume utile de 36 litres.
- une étuve (enceinte thermorégulée) "Heraeus" avec flux d'air, d'un volume de 650 litres et permettent un contrôle de température entre 20°C et 200°C.

1.3 Situation de la normalisation

Les procédures de fabrication, de maintien en température et de réchauffage sont décrites de manière très générale dans les normes en vigueur. Elles le sont déjà en 2002 pour les échantillons d'asphalte coulé et de mastic d'asphalte dans la norme SN 671970 "Enfoncement d'un poinçon à section plane (indentation)", dans laquelle sont définies de manière détaillée les conditions de traitement thermique.

La préparation de la normalisation européenne dans le domaine a nécessité que la Suisse apporte une contribution scientifique et technique. Au début de la recherche, seules les prénormes européennes abordaient ponctuellement l'aspect du traitement des échantillons en laboratoire entre autre dans les normes prEN 12697-28 "Préparation des échantillons pour détermination de la teneur en liant, la teneur en eau et la granularité" et prEN 12697-32 "Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 32 : Compactage en laboratoire de mélanges bitumineux par compacteur vibratoire".

Aujourd'hui encore, les normes européennes ne décrivent pas de manière exhaustive des procédures permettant de maîtriser complètement le traitement thermique des échantillons d'enrobé bitumineux en laboratoire. Ainsi, des précisions seront encore nécessaires dans le futur pour compléter en particulier la norme : EN 12697-28 / SN 670428 : "Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour enrobés à chaud – Partie 28 : Préparation des échantillons pour détermination de la teneur en liant, de la teneur en eau et de la granularité"

D'autres normes pourraient comporter des informations sur les procédures pour maîtriser le vieillissement thermique à savoir :

EN 12697-10 / SN 670410 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 10 : Compactabilité
EN 12697-22 / SN 670422-NA :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange d'hydrocarboné à chaud – Partie 22 : Essai d'orniérage
EN 12697-23 / SN 670423 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 23 : Détermination de la résistance à la traction indirecte des éprouvettes bitumineuses
EN 12697-24 / SN 670424 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 24 : Résistance à la fatigue
EN 12697-25 / SN 670425 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 25 : Essai de compression cyclique
EN 12697-26 / SN 670426 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange d'hydrocarboné à chaud – Partie 26 : Rigidité
EN 12697-30 / SN 670430 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 30 : Confection d'éprouvettes par compacteur à impact
EN 12697-31 / SN 670431 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 31 : Confection d'éprouvettes à la presse à compactage giratoire
EN 12697-32 / SN 670432 :	Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 32 : Compactage en laboratoire de mélanges bitumineux par compacteur vibratoire

EN 12697-33 / SN 670433-NA : Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 33 : Confection d'éprouvettes au compacteur de plaque

EN 12697-34 / SN 670434 : Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 34 : Essai Marshall

EN 12697-35 / SN 670435 : Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 35 : Malaxage en laboratoire

De façon générale, toute préparation d'échantillon bitumineux doit être codifiée dans une documentation identique à tous les laboratoires pour garantir une meilleure répétabilité et reproductibilité.

1.4 État de l'art

1.4.1 Introduction sur l'étude du vieillissement thermique et historique

Les revêtements routiers à base de liants hydrocarbonés ont été utilisés de manière étendue, depuis le début du 20^{ème} siècle, dans la construction des chaussées. Les ingénieurs ont très vite constaté que le matériau à base de bitume durcit, que ce soit à court ou à long terme.

Le durcissement est essentiellement attribué à la perte de composés volatiles (vieillessement à court terme) et à l'oxydation des matériaux in situ (vieillessement à long terme). Les deux actions conduisent à une augmentation de la viscosité du liant et de ce fait à une augmentation de la rigidité de l'enrobé qui peut le rendre plus dur et plus fragile favorisant ainsi la formation de fissures.

Les matériaux oxydés se caractérisent généralement par une durabilité réduite en termes de résistance mécanique et de sensibilité à l'humidité. Par contre, le « vieillissement » n'est pas systématiquement un phénomène négatif puisqu'il peut favoriser certaines caractéristiques des mélanges bitumineux.

Très tôt, des procédures de simulation du vieillissement en laboratoire sont mises au point. Dans un premier temps, l'essentiel des protocoles se limitait aux liants. Les chercheurs ont, par la suite, noté l'importance de considérer le vieillissement du composite liant/squelette minéral et plusieurs méthodes de vieillissement thermique sur les enrobés ont été développées. Une liste très exhaustive des procédures de vieillissement a été établie dans ([1] Bell, 1989) et dans laquelle nous pouvons citer les événements clés suivants :

Dow (1903) : la plus ancienne méthode de vieillissement des enrobés documentée

Nicholson (1937), Raschig et Doyle (1937) : oxydation du liant par soufflage avec de l'air

Lewis et Welborn (1940) : mise au point du Thin Film Oven Test (TFOT)

Vallerga, Monismith et Granthem (1957) : utilisation d'un rayonnement ultraviolet et infrarouge pour simuler le vieillissement

British Road Research Laboratory (1962) puis Lee (1968) : application d'un traitement combiné de chaleur et de pression pour simuler le vieillissement à long terme

Hveem, Zube et Skog (1963) : mise au point du Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT)

Les procédures de simulation du vieillissement en laboratoire combinent, pour une durée donnée, les effets de la température, de la pression, de l'humidité ou encore du rayonnement UV. Le facteur « température » au travers du réchauffage du liant ou de l'enrobé est un paramètre déterminant du vieillissement qui est d'autant plus important qu'il intervient lors de la fabrication des échantillons pour divers essais en laboratoire. Cet effet de la température est indésirable

puisque le vieillissement du matériau n'est pas l'objectif principal de la démarche mais un effet biaisant qu'on tente de minimiser en définissant des conditions d'essai particulières.

Il est nécessaire et plus rationnel pour le praticien de connaître les phénomènes de vieillissement mis en œuvre lors des différentes procédures de traitement des matériaux bitumineux. Cette connaissance permet de préciser la situation du matériau manipulé vis-à-vis du vieillissement et de définir des conditions de traitement jugées équivalentes pour la préparation des échantillons. La finalité de cette démarche est de permettre la comparaison des propriétés mécaniques ou rhéologiques des matériaux sans l'effet significativement biaisant du vieillissement.

Le présent rapport s'intéresse à l'effet du réchauffage des échantillons sur leur vieillissement. Nous parlons donc souvent de vieillissement « thermique » même si le vieillissement et le durcissement du liant peuvent être affectés par d'autres paramètres que la chaleur.

Parmi les recherches menées sur le thème, il faut mettre en évidence les travaux du prof. W. Arand "Was passiert mit Asphalt im Wärmerschank" ([2] Arand, 1999). Ce travail de recherche a mis en évidence l'effet du réchauffage sur des échantillons d'enrobé. La recherche menée a également montré que la procédure de réchauffage en atmosphère d'azote permet de maîtriser le phénomène d'oxydation.

Les points traités par le Lavoc au cours de plusieurs expérimentations préliminaires ont permis d'apporter un éclairage sur certains aspects liés au vieillissement thermique des enrobés. En particulier ont été explorés leur comportement mécanique (Marshall), la qualité du liant récupéré, la pénétration et le point de ramollissement Anneau et Bille. Les éléments traités lors de l'étude sur plusieurs enrobés et types de liants sont :

- L'effet du réchauffage d'un enrobé au four à micro-ondes; comparaison avec une enceinte thermorégulée ou étuve (parfois aussi appelé four traditionnel)
- Le vieillissement de l'enrobé lors de sa fabrication en laboratoire, comparaison avec le vieillissement RTFOT
- L'effet de la conservation des enrobés en étuve thermorégulée ainsi que l'effet du réchauffage sur les enrobés froids et tièdes

1.4.2 Description des phénomènes mis en œuvre

Le vieillissement des matériaux hydrocarbonés est la conséquence d'une série de phénomènes physico-chimiques très complexes. Plusieurs auteurs ont proposé une énumération plus ou moins exhaustive des différents phénomènes impliqués.

([3] Traxler, 1963) a proposé une liste de quinze phénomènes intervenant lors durcissement du bitume. Il cite pour chaque phénomène les facteurs qui l'influencent, la partie du matériau affectée et les dispositions permettant de réduire son action (Fig. 1.1). Tous ces phénomènes présentent de fortes interactions et la contribution relative de la plus part d'entre eux est négligeable dans des conditions de vieillissement réelles des chaussées.

Fig. 1.1 Effets pouvant réduire les qualités liantes d'un bitume ([3] Traxler, 1963)

Effet	Influencé par						Apparaît	Moyens de retarder les effets
	Temps	Chaleur	Oxygène	Rayonnement solaire	Rayons Beta et Gamma	En surface		
Oxydation	X	X	X	-	-	X	-	1) Atmosphère inerte 2) Inhibiteurs de radicaux libres
Photo-oxydation (lumière directe)	X	X	X	X	-	X	-	1) Protection de la lumière 2) Atmosphère inerte 3) Inhibiteurs de radicaux libres
Volatilisation	X	X	-	-	-	X	X	Protection de la chaleur
Photo-oxydation (lumière réfléchie)	X	X	X	X	-	X	-	Idem photo-oxydation (lumière directe)
Photo-chimique (lumière directe)	X	X	-	X	-	X	-	1) Protection de la lumière 2) Additifs ?
Photo-chimique (lumière réfléchie)	X	X	-	X	-	X	X	1) Protection de la lumière 2) Additifs ?
Polymérisation	X	X	-	-	-	X	X	Inhibiteurs de radicaux libres
Développement d'une structure interne (thixotropie)	X	-	-	-	-	X	X	1) Ajout d'agents dispersants 2) Changement de la source du bitume et de son traitement
Exsudation des huiles	X	X	-	-	-	X	-	Réduire la teneur en paraffines
Changements engendrés par l'énergie nucléaire	X	X	-	-	X	X	X	Réduire la teneur en paraffines
Action de l'eau	X	X	X	X	-	X	-	Changement de la source du bitume et de son traitement
Absorption par le solide	X	X	-	-	-	X	-	
Adsorption de composants à la surface du solide	X	X	-	-	-	X	-	Réduire la teneur en paraffines
Réactions chimiques et effets catalytiques aux interfaces	X	X	-	-	-	X	-	
Détérioration microbiologique	X	X	X	-	-	X	X	Ajout d'agents fongistatiques ou bactériostatiques

Les facteurs les plus déterminants et qui peuvent être retenus pour la suite sont au nombre de trois ([4] Petersen, 1984) :

- La perte des composés huileux par volatilisation ou absorption
- Le changement dans la composition par la réaction avec l'oxygène de l'atmosphère
- La structuration moléculaire qui produit des effets thixotropiques. Ce phénomène est parfois désigné par le terme « durcissement stérique » ou « steric hardening »

Certains auteurs proposent d'ajouter à cette liste le vieillissement par rayonnement UV. Néanmoins, il n'y a pas un consensus clair sur l'effet relatif de ce paramètre et beaucoup estiment qu'il est négligeable dans des conditions de vieillissement réelles.

Dans cette liste de facteurs, certains concernent la construction ou le vieillissement à court terme (volatilisation) tandis que d'autres le vieillissement en service ou à long terme (oxydation et structuration moléculaire). Nous pouvons également les classer en phénomènes irréversibles (oxydation) ou réversibles (volatilisation et structuration moléculaire). La perte de composés volatiles peut être corrigée par l'adjonction d'huiles compatibles tandis que la structuration moléculaire est annulée par un réchauffage ou une sollicitation mécanique soutenue du matériau.

1.4.3 Etudes menées aux Etats-Unis : SHRP, SUPERPAVE et LTPP

L'essentiel de l'effort de recherche consacré à l'étude du vieillissement des matériaux hydrocarbonés a été mené aux Etats-Unis. Il est donc justifié de consacrer une section à la description du programme de recherche SHRP et ses implications sur la normalisation, d'autant plus que plusieurs pays, y compris en Europe, ont adopté ses résultats et recommandations.

Programme SHRP

Le Congrès américain a adopté en 1987 le financement du Strategic Highway Research Program (SHRP), une initiative de recherche appliquée sur une durée de 5 années. Le but de ce projet est d'évaluer les techniques et technologies permettant de lutter contre la détérioration du réseau de routes et améliorer leur performance, durabilité, sécurité et efficacité ([5] Halladay, 1998). Le transfert des connaissances du milieu de la recherche vers celui de la construction est un point déterminant de ce programme via des organisations comme la Federal Highways Agency (FHWA) ou le Transportation Research Board (TRB).

Le programme SHRP a permis, au travers de plusieurs mandats de recherche, de sélectionner et de recommander des procédures standards de simulation du vieillissement des matériaux bitumineux. Il s'agit plus particulièrement :

- Du vieillissement à court terme : procédures TFOT et RTFOT
- Du vieillissement à long terme : procédure PAV (Pressure Aging Vessel)

Système SUPERPAVE

Le système SUPERPAVE est un ensemble d'équipements, d'essais et de normes permettant aux ingénieurs la sélection de matériaux et de formulation d'enrobés adaptés aux conditions climatiques et de trafic des sites de construction de chaussées.

Les trois composantes du système SUPERPAVE sont :

- Les spécifications du liant bitumineux
- Le système de formulation et d'analyse du mélange bitumineux sur la base d'une approche volumétrique
- Les essais d'analyse des mélanges bitumineux et les modèle de prédiction du comportement à long terme

Programme LTPP

En plus des produits et des procédés, l'initiative SHRP inclut un programme de suivi des performances des matériaux à long terme : Long-Term Pavement Performance Program (LTPP). Il s'agit d'un suivi sur 20 années de plus de 2000 sections test construites sur un support souple ou rigide dont le but est d'expliquer les raisons des différences de performance entre les divers revêtements. Divers résultats et recommandations qui en découlent sont déjà appliqués : procédures de monitoring, série d'essais sur les matériaux, procédures de calibration des équipements ou encore retour d'information sur l'efficacité et la performance de certaines mesures d'entretien des chaussées.

1.4.4 Conséquences physiques et chimiques du vieillissement thermique

Processus chimiques durant le vieillissement thermique

L'oxydation est le phénomène irréversible déterminant produit par le vieillissement thermique des bitumes. La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique d'analyse largement utilisée pour suivre l'évolution des fonctions oxydées des bitumes et les quantifier avec des indices de vieillissement ([6] Petersen, 1986). Le Lavoc a abordé cette problématique dans la présente étude (Chapitre 2.6).

L'évolution chimique la plus importante dans les bitumes se fait durant les quatre premières années. Il s'agit d'une augmentation rapide du taux de carbonyles (liaisons C=O) et de sulfoxydes (liaisons S=O), puis de leur stabilisation, voire leur diminution après huit années de service ([7] Grimm, 2000). Au cours du vieillissement par oxydation, le soufre sous forme de sulfides aliphatiques –S–, connu pour ses propriétés antioxydantes, est transformé complètement en sulfoxydes. Le bitume devient alors plus sensible à l'oxydation avec une formation simultanée et/ou subséquente de carbonyles, ce qui se traduit par une évolution de son ratio sulfoxydes/carbonyles vers des valeurs plus faibles. L'évolution du ratio sulfoxydes/carbonyles vers des valeurs plus faibles est indicative d'un liant très susceptible à l'oxydation, tandis qu'une augmentation de ce ratio est constatée pour des liants peu sensibles à l'oxydation.

Une description détaillée des réactions d'oxydation des différentes molécules hydrocarbonées constituant les bitumes est proposée dans ([8] Petersen, Harnsberger 1998). Les auteurs identifient et étudient les deux mécanismes d'oxydation duals et séquentiels qui conduisent à la formation de sulfoxydes et de cétones (ou carbonyles).

Lors de l'oxydation à la pression atmosphérique, le processus est gouverné par le phénomène de diffusion et le ratio sulfoxydes/carbonyles est fortement dépendant de la température. Dans le cas d'un traitement au PAV, la réaction d'oxydation n'est plus contrôlée par la diffusion et le ratio sulfoxydes/carbonyles est moins sensible à la température de l'essai. Il en découle que le vieillissement au PAV (réalisé par exemple à 100°C) ne simule pas parfaitement le durcissement du liant et plus particulièrement dans le cas de bitumes peu compatibles.

Ces résultats revêtent d'une importance particulière pour la compréhension de l'oxydation des bitumes puisque les carbonyles ont une plus grande influence sur l'évolution de la viscosité et du durcissement du liant que les sulfoxydes.

Changements dans la distribution des masses

L'application d'un traitement thermique prolongé sur un échantillon de liant bitumineux produit des changements notables dans la répartition des masses des molécules chimiques qui le composent.

Au début des années 80, Brûlé et Migliori ont utilisé la Chromatographie sur Gel Perméable (GPC) rapide et ultra-rapide pour étudier l'effet du RTFOT, pratiqué à différentes températures, sur la distribution des masses dans le bitume vieilli ([9] Brûlé, Migliori, 1983). Cette distribution a une influence sur les interactions entre les molécules/micelles/agglomérats micellaires qui gouvernent la susceptibilité thermique du liant. Un indice d'interaction est calculé pour chaque chromatogramme établi. Le vieillissement RTFOT à 163°C augmente les indices d'interaction et la teneur en micelles et en agglomérats.

En règle générale, le vieillissement thermique conduit systématiquement à une augmentation des composés à masse moléculaire élevée. La variation de la proportion des composés à masse moléculaire moyenne ou petite dépend, elle, de la nature du bitume de base. En effet, le vieillissement thermique peut avoir des influences diverses sur les différentes propriétés rhéologiques du liant en fonction de son influence sur l'évolution de la répartition des masses moléculaires dans le bitume. Il a été constaté dans ([10] Kim, Burati, 1993) que :

- La viscosité dépend des composés à grande masse moléculaire et certains composés à faible masse moléculaire
- La pénétration est liée aux composants de masse moléculaire moyenne

Il est donc intéressant de savoir que la susceptibilité d'un liant au vieillissement thermique peut être évaluée différemment en fonction du type d'essai retenu pour la quantifier.

1.5 Objectifs du projet de recherche

Le premier objectif de la recherche a été de développer et valider des méthodes de laboratoire qui permettent d'approcher le comportement réel du matériau bitumineux fabriqué au poste d'enrobage et mis en place sur le réseau routier.

Un autre objectif a consisté à fournir aux laboratoires des méthodologies harmonisées qui n'oxydent pas notablement le bitume et donc contribuent à assurer une meilleure reproductibilité des essais.

Actuellement, les laboratoires sont appelés à vérifier les performances des matériaux par une épreuve type de formulation (ETF) et fournir des valeurs nominales. La présente recherche aboutit à l'élaboration de procédures de traitement des échantillons en laboratoire permettant de maîtriser le vieillissement thermique en adéquation avec celui réalisé en centrale.

1.6 Méthodologie – Programme

Une étude exploratoire (A) a été menée par le Lavoc et a permis de fixer le cadre de la recherche. Cette étude conséquente, effectuée hors mandat, constitue une base pour l'étude d'approfondissement et de calibration (B). La vérification et la validation sont ensuite réalisées (C).

Les essais retenus dans les diverses études sont :

Evaluation du taux de vieillissement des enrobés à diverses phases par analyse des caractéristiques rhéologiques du liant, base et récupéré, au moyen des essais de : Pénétration à 25 °C, point de ramollissement Anneau et Bille, viscosité, analyse du taux d'oxydation (évolution chimique des bitumes lors du vieillissement thermique) au moyen du spectromètre IRTF (Fourier Transform Infrarot Spectrometry), par Iatroscan pour l'analyse en groupes génériques SARA et par chromatographie sur gel perméable (GPC ultra-rapide). Analyse des caractéristiques mécaniques effectuée au moyen de : essai Marshall (principalement MVA), essai de compatibilité PCG, essai d'orniérage au simulateur de trafic LPC, essai de module complexe, essai de sensibilité à l'eau.

Il a été choisi de comparer les résultats essentiellement en valeurs relatives. Les valeurs du RTFOT étant considérées comme une référence réaliste proche de l'état du matériau fabriqué en centrale.

La **recherche préliminaire (A)** a permis de comprendre les paramètres intervenant dans l'évolution du vieillissement thermique et a permis de fixer le cadre de la suite de la recherche. Les résultats de cette première étude sont issus de 3 expérimentations :

- 1ère expérience : effet du réchauffage au four à micro-ondes
- 2ème expérience : incidence du réchauffage sur plusieurs types de liants (octobre 1995)
- 3ème expérience : incidence du réchauffage sur plusieurs types de liants (avril 1996)

La **recherche d'approfondissement et de calibration (B)** s'est attachée à :

- Comparer l'effet sur le vieillissement des enrobés avec 2 types de réchauffage courant :
 - étuve traditionnelle
 - four à micro-ondes + stabilisation en étuve
- Evaluer l'effet sur le vieillissement des enrobés par l'utilisation d'une étuve sous atmosphère d'azote et en définir une éventuelle application
- Contrôler le taux de vieillissement après fabrication en laboratoire et définir la procédure permettant d'obtenir des valeurs de référence
- Optimiser les procédures de réchauffage pour les enrobés froids ou tièdes, prélevés in situ, avec minimisation du taux de vieillissement
- Développer une méthode permettant de traiter les enrobés prélevés in situ sans réchauffage ou avec un réchauffage limitant le taux d'oxydation
- Elaborer des recommandations pour la normalisation

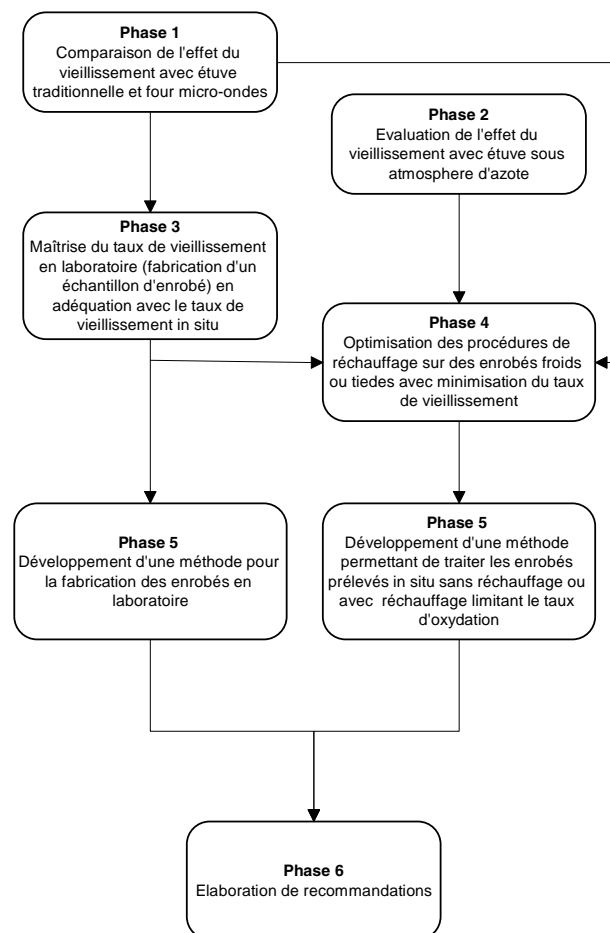


Fig. 1.2 Programme expérimental de l'étude (B)

Phase 1

Sur 4 enrobés fabriqués en laboratoire avec liants de type B 15/25, B 55/70, B 80/100, et PmB, on compare l'effet sur le vieillissement avec 2 types de réchauffage courant : étuve traditionnelle et four à micro-ondes. Les caractéristiques du liant de base, du liant récupéré ainsi que diverses caractéristiques mécaniques de l'enrobés sont analysées. Ces analyses font partie de l'étude de base. La formule au liant B 80/100 est testée avec 2 teneurs en liant (faible et forte).

Phase 2

L'évaluation de l'effet sur le vieillissement des enrobés par utilisation d'une étuve sous atmosphère d'azote se fait dans un premier temps sur la formule au liant B 80/100 avec 2 teneurs en liant, faible et forte. Le programme comporte les essais sélectionnés dans l'étude de base.

Phase 3

Le taux de vieillissement mesuré sur un échantillon fabriqué en laboratoire est différent de celui mesuré sur un échantillon fabriqué en centrale. L'expérience montre que l'histoire thermique déterminée par les facteurs temps et température peut générer des taux de vieillissement différents par oxydation. Le type de bitume, par sa composition générique, ainsi que la recette, par son module de richesse, sont aussi des facteurs qui interviennent. L'objectif de cette phase est de définir les règles pour l'obtention de taux de vieillissement en laboratoire équivalents ou proches de ceux observés en centrale. Le programme comporte les essais sélectionnés dans l'étude de base avec en complément des essais au simulateur de trafic LPC et de détermination du module complexe.

Phase 4

Les procédures de réchauffage des enrobés froids et tièdes sont optimisées pour minimiser le taux de vieillissement. La mise au point de procédures est réalisée sur la base des résultats de la phase 3.

Phase 5

Mise au point :

- d'une méthodologie pour la fabrication des enrobés en laboratoire
- d'une méthodologie pour le réchauffage des enrobés en laboratoire

Phase 6

Elaboration des recommandations qui mettront en évidence les différentes méthodes applicables en fonction de l'objectif souhaité.

La **vérification et validation (C)** s'est attachée à vérifier et analyser les incidences de la procédure retenue en matière de réchauffage. Le comportement et la compactibilité des matériaux, la sensibilité thermique au moyen des essais de sensibilité à l'eau et l'orniérage ont été testés.

2 Résultats de l'étude exploratoire (A)

L'étude exploratoire (A) s'est attachée à préparer l'élaboration du mode opératoire. Elle est constituée de plusieurs expérimentations :

- Trois expérimentations
- Etude complémentaire sur l'orniérage
- Etude complémentaire sur le module de rigidité
- Analyse du taux de vieillissement

Matériaux sélectionnés :

- Granulats silico-calcaires (Gasperini)
- Concasseurs giratoires tertiaires, arêtes altérées induisant une importance accrue du liant
- 7 liants traditionnels et PmB :
 - B 80/100 de distillation directe (Feyzin)
 - B 55/70 de distillation directe (Feyzin)
 - PmB greffé (Styrelf 13/80)
 - B 55/70 semi-soufflé (Cressier)
 - B 80/100 semi-soufflé (Cressier)
 - PmB B 80/100 SBS greffé
 - PmB B 80/100 SBS biphasique
- Formule de référence milieu du fuseau, teneur en liant 5.3%/E, vides Marshall ~4%

Conditions expérimentales :

- Type: étuve, micro-ondes
- Température et durée
- Paramètres significatifs pour quantifier le vieillissement :
 - Identification du liant de base
 - Identification du liant à chaque étape du traitement thermique
 - Incidence sur les vides Marshall
 - Performances mécaniques Marshall (indicatif)
 - Analyse IRTF – Indices d'oxydation

2.1 1^{ère} expérimentation

Cette première expérimentation a pour but de comparer le taux de vieillissement de 2 gâchées d'enrobé par l'analyse du liant et des caractéristiques mécaniques Marshall.

L'enrobé utilisé est un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier, courbe milieu du fuseau, teneur en liant 5.3%/E, granulats de Gasperini, vides Marshall environ 4%.

Teneur en liant sur enrobé : **5.30 %** Rapport filler/bitume : **1.48**
 Teneur en liant sur granulats : **5.60 %** Module de richesse : **3.34**

Vides Marshall théoriques : **3.5...4.5 %** Stabilité théorique : **≥ 10 kN** Fluage théorique : **≤ 3.5 mm**

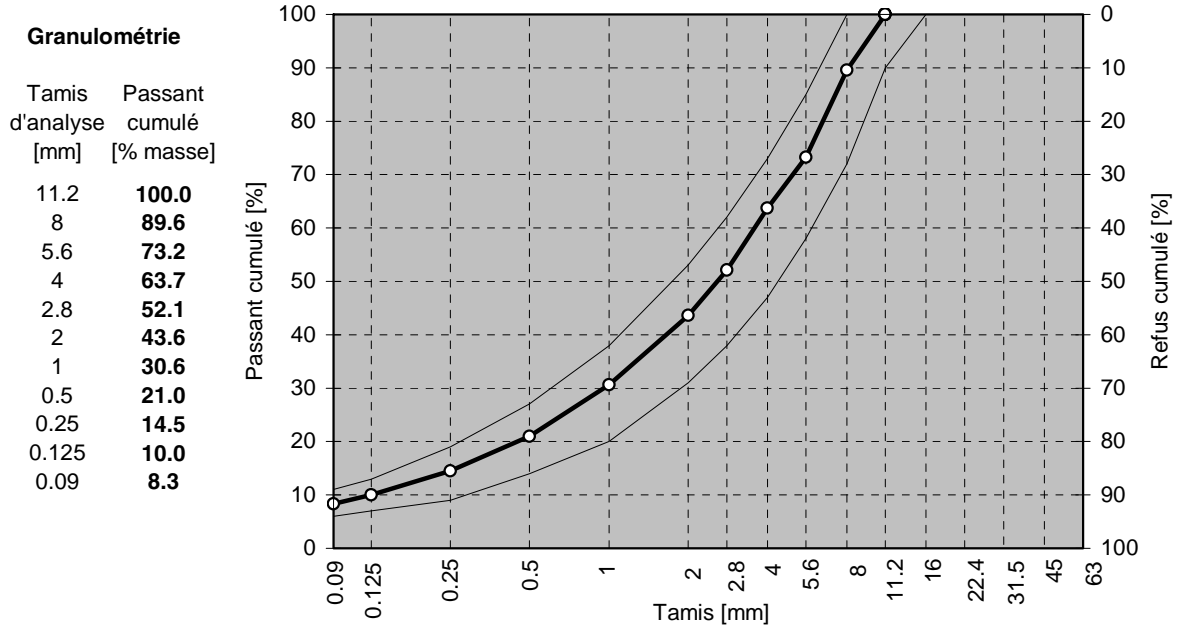


Fig. 2.1 Courbe granulométrique AB 11 S et fuseau normalisé

L'analyse s'effectue à différents temps de vieillissement : le liant est analysé à l'origine, vieilli RTFOT et récupéré à différents temps de réchauffage.

Dans la première partie de cette expérience, on compare également deux modes de réchauffage (en étuve et au four à micro-ondes).

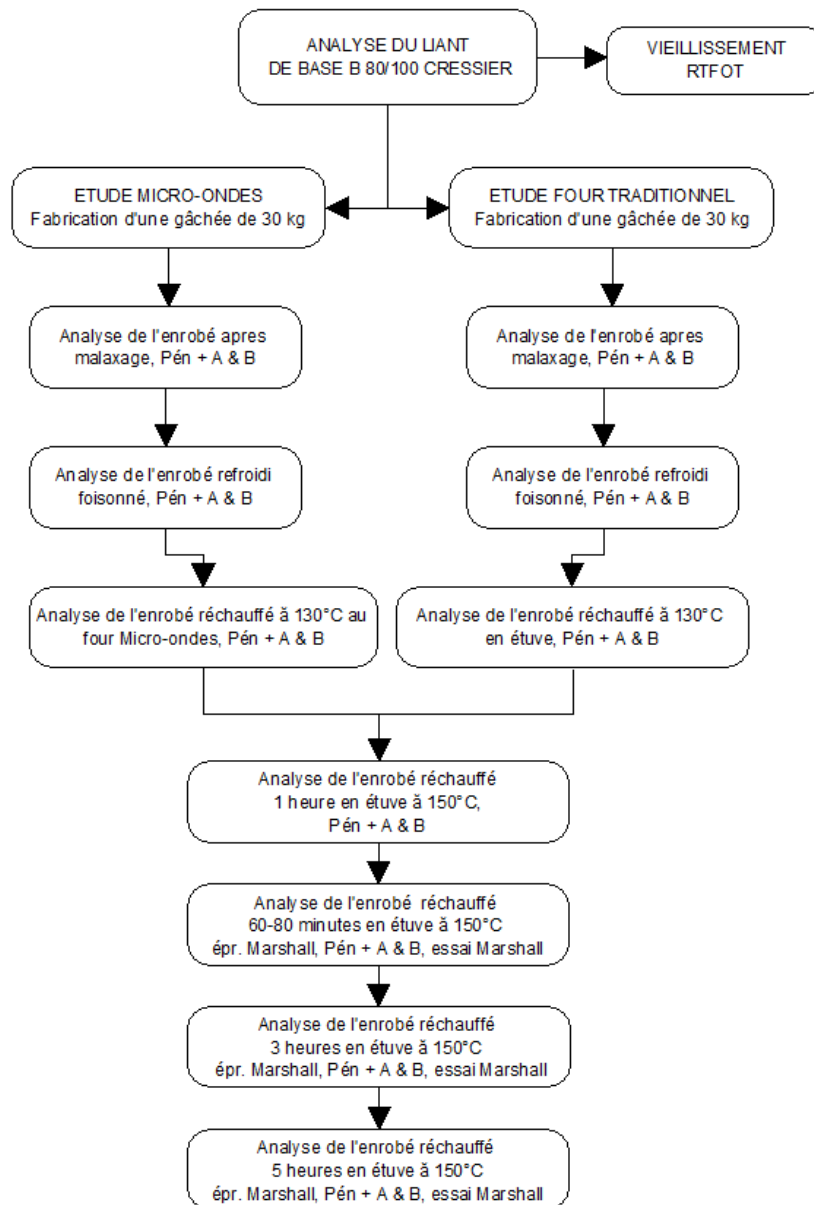


Fig. 2.2 Première expérimentation

Les résultats de cette expérimentation sont synthétisés dans les tableaux suivants :

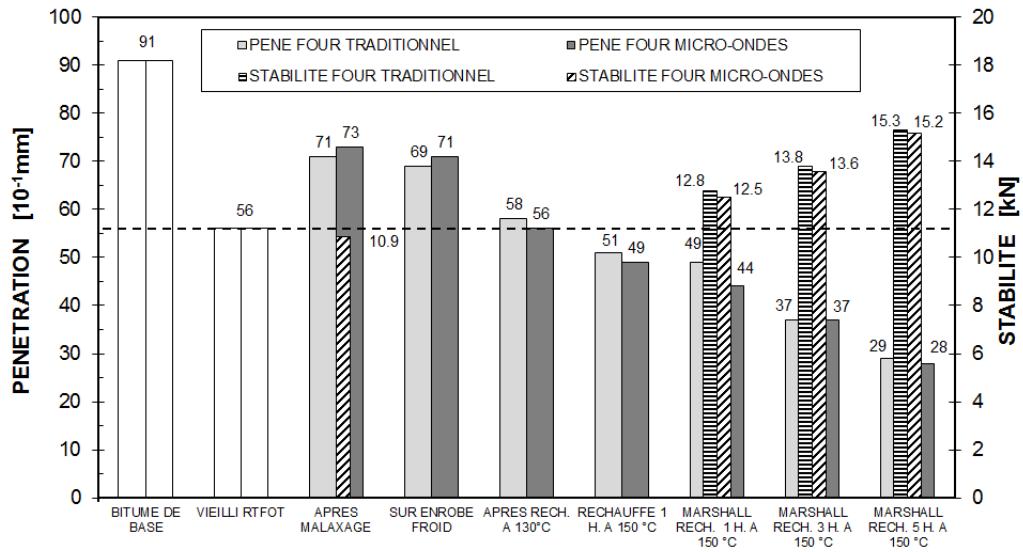


Fig. 2.3 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S, B 80/100 de Cressier. Four à micro-ondes / Four traditionnel. Liant récupéré, évolution de la pénétration à 25°C

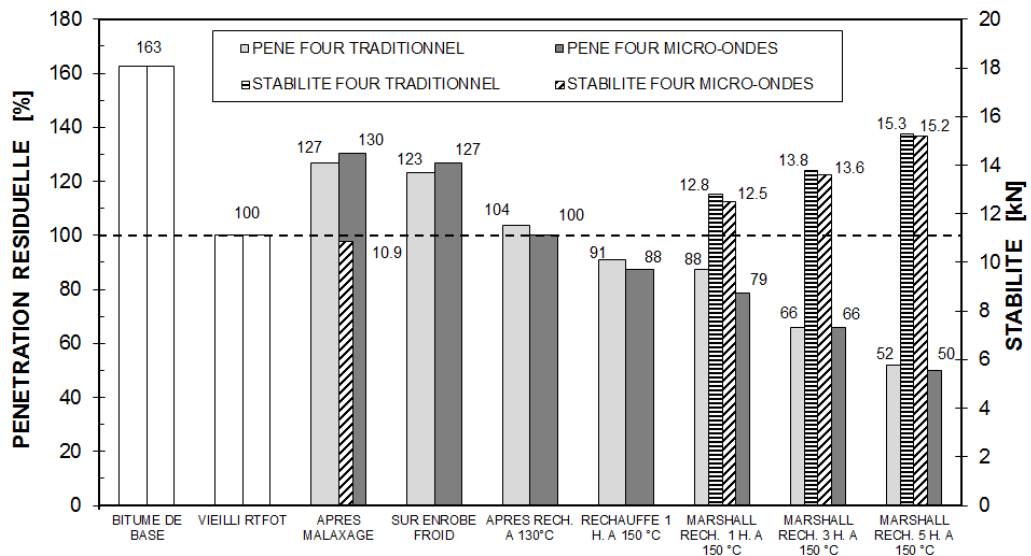


Fig. 2.4 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S, B 80/100 de Cressier. Four à micro-ondes / Four traditionnel. Liant récupéré, pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

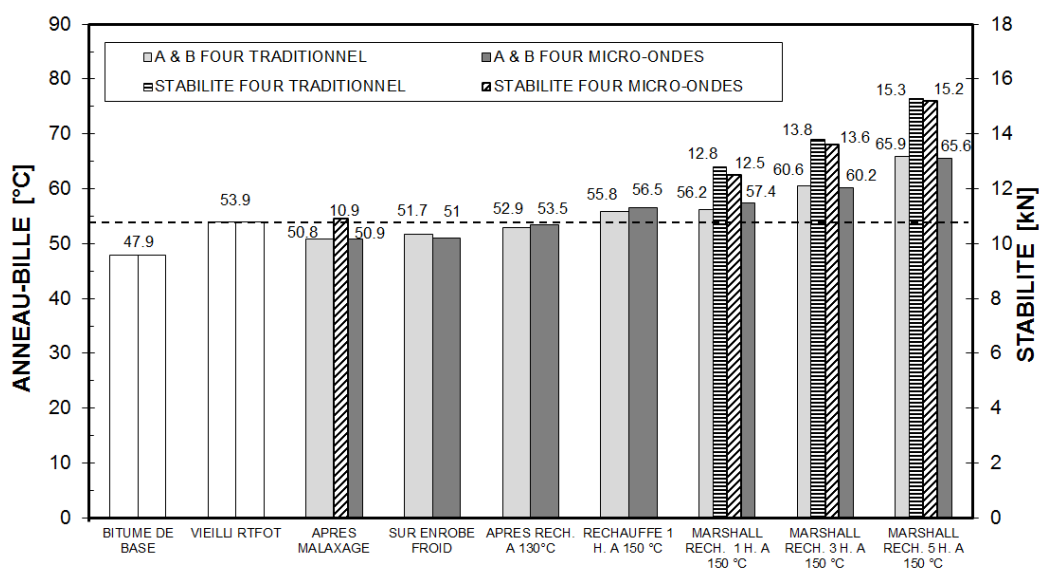


Fig. 2.5 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S, B 80/100 de Cressier. Four à micro-ondes / Four traditionnel. Liant récupéré, évolution de la température Anneau et Bille

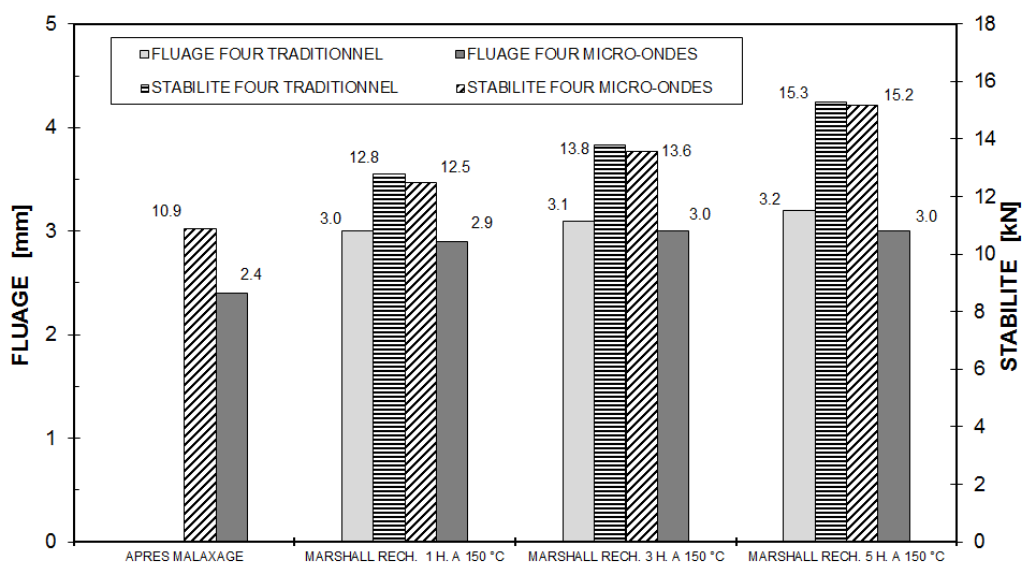


Fig. 2.6 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S, B 80/100 de Cressier. Four à micro-ondes / Four traditionnel. Liant récupéré, évolution de la stabilité et du fluage

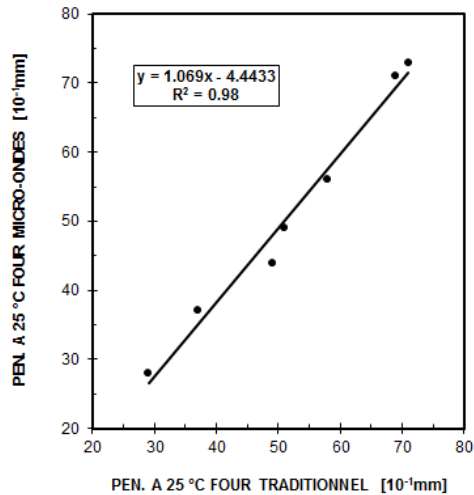


Fig. 2.7 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier. Four à micro-ondes / Four traditionnel. Corrélation sur pénétration à 25°C

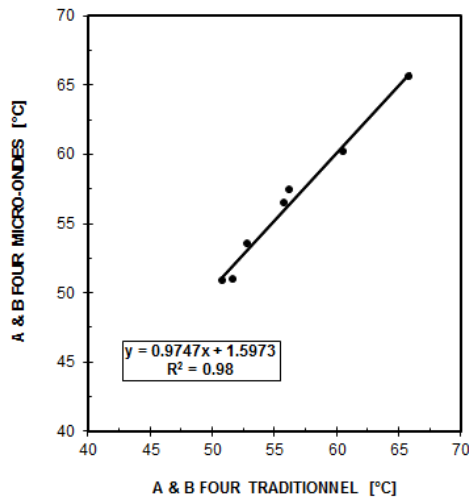


Fig. 2.8 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier. Four à micro-ondes / Four traditionnel. Corrélation sur température Anneau et Bille

Analyse de la première expérimentation :

1. Le taux de vieillissement RTFOT n'est pas encore atteint sitôt après le malaxage de l'enrobé (127 % de la pénétration, point de ramollissement Anneau et Bille plus faible ainsi que stabilité plus faible). Ce taux n'est obtenu dans cette étude qu'après un réchauffage à partir d'enrobé froid.
2. La comparaison des deux méthodes de réchauffage ne met pas en évidence de différence significative sur le vieillissement thermique de ce liant. La corrélation obtenue autant sur la pénétration que sur la température Anneau et Bille est bonne ($R^2 = 0.98$).
3. La reproductibilité est obtenue à partir de deux gâchées différentes sur la chaîne d'essais : fabrication de l'enrobé, vieillissement de l'enrobé, récupération du liant, caractérisation du liant. La pénétration ainsi que la température Anneau et Bille montrent une excellente concordance sur l'ensemble de la procédure.
4. L'incidence néfaste du réchauffage prolongé en étuve est mise en évidence de manière significative. L'étude a montré après 5 heures de vieillissement thermique une augmentation de l'ordre de 50% sur la stabilité et une diminution de l'ordre de 50% sur la pénétration du liant récupéré.

2.2 2^{ème} expérimentation

La deuxième expérimentation a pour but de comparer le taux de vieillissement de mélanges obtenus à partir de 5 bitumes différents.

L'enrobé utilisé est un AB 11 S, courbe milieu du fuseau, teneur en liant 5.3%/E, granulats de Gasperini, vides Marshall environ 4%.

L'analyse s'effectue à différents temps de vieillissement : le liant est analysé à l'origine, vieilli RTFOT et récupéré à différents temps de réchauffage.

Les liants sélectionnés sont les suivants :

- B 80/100 de distillation directe (Feyzin)
- B 55/70 de distillation directe (Feyzin)
- PmB greffé (Styrelf 13/80)
- B 55/70 semi-soufflé (Cressier)
- B 80/100 semi-soufflé (Cressier)

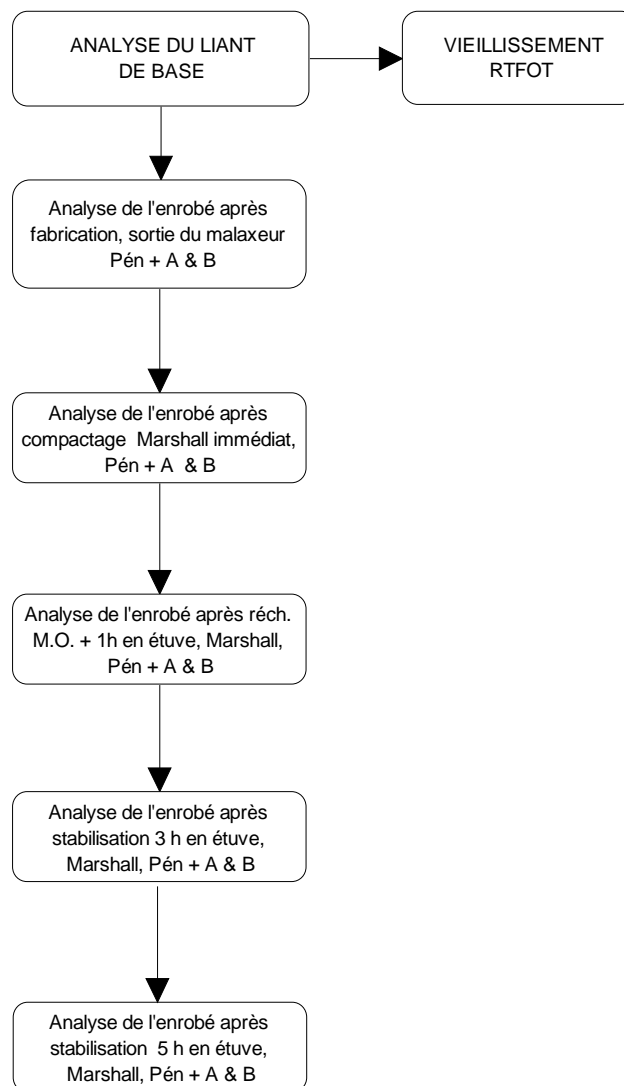


Fig. 2.9 Deuxième expérimentation

Les tableaux de synthèse de cette étude sont donnés à l'annexe 2.

Les résultats principaux sont représentés dans les deux tableaux ci-après.

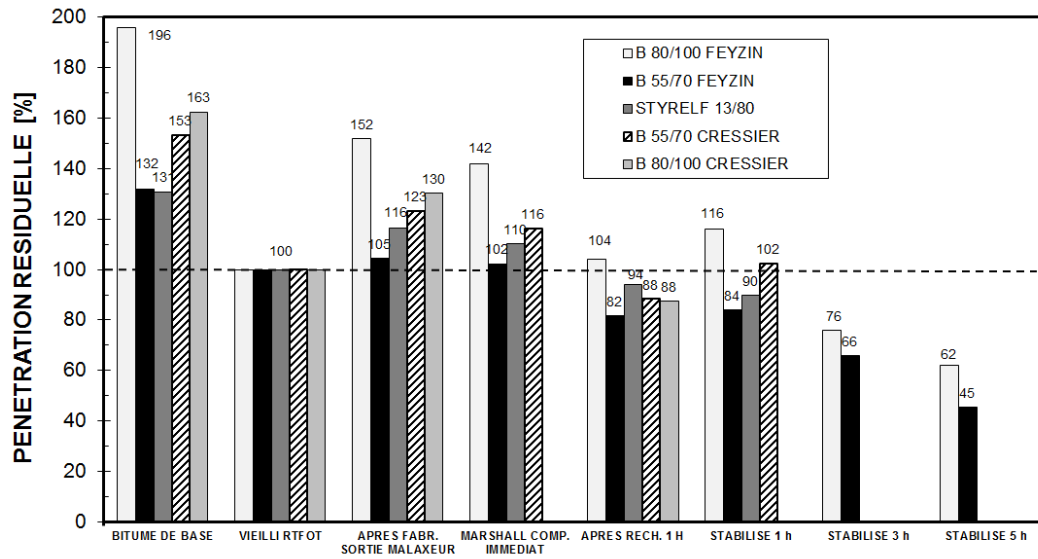


Fig. 2.10 Incidence du réchauffage sur les enrobés. Liants récupérés. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

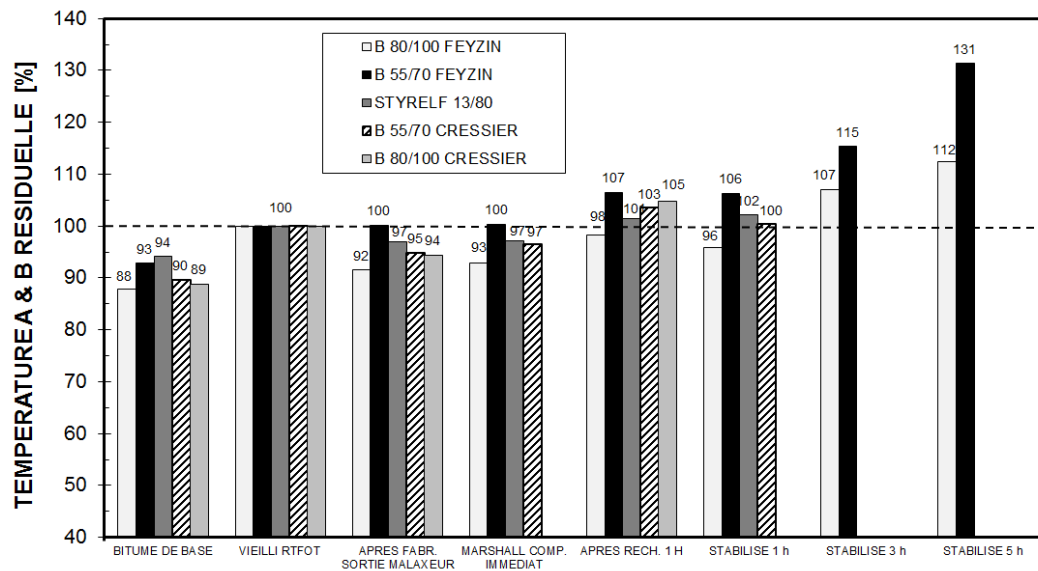


Fig. 2.11 Incidence du réchauffage sur les enrobés. Liants récupérés. Température Anneau et Bille résiduelle relative à la température Anneau et Bille RTFOT

Analyse de la deuxième expérimentation :

1. Le taux de vieillissement RTFOT n'est pas encore atteint sitôt après le malaxage de l'enrobé (125 % de la pénétration, 96 % pour le point de ramollissement Anneau et Bille), de même pour le compactage Marshall immédiat (118 % pour la pénétration, 97 % pour le point de ramollissement Anneau et Bille). Ce taux de vieillissement est cependant proche autant dans le cas de l'enrobé réchauffé que dans le cas où il est stabilisé 60 minutes en étuve. Le temps idéal semble se situer à une valeur légèrement inférieure à 60 minutes.
2. La stabilité évolue de manière significative selon le temps de réchauffage, à l'exception du liant B 55/70 de Cressier, pour lequel la stabilité n'évolue pas malgré un vieillissement significatif du liant.
3. Comme dans l'expérimentation précédente, l'incidence néfaste du réchauffage prolongé en étuve est mise en évidence.
4. Le vieillissement thermique a une incidence différente sur les divers types de bitumes, cela est certainement dû à une composition générique différente. Pour les bitumes de distillation directe de Feyzin, on note une diminution importante de 55% (B 55/70) et 40% (B 80/100) après 5 heures.

2.3 3^{ème} expérimentation

La troisième expérimentation complète la deuxième expérimentation.

L'enrobé utilisé est un AB 11 S, courbe milieu du fuseau, teneur en liant 5.3%/E, granulats de Gasperini, vides Marshall environ 4%.

L'analyse s'effectue à différents temps de vieillissement : le liant est analysé à l'origine, vieilli RTFOT et récupéré à différents temps de réchauffage.

Les liants sélectionnés sont tous de la famille 80/100 :

- B 80/100 de distillation directe (Feyzin)
- B 80/100 semi-soufflé (Cressier)
- PmB B 80/100 SBS greffé
- PmB B 80/100 SBS biphasique

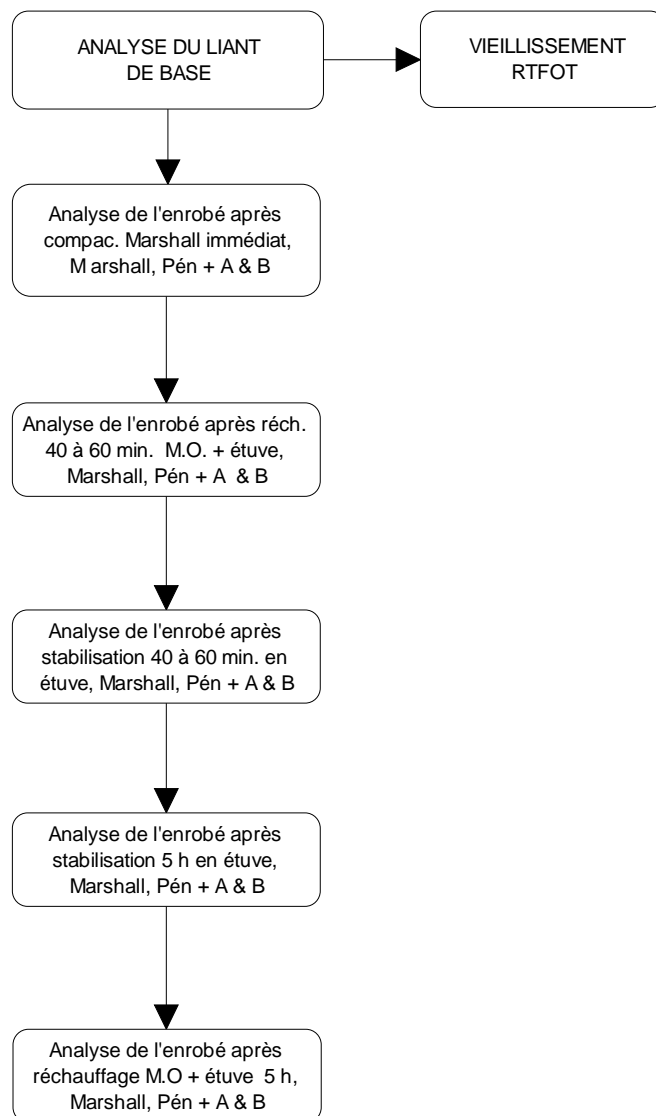


Fig. 2.12 Troisième expérimentation

Les tableaux de synthèse de cette étude sont donnés à l'annexe 3.

Les résultats principaux sont représentés dans les deux tableaux ci-après.

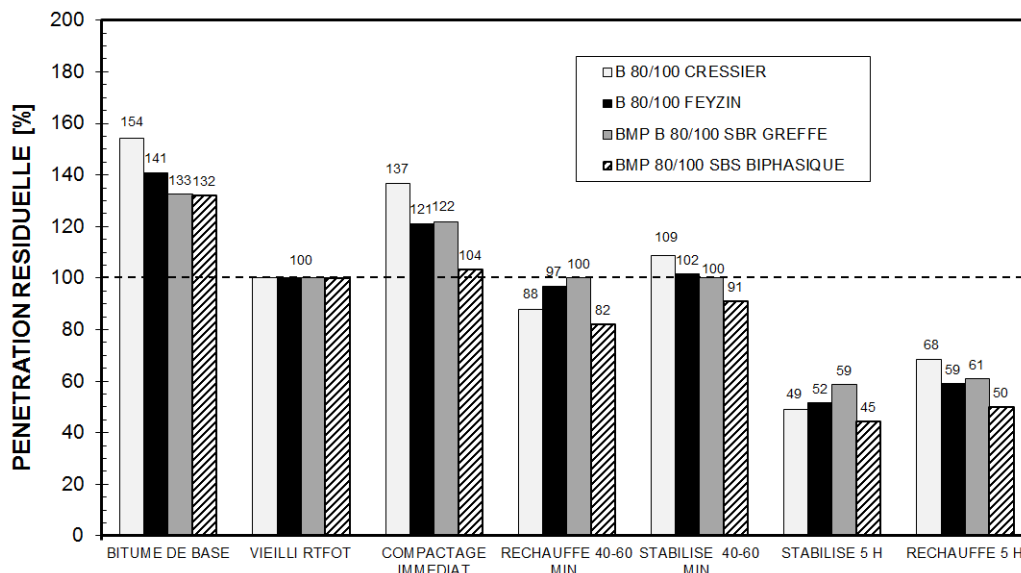


Fig. 2.13 Incidence du réchauffage sur les enrobés. Liants récupérés. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

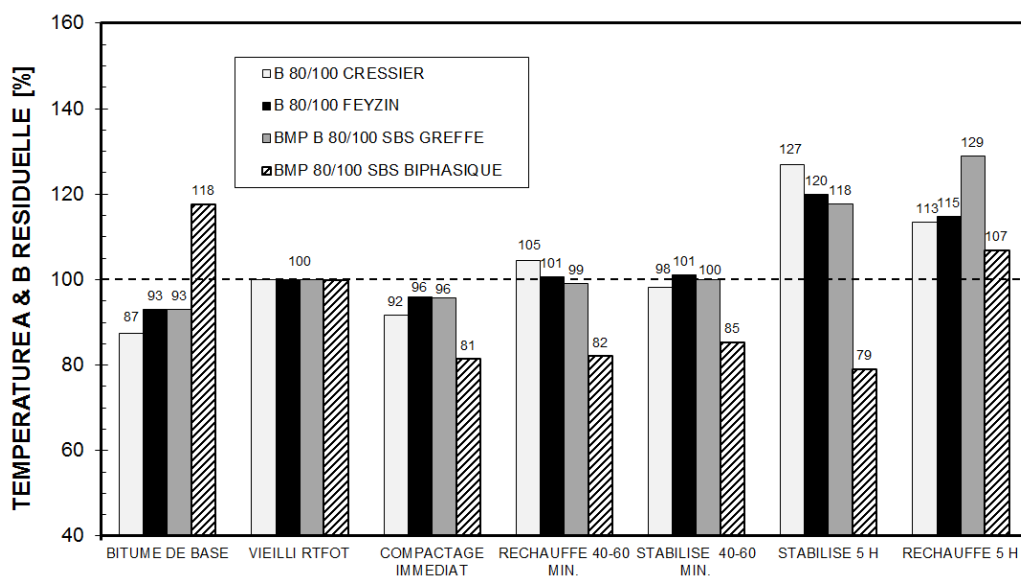


Fig. 2.14 Incidence du réchauffage sur les enrobés. Liants récupérés. Température Anneau et Bille résiduelle relative à la température Anneau et Bille RTFOT

Analyse de la troisième expérimentation :

1. Le taux de vieillissement RTFOT n'est pas encore atteint après le compactage Marshall immédiat (121 % pour la pénétration, 91 % pour le point de ramollissement Anneau et Bille). Les taux de vieillissement sont proches autant dans le cas de l'enrobé réchauffé que dans le cas où il est stabilisé 40 à 60 minutes en étuve.
2. La stabilité évolue de manière significative lorsque l'enrobé subit un réchauffage important (5 h). L'enrobé au liant PmB biphasique montre une très grande susceptibilité au réchauffage.
3. Le vieillissement thermique a une incidence différente selon le type de bitume. Le PmB biphasique a un comportement atypique qui est principalement constaté au travers de l'essai Anneau et Bille.
4. Comme dans les expérimentations précédentes, l'incidence néfaste du réchauffage prolongé en étuve est mise en évidence.

2.4 Etude complémentaire sur l'orniérage

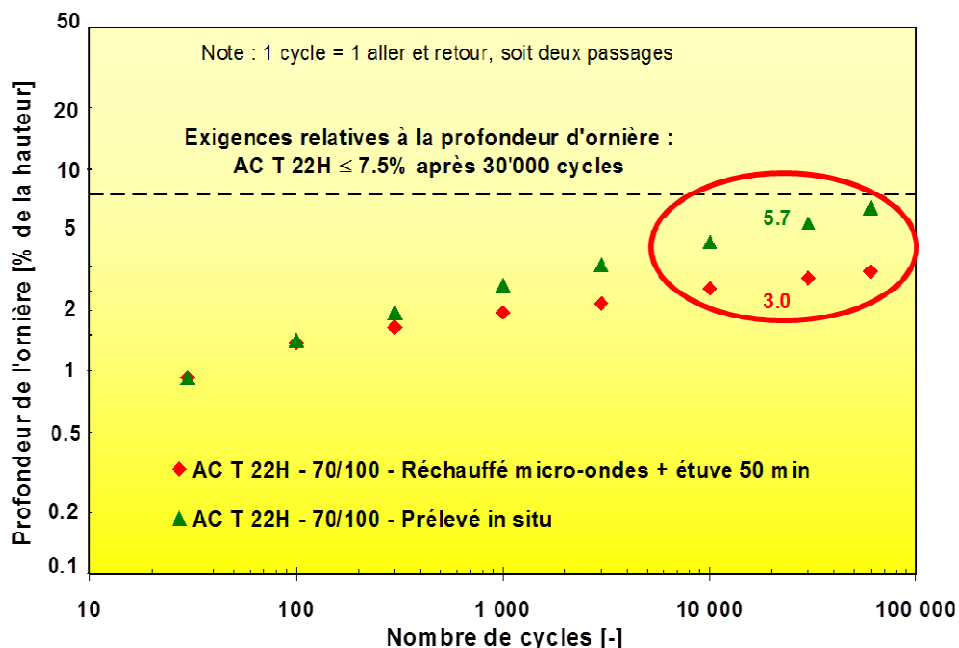


Fig. 2.15 Incidence du réchauffage. Orniérage AC T 22H

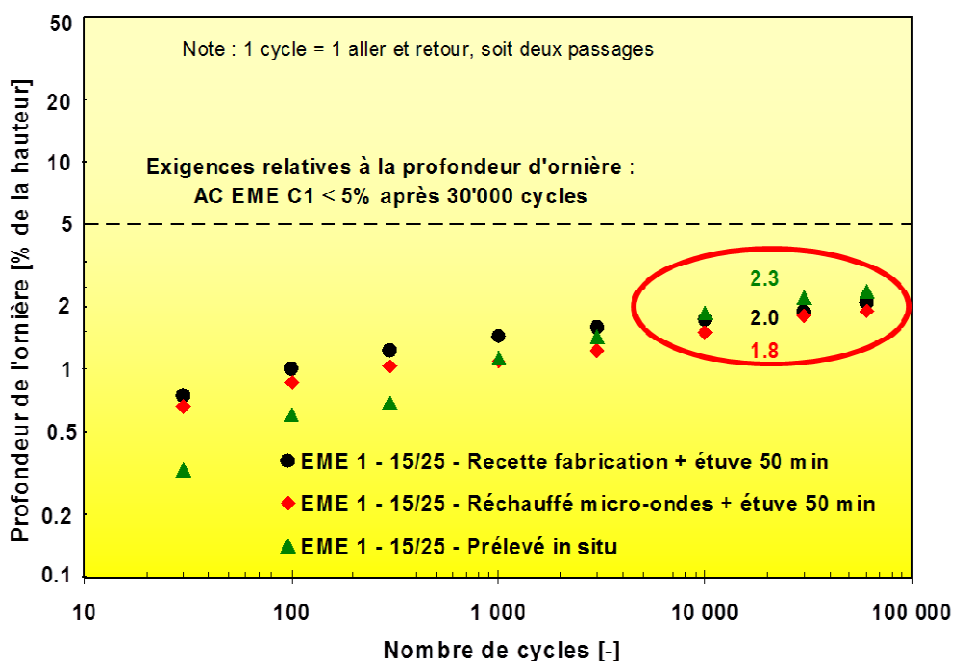


Fig. 2.16 Incidence du réchauffage. Orniérage AC EME C1

Pour les AC T 22 qui sont faiblement dosés en bitume, le durcissement apporte, dans ce cas, une réduction notable de l'orniérage.

Pour l'EME testé, les deux modes de réchauffage comparés à l'enrobé prélevé in-situ donnent des résultats très proches.

2.5 Etude complémentaire sur le module de rigidité

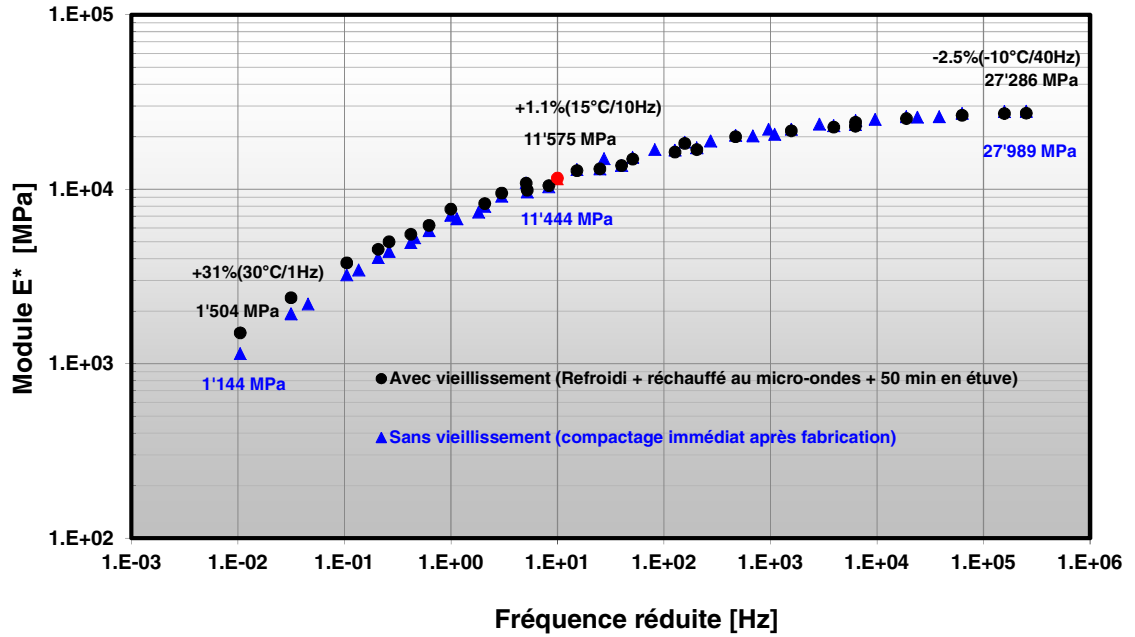


Fig. 2.17. Courbe maîtresse du module E^* - Référence 15°C. AB 11 S au liant 50/70 (5.37%/E – MR 3.39 – HM 3.8%)

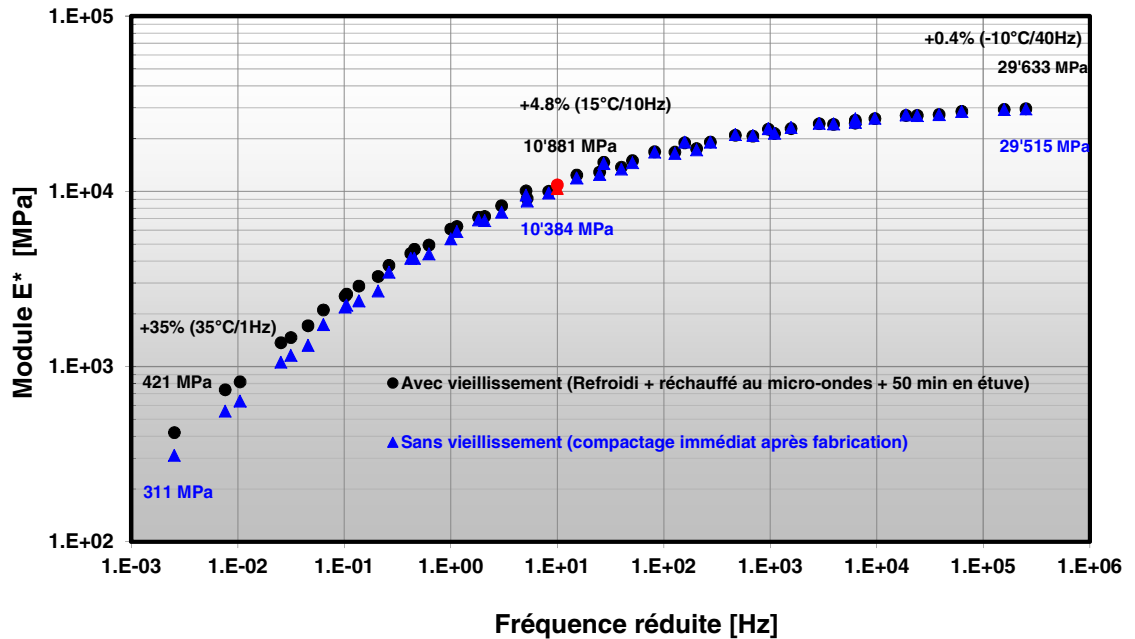


Fig. 2.18 Courbe maîtresse du module E^* - Référence 15°C. AB 11 S au liant 70/100 (5.31%/E – MR 3.35 – HM 3.5%)

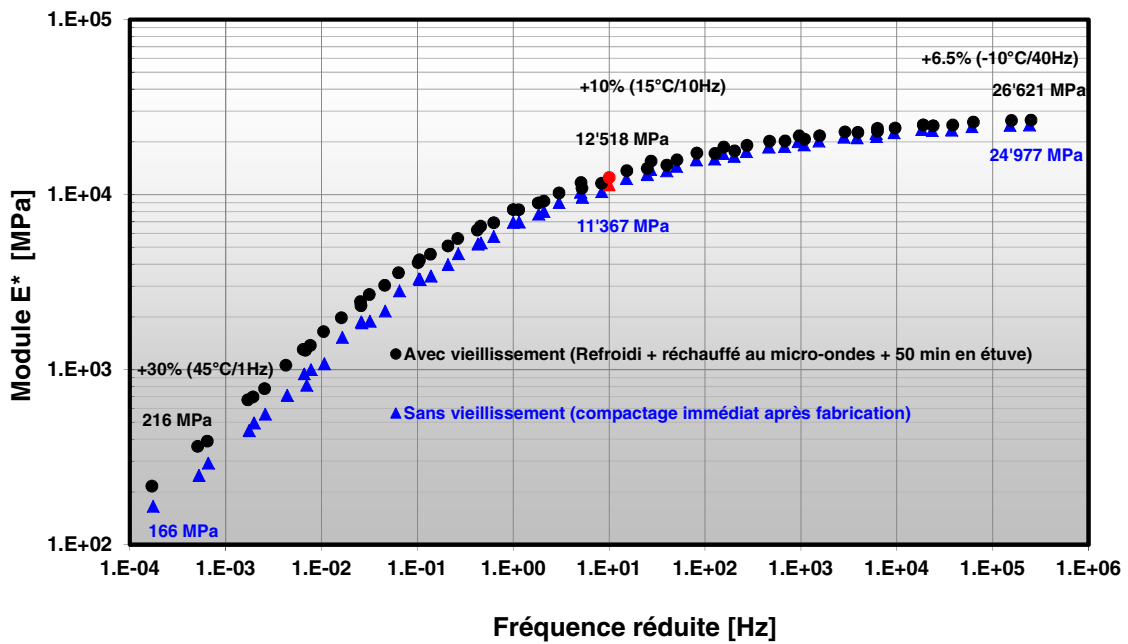


Fig. 2.19. Courbe maîtresse du module E^* - Référence 15°C. HMT 22 S au liant 50/70 (4.22 %/E – MR 2.73 – HM 5.1%)

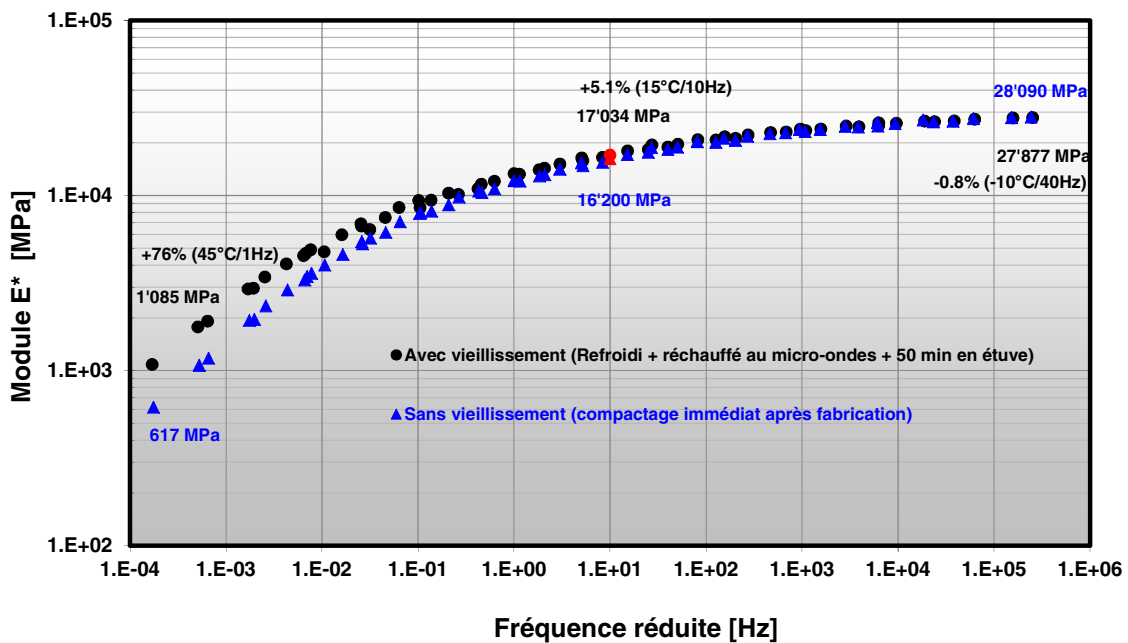


Fig. 2.20 Courbe maîtresse du module E^* - Référence 15°C. EME 2 au liant 10/20 (5.35 %/E – MR 3.52 – HM 3.3%)

L'essai de rigidité réalisé sur les 4 produits fabriqués en laboratoire et compactés immédiatement après fabrication comparé aux 4 produits refroidis, réchauffés au micro-ondes et stabilisés 50 minutes en étuve (Méthodologie Lavoc, annexe 1) indique une variation du module de rigidité de :

- -2.5% à +6.5% à -10°C/40Hz
- +1.1% à +10% à 15°C/10Hz (température et fréquence de dimensionnement)
- +30% à +76% dans le domaine de 30°C à 45°C à la fréquence de 1Hz

On constate une incidence du réchauffage sur le module de rigidité :

- faible à basse température
- modérée à température médiane
- élevée à haute température

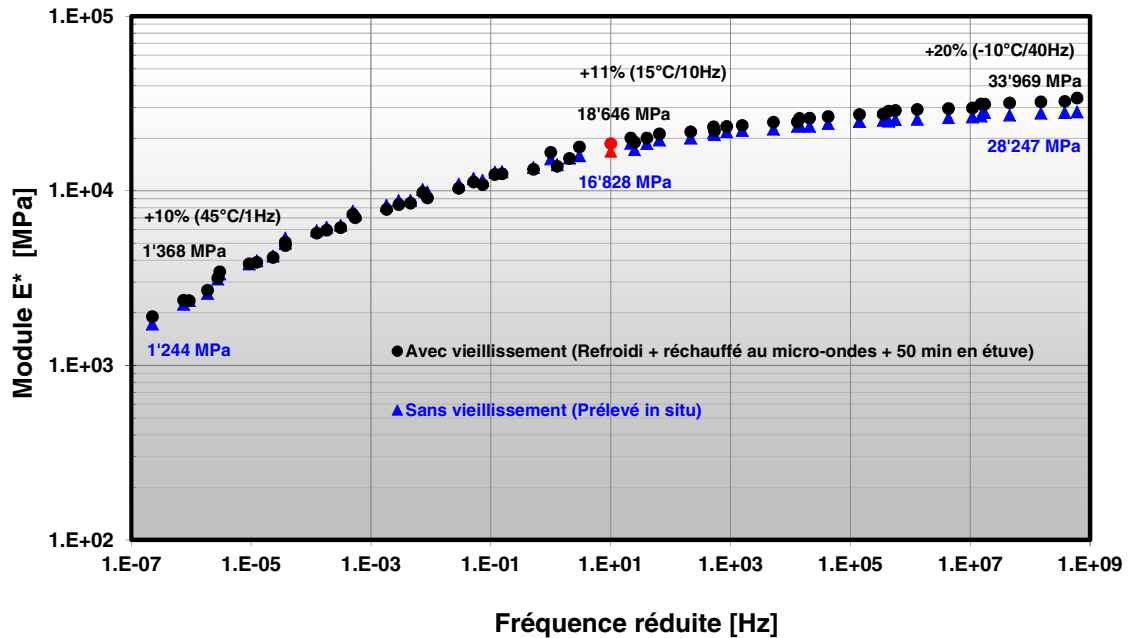


Fig. 2.21 Courbe maîtresse du module E^* - Référence 15°C. EME 2 au liant 10/20 (5.70 %/E – MR 3.66 – vides 2.5%). In situ + laboratoire.

L'essai de rigidité réalisé sur un produit fabriqué en centrale et compacté in situ puis prélevé par sciage, comparé au produit refroidi, réchauffé au micro-ondes et stabilisés 50 minutes en étuve (Méthodologie Lavoc, annexe 1) indique une variation du module de rigidité de :

- +20% à -10°C/40Hz
- +11% à +15°C/10Hz (température et fréquence de dimensionnement)
- +10% à + 45°C/1Hz

On constate une incidence modérée du réchauffage sur le module de rigidité, compte tenu des conditions de compactage et histoire thermique différentes.

2.6 Indices représentatifs du vieillissement – Etude IRTF

L'analyse IRTF permet de déterminer la composition chimique d'un bitume. Lorsque qu'une radiation infra-rouge traverse une molécule, on constate, pour certaines longueurs d'onde, une absorption sélective de la lumière correspondant aux fréquences de vibration caractéristiques des différentes liaisons chimiques. Le spectre d'absorption infra-rouge d'une substance est donc constitué d'un certain nombre de bandes dont l'identification fournit des renseignements précis sur la structure de cette substance. Le spectrophotomètre permet d'enregistrer le spectre infra-rouge transmis (ou réfléchi) par l'échantillon, en fonction de la longueur d'onde ou de la fréquence appliquée. Les bandes d'absorption identifiées peuvent être attribuées à la présence, dans l'échantillon analysé, de groupes d'atomes bien définis, de sorte qu'un spectre IR est caractéristique de la constitution d'un échantillon. La spectrométrie infra-rouge est une technique privilégiée pour suivre l'augmentation des fonctions oxydées des bitumes. Il est ainsi possible de quantifier les bandes correspondant à chacune des fonctions étudiées et de calculer ainsi des indices de vieillissement.

L'échantillon de bitume ou PmB est préalablement réchauffé à une température d'équiviscosité correspondant à la température de fabrication de l'enrobé puis homogénéisé manuellement. Le liant est déposé sur un monocristal de séléniure de zinc puis l'échantillon est introduit dans le compartiment de mesure et soumis à 8 scans. Un traitement informatique permet de traiter les données : soustraction de la vapeur d'eau, du gaz carbonique et d'obtenir une normalisation de l'empreinte spectrale de l'échantillon analysé.

Les indices sélectionnés dans le cadre de cette recherche sont les suivants :

1. Indice d'oxydation (IO) = $A1/\Sigma A_i$
2. Indice sulfoxyde (IS) = $A6/\Sigma A_i$
3. Indice d'aliphaticité (IA) = $(A3+A4)/\Sigma A_i$
4. Indice de ramification (IR) = $A4/(A3+A4)$
5. Indice longues chaînes (ILC) = $A11(A3+A4)$
6. Indice effet de bord 2 (IEB2) = $A9/(A8+A9+A10)$
7. Indice effet de bord 1 (IEB1) = $A8/(A8+A9+A10)$

La somme des aires est définie comme suit :

$$\Sigma A_i = A1+A2+A3+A4+A6+A8+A9+A10+A11+A12+A13+A14$$

Fig. 2.22 Tableau récapitulatif d'identification des aires. Bandes IRTF. Bornes d'intégration [cm⁻¹]. Sommets [cm⁻¹]

Aires	Bandes IRTF	Bornes d'intégration cm ⁻¹	Sommet cm ⁻¹ (*)
A13	v CH sp2 et sp3	3100 – 2700	2953, 2923, 2862
A12	v CH ₂ sp3	2877 – 2813	2862
A14	v (CH ₂ +CH ₃) sp3	2995 – 2877	2953, 2923
A1	v C=O	1753 – 1635	1700
A2	v C=C	1635 – 1530	1598
A3	δ CH ₂	1530 – 1398	1460
A4	δ CH ₃	1398 – 1350	1376
A6	δ S=O	1098 – 978	1030
A8	γ -C=CH- à 1 H isolé	909 – 837	864
A9	γ -C=CH- à 2-3 H adjacents	837 – 775	800
A10	γ -C=CH- à 3-4 H adjacents	775 – 731	743
A11	R(CH ₂) _n -	731 – 705	722

Remarques :

(*) valeur moyenne du sommet

v : vibrations de valence

δ,γ : vibrations de déformation

En IRTF, les indices structuraux sont obtenus principalement par des rapports d'aires spécifiques à certains groupements chimiques.

L'évolution au cours du vieillissement routier est fondée d'une part sur l'apparition d'espèces telles que :

- les acides carboxyliques
- les cétones
- les anhydrides
- les composés 2-quinolones
- les sulfoxydes aliphatiques,

d'autre part, sur la disparition d'autres espèces telles que les aliphatiques à longues chaînes (n>= 4 à 6 carbones).

2.6.1 Représentation graphique comparative de l'oxydation IO pour les différents traitements

Type de spectromètre utilisé : IRTF PARAGON 1000

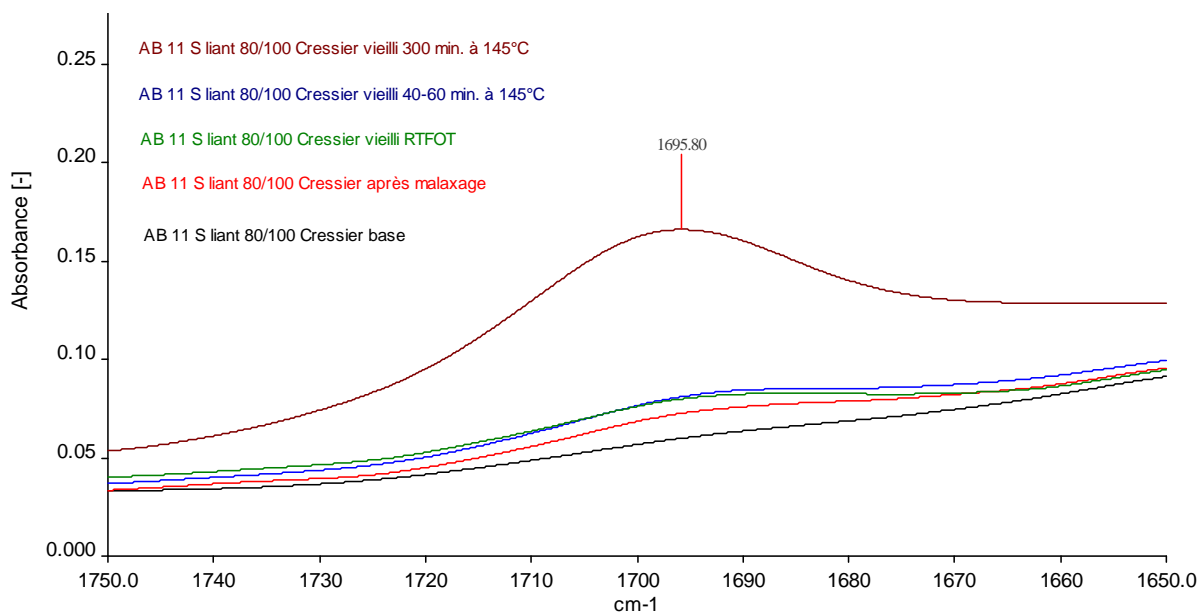


Fig. 2.23 Analyse IRTF d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier – Indice d'oxydation IO à 1695.80 cm^{-1} à différents stades de vieillissement thermique

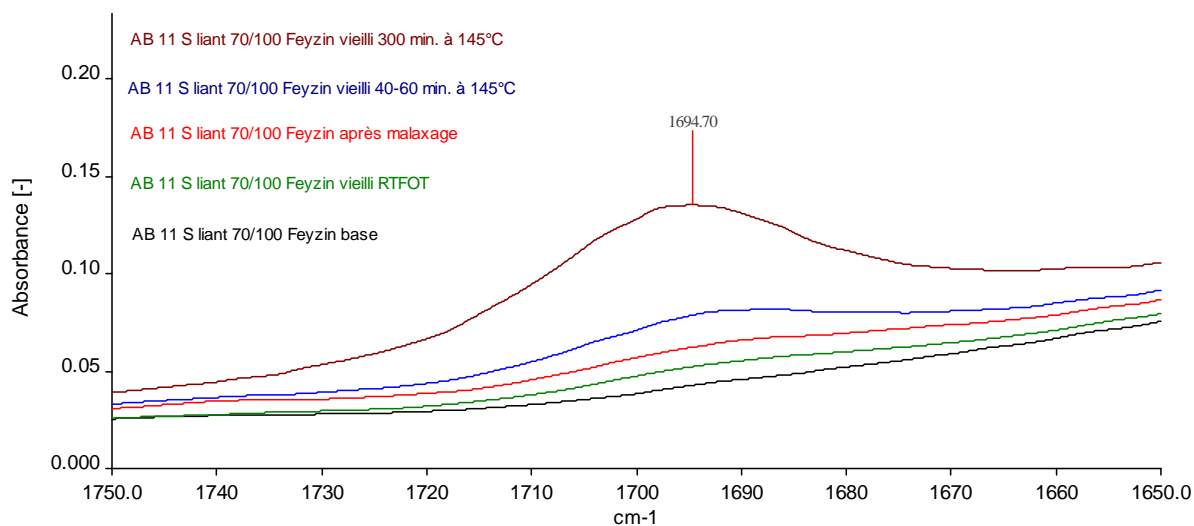


Fig. 2.24 Analyse IRTF d'un AB 11 S au liant B 70/100 de Feyzin – Indice d'oxydation IO à 1694.70 cm^{-1} à différents stades de vieillissement thermique

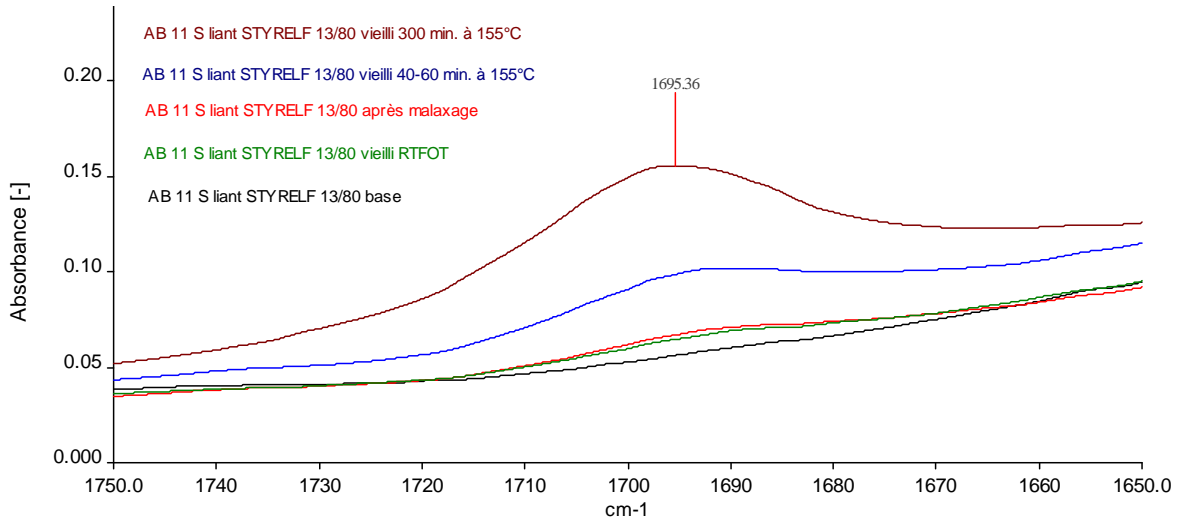


Fig. 2.25 Analyse IRTF d'un AB 11 S au liant Styrelf 13/80 – Indice d'oxydation IO à 1695.36 cm^{-1} à différents stades de vieillissement thermique

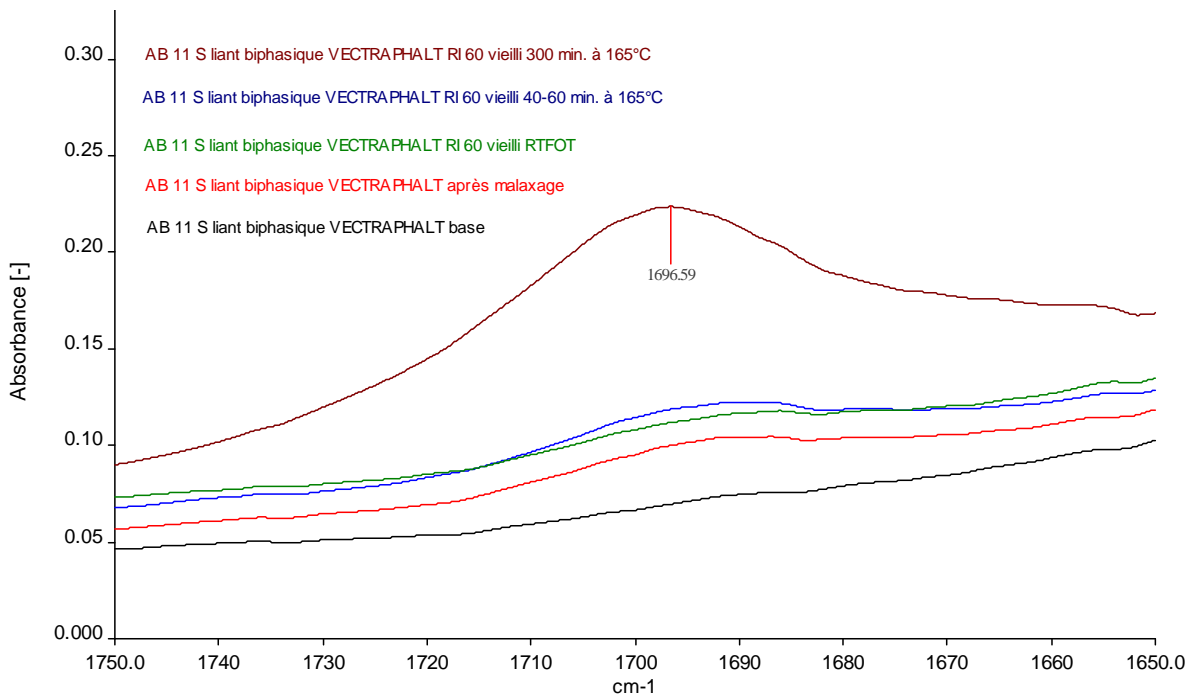


Fig. 2.26 Analyse IRTF d'un AB 11 S au liant biphasique VECTRAPHALT RI 60 – Indice d'oxydation IO à 1696.59 cm^{-1} à différents stades de vieillissement thermique

Les graphiques montrent une évolution logique du vieillissement en référence au spectre du bitume de base. On constate une évolution très significative du vieillissement du liant après 5 heures de réchauffage en étuve.

Il est plus difficile d'évaluer l'effet sur le vieillissement dans les cas : vieilli RTFOT, vieilli 40 à 60 minutes et vieilli après malaxage, les valeurs d'oxydation obtenues se situant dans un intervalle proche.

2.6.2 Indice d'oxydation (IO)

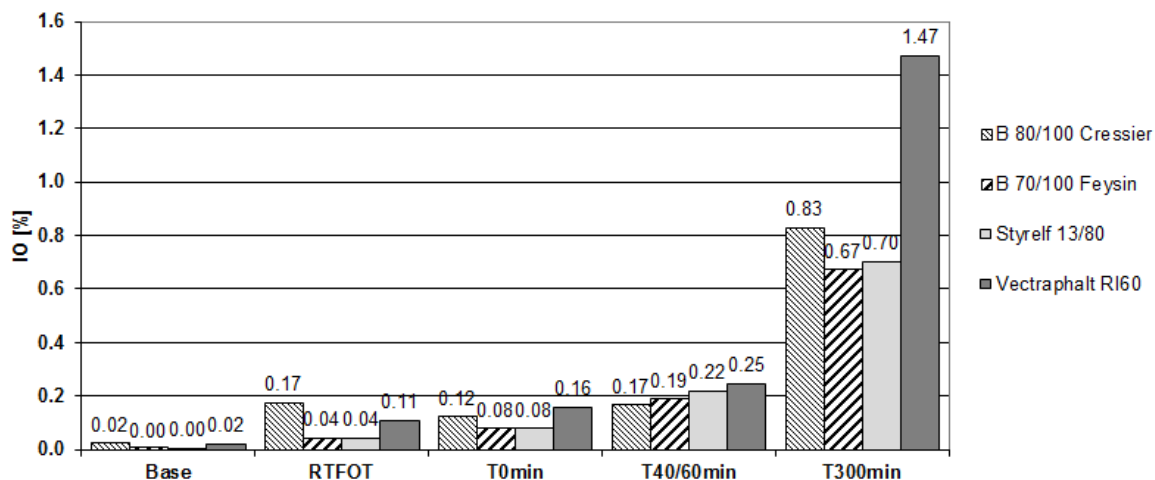


Fig. 2.27 Indices d'oxydation IO

D'une manière générale, les indices d'oxydation des liants de base sont faibles comparativement à ceux enregistrés sur une étude précédente ([7] Grimm, 2000).

L'évolution des liants issus de RTFOT et de ceux récupérés sur les enrobés à la sortie du malaxeur est proche, tandis que le traitement de 40 à 60 minutes provoque une oxydation supplémentaire.

Le réchauffage des enrobés durant 5 heures de temps à l'étuve (300 minutes) provoque une altération des liants due à une très forte oxydation qui atteint son paroxysme avec le bitume-polymère biphasique Vectraphalt.

2.6.3 Indice sulfoxyde (IS)

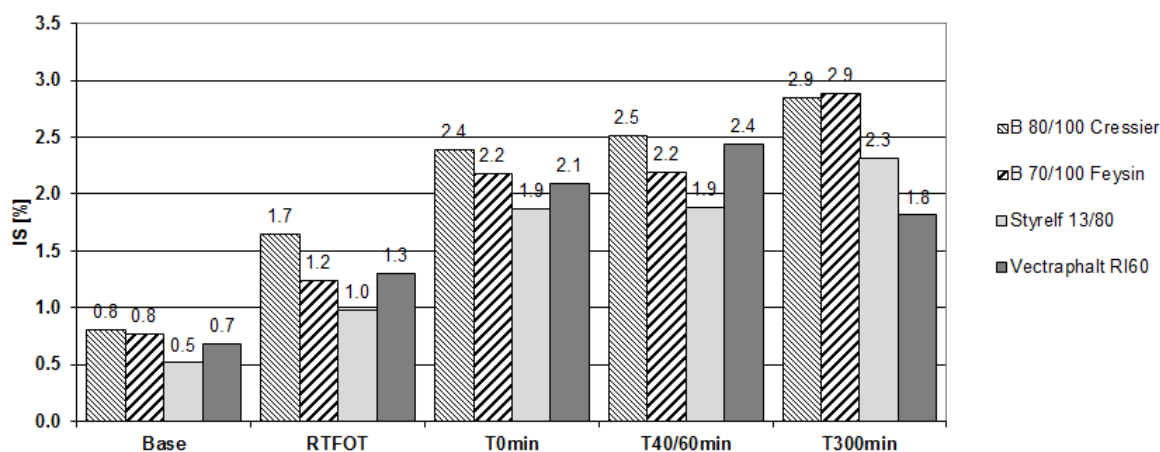


Fig. 2.28 Indices sulfoxydes (IS)

Dans cette étude, il se révèle que l'indice sulfoxyde est celui qui répond le mieux aux différents traitements thermiques en apportant une différenciation très fine.

Ainsi, on s'aperçoit que l'évolution des liants issus de RTFOT est bien en deçà de celle des liants récupérés à la sortie du malaxeur.

Contrairement à ce qu'il se passe avec l'indice d'oxydation IO, un réchauffage modéré

correspondant à une durée de 40 à 60 minutes ou prolongé (300 minutes) ne fait pas évoluer l'indice sulfoxyde de façon significative. D'où la conclusion que l'indice sulfoxyde est très sensible à l'oxydation uniquement dans les tous premiers stades de celle-ci.

Concernant le liant Vectraphalt, on note une diminution de l'indice sulfoxyde entre un réchauffage de 40 à 60 minutes et un réchauffage de 5 heures. Il est important de noter que la mesure de l'aire A6 correspondant à l'indice sulfoxyde est quelque peu biaisée par la présence de la bande à 966 cm⁻¹ due au polymère SBS.

2.6.4 Evolution du ratio (IS/IO)

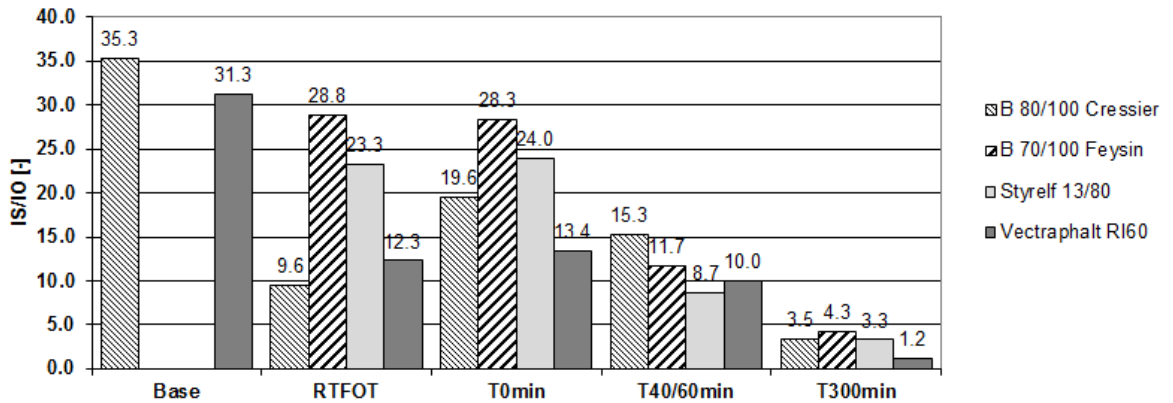


Fig. 2.29 Ratio IS/IO

Dans le rapport ([7] Grimm, 2000), on avait émis l'hypothèse que l'on parvenait à différencier les bitumes et les bitumes-polymères quant à leur susceptibilité à l'oxydation par l'évolution de leur ratio IS/IO.

Cette hypothèse se vérifie également dans le cas présent, surtout si l'on considère l'évolution concomitante pour les quatre liants se traduisant par une diminution sensible du ratio (diminution de quelques 15 points en moyenne) lorsque l'on passe par les différents stades de sollicitation thermique (Sortie du malaxeur, réchauffage de 40 à 60 minutes, réchauffage de 5 heures).

Contrairement à ce qui avait été observé dans ([7] Grimm, 2000), il n'y a pas ici d'évolution du ratio vers des valeurs plus élevées, laquelle traduirait une faible susceptibilité à l'oxydation. Dans ([7] Grimm, 2000), on avait imputé au liant Styrelf la particularité de suivre cette évolution singulière. Cela n'est plus du tout le cas dans cette étude.

S'agissant du liant de base, il n'est pas indiqué de calculer ce ratio qui peut varier d'un bitume à l'autre dans d'énormes proportions. C'est la raison pour laquelle les valeurs très élevées enregistrées sur le B70/100 Feysin (768) et sur le Styrelf (250) n'ont pas été reportées dans le graphique.

On note également une bonne adéquation dans la tendance évolutive entre les différents liants pour les 2 stades d'évolution RTFOT et à la sortie du malaxeur, mais à une exception près : le B80/100 Cressier.

2.6.5 Indice longue chaîne (ILC)

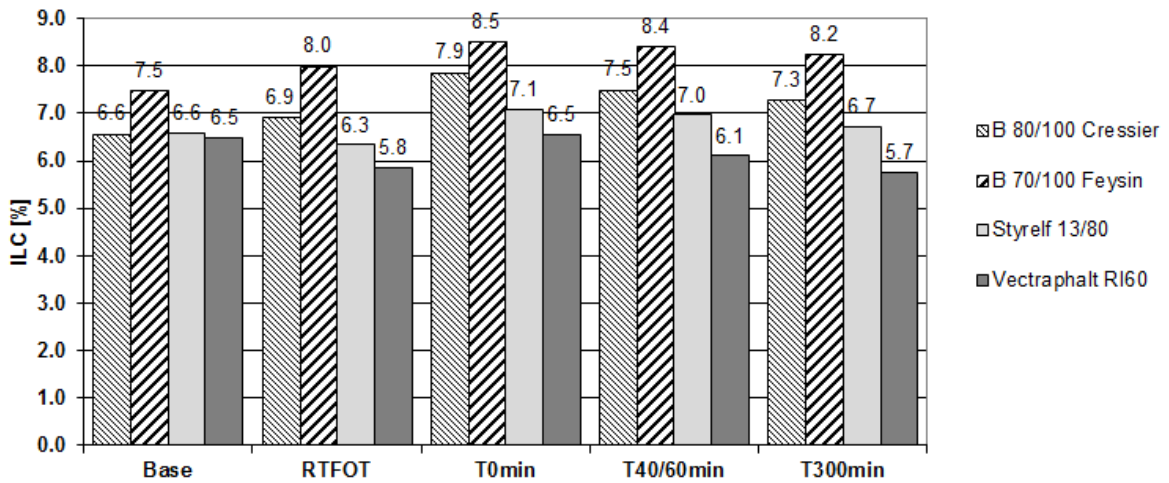


Fig. 2.30 Indice longue chaîne (ILC)

Selon ([7] Grimm, 2000), on avait distingué deux phases dans les variations du taux d'aliphatiques à longues chaînes :

- diminution drastique du taux lors du vieillissement à court terme (échec après RTFOT et T0min)
- suivie d'une légère augmentation au cours du vieillissement à long terme (échec PAV)

Hormis le liant Vectraphalt qui présente une évolution irrégulière suivant le stade de sollicitation thermique considéré, les autres liants suivent la tendance liée à une légère augmentation du taux.

En ce qui concerne l'indice ILC, on en tire la conclusion que l'essai RTFOT, censé appréhender l'évolution structurale des longues chaînes aliphatiques lors de la première phase, se situe en vérité au-delà de la période de vieillissement à court terme.

2.6.6 Indice de ramification (IR)

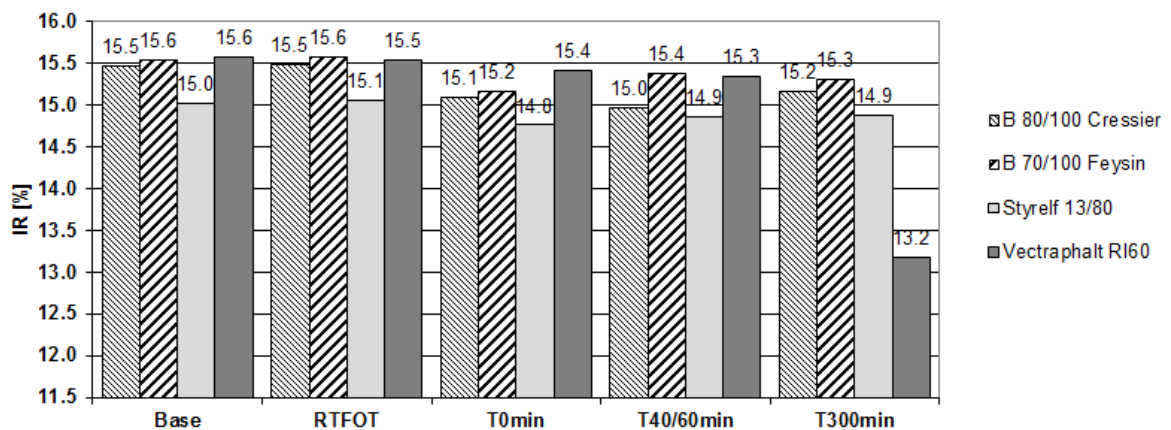


Fig. 2.31 Indice de ramification (IR)

Le taux d'aliphatiques ramifiés est mesuré par l'indice de ramification. Ce taux a tendance à augmenter au cours du vieillissement à long terme. Cette loi d'évolution n'est en l'occurrence pas vérifiée dans la présente étude. Quoiqu'insignifiante, une légère tendance à la diminution du taux s'y dessine plutôt.

2.6.7 Indice d'aliphaticité (IA)

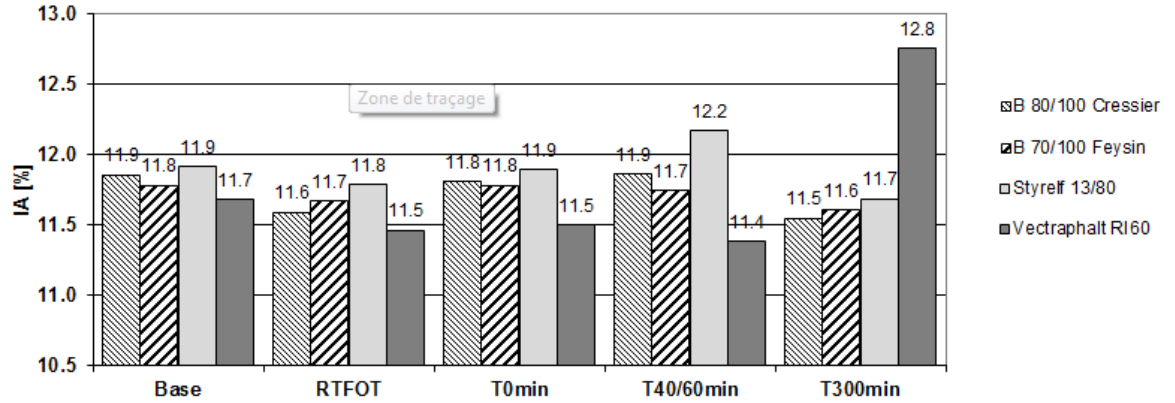


Fig. 2.32 Indice d'aliphaticité (IA)

On notait selon ([7] Grimm, 2000) une évolution parallèle et concomitante entre les trois indices ILC, IR et IA. (Tendance à une légère augmentation au cours du vieillissement à long terme).

Dans la présente étude, il semble difficile de déceler une quelconque tendance, d'autant que le liant Vectraphalt présente, comme dans le cas de l'indice IR, des valeurs divergentes par rapport à la moyenne des autres liants, au stade de sollicitation correspondant à T300 minutes.

2.6.8 Indice effet de bord 1 (IEB1) et indice effet de bord 2 (IEB2)

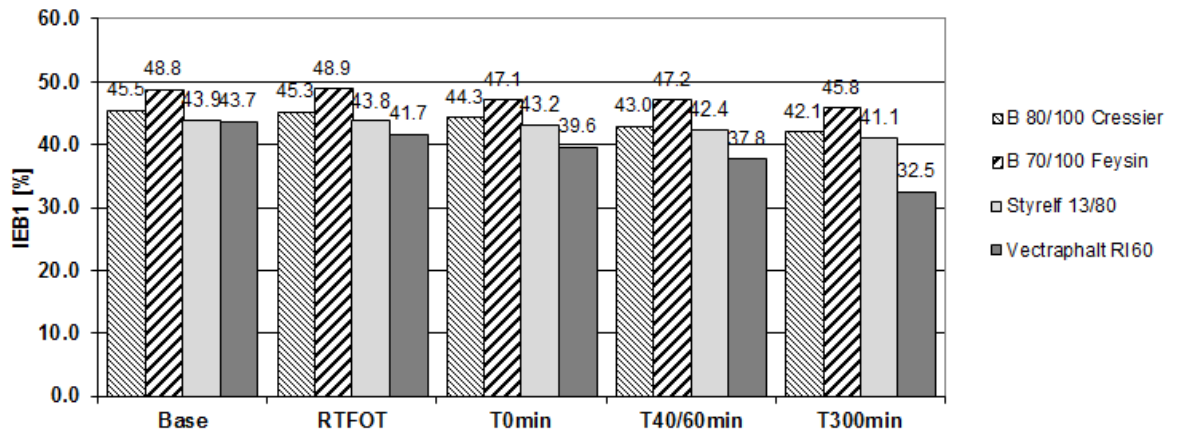


Fig. 2.33 Indice effet de bord 1 (IEB1)

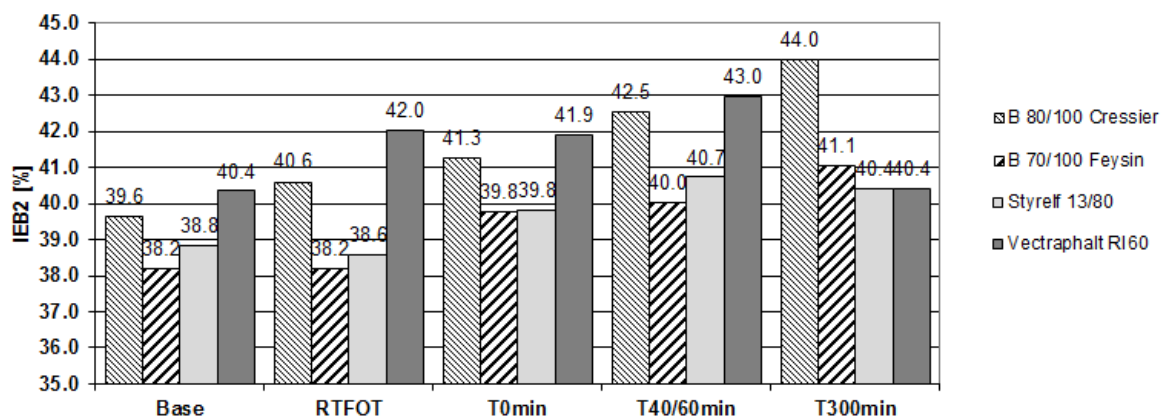


Fig. 2.34 Indice de bord 2 (IEB2)

On relevait dans ([7] Grimm, 2000) que l'évolution, rencontrée chez un certain nombre de liants, relative aux indices effets de bord 1 et 2, qui ont tendance à augmenter contrairement à l'indice effet de bord 3 qui a tendance à diminuer, traduisait la transformation progressive des structures vers une élévation du niveau de condensation des noyaux aromatiques et vers une modification de l'état de substitution des composés polyaromatiques.

Dans la présente étude, cette loi d'évolution est bien suivie par IEB2, spécialement chez les liants en bitumes purs, tandis que l'indice IEB1 reste relativement stable aux différents stades de sollicitation thermique.

L'indice IEB3 n'a pas fait l'objet d'une exploitation.

2.6.9 Incidences quant à la suite de l'étude

Cette étude a le mérite d'avoir montré que seuls les indices IO, IS et le ratio IS/IO présentent une évolution significative aux différents stades de sollicitation thermique considérés. Ce sont eux qui permettent d'appréhender le mieux l'action de l'air et de la température sur les bitumes et les bitumes-polymères par le suivi de l'évolution des fonctions oxydées dans ces liants.

3 Résultats de l'étude d'approfondissement et de calibration (B)

L'étude d'approfondissement et de calibration (B) s'est attachée à approfondir trois procédures de réchauffage avec une investigation sur trois recettes avec divers teneurs en liant.

Les temps estimés de réchauffage correspondent au temps nécessaire à l'opérateur pour compacter quatre éprouvettes Marshall soit environ 40 à 60 minutes. Ainsi, il a été retenu un temps représentatif de 50 minutes.

La référence qualifiée de normale consiste à réchauffer le matériau en étuve traditionnelle pendant 3 heures en une seule masse sans brassage.

Effet du type de réchauffage :

- étuve traditionnelle
- étuve traditionnelle + azote
- four à micro-ondes + stabilisation en étuve

Recettes :

- Etude complète avec AC 11 S - B 70/100 Feyzin (2 teneurs en liant) :
 - élevée \Rightarrow 6.4% (MR élevé – 3.7)
 - faible \Rightarrow 5.4% (MR faible – 3.1)
- Etude partielle avec 6% de liant (MR moyen – 3.5) :
 - B 70/100 (Feyzin) - B 55/70 (Cressier) – Styrelf 13/80 – BP Structur 15/25

Matériaux sélectionnés :

- Granulats calcaire-siliceux (Balmholz)
- Concasseurs à enclumes = arêtes vives = importance accrue des granulats
- 3 liants traditionnels et 1 liant PmB :
 - B 70/100 de distillation directe (Feyzin)
 - B 55/70 semi-soufflé de Cressier
 - PmB greffé (Styrelf 13/80 SBR monophasique)
 - BP Structur 15/25
- Formule de référence milieu du fuseau, 3 teneurs en liant : faible, moyenne, élevée
- Masse d'enrobé par essai = 5'000 g (~ 4 éprouvettes Marshall) dans récipient sans couvercle, avec sonde de température au cœur de la masse

Equipement :

- Etuve sans apport d'air frais, ventilation minimum
- Etuve avec débit d'azote 2 l/min
- Four à micro-ondes 3300 W avec mesure de température à chaque séquence de 1 minute. Montée en température = ~ 25°C/min pour masse de 5 kg et ~ 10°C/min pour 18 kg

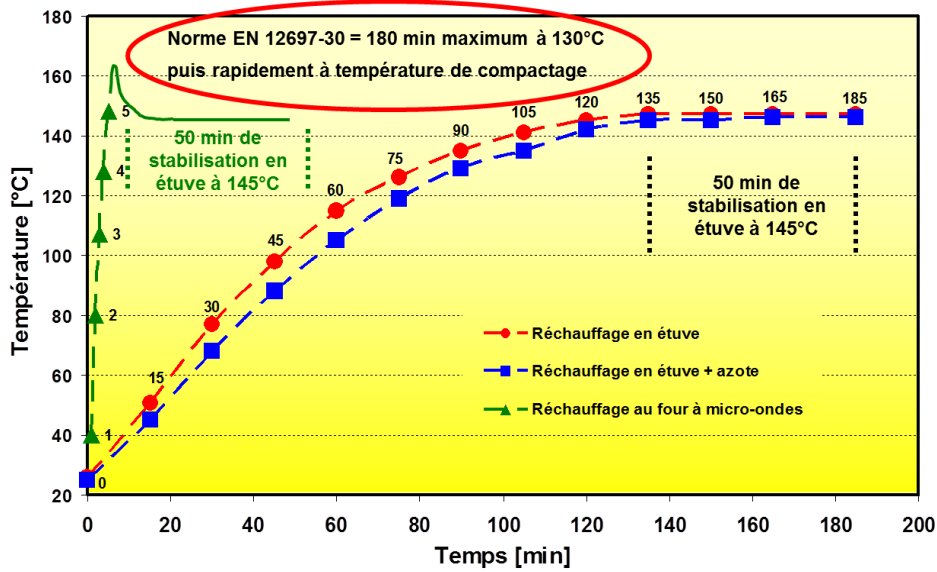


Fig. 3.1 Procédures de réchauffage

La norme EN 12697-30 spécifie un réchauffage à 130°C pour certaines catégories d'enrobés. Cette procédure, insuffisamment précise, est modifiée par la présente étude. De plus, elle ne préconise pas l'utilisation d'un four à micro-ondes.

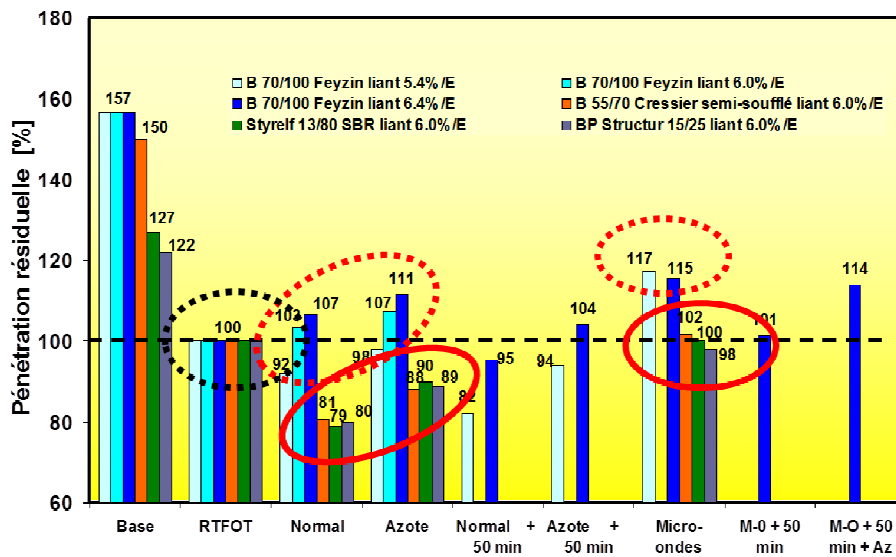


Fig. 3.2 Modes de réchauffage. 6 recettes. Pénétration résiduelle

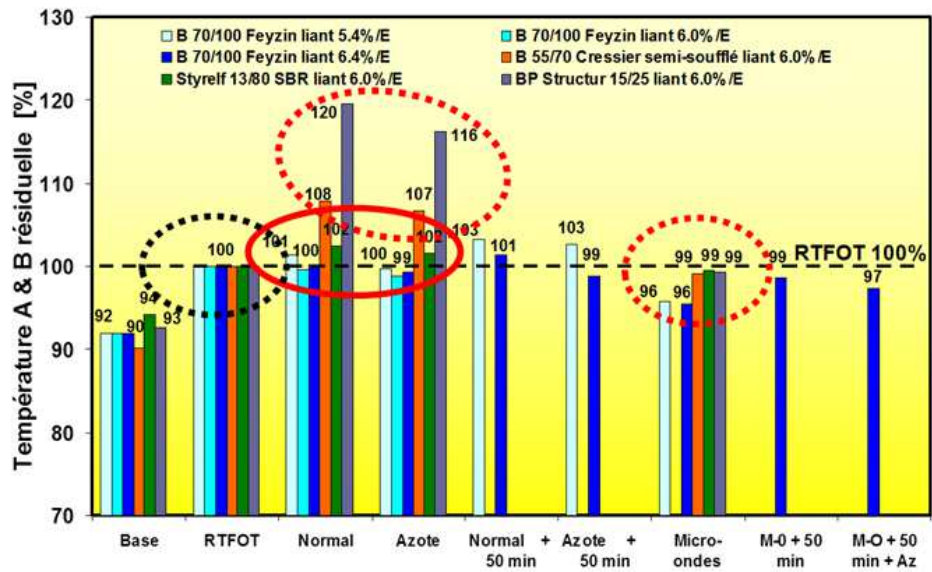


Fig. 3.3 Modes de réchauffage. 4 liants. Température Anneau et Bille résiduelle

L'effet du mode de réchauffage analysé sur la variation de la pénétration et de la température Anneau et Bille par rapport au vieillissement RTFOT montre que le vieillissement sous azote est sensiblement réduit. L'utilisation d'un four à micro-ondes pour la montée en température peut être recommandée.

Tous les réchauffages avec un temps de 50 minutes de stabilisation sont très proches des valeurs RTFOT.

4 Vérification et validation (C)

Cette partie de l'étude vise à vérifier et valider la procédure retenue. Elle permet d'évaluer l'incidence de la procédure de réchauffage sur les essais SN et EN normalisés en Suisse à ce jour et sélectionnés pour l'ETF et les essais complémentaires.

Procédure retenue

La procédure de réchauffage retenue est décrite à l'annexe 1 du présent rapport.

Essais réalisés :

- Essai Marshall
- Essai de sensibilité à l'eau ITSr
- Essai de traction indirecte ITS
- Essai d'orniérage
- Essai de compactibilité PCG

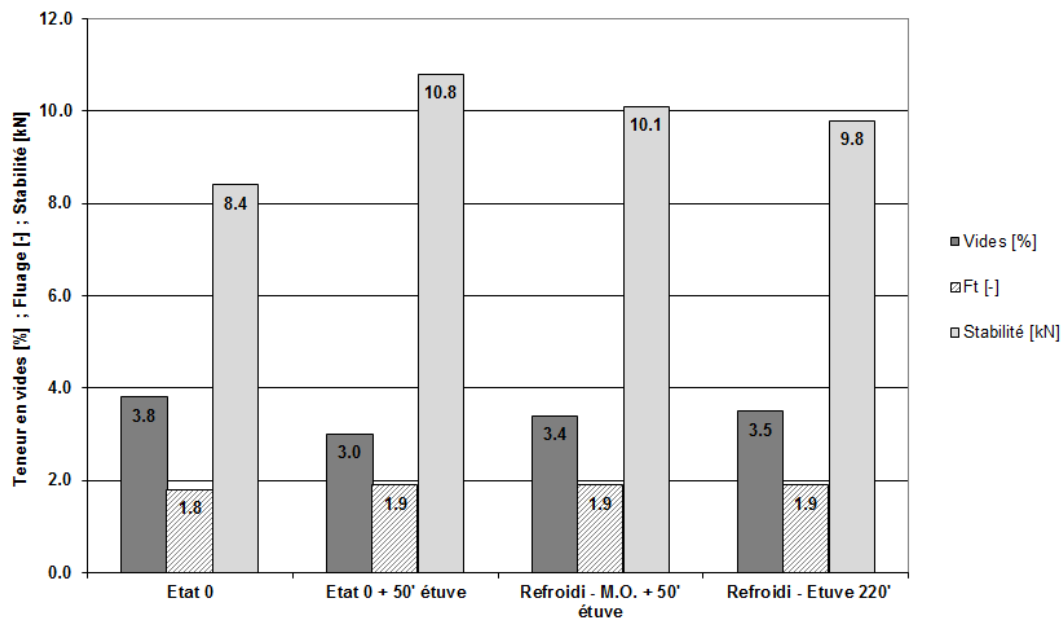


Fig. 4.1 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 5.4%). Essai Marshall. Stabilité, fluage et teneur en vides

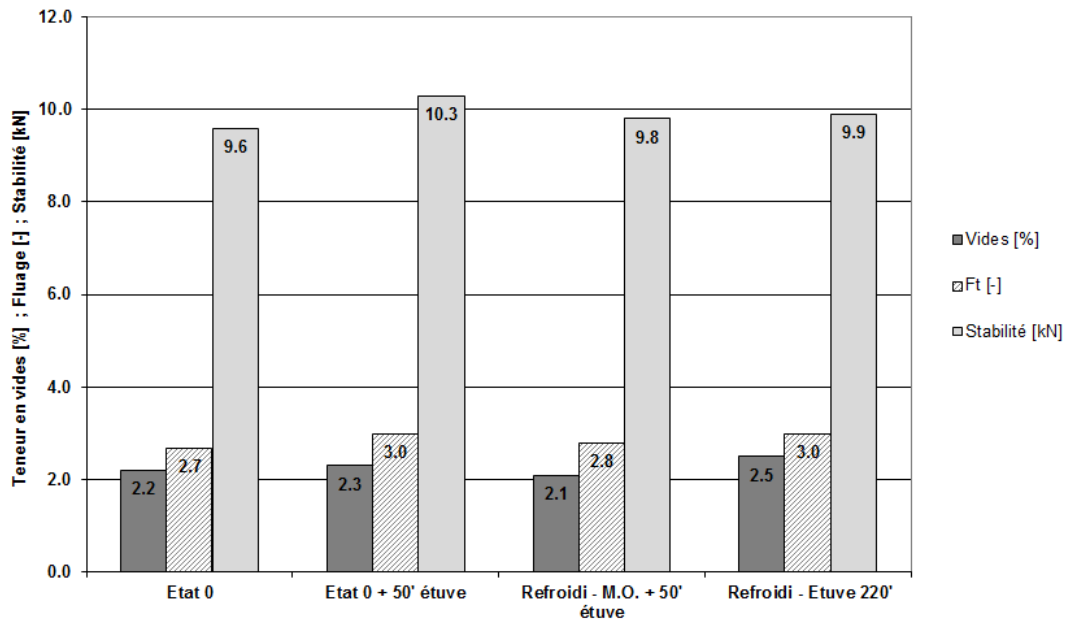


Fig. 4.2 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 6.4%). Essai Marshall. Stabilité, fluage et teneur en vides

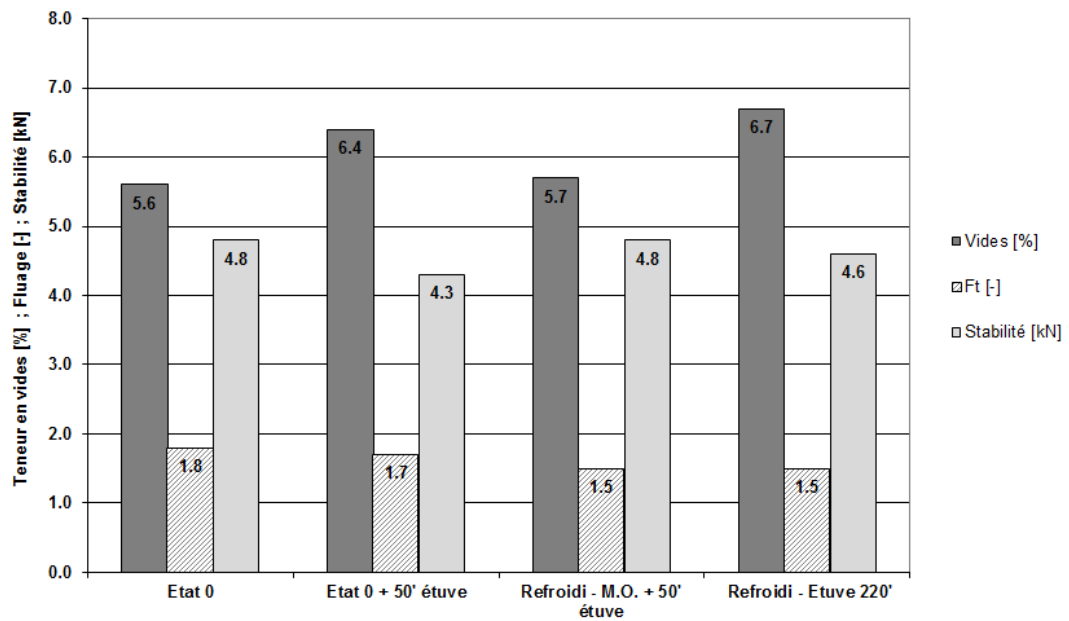


Fig. 4.3 Effet du réchauffage sur un AC MR 11 PmB. Essai Marshall. Stabilité, fluage et teneur en vides

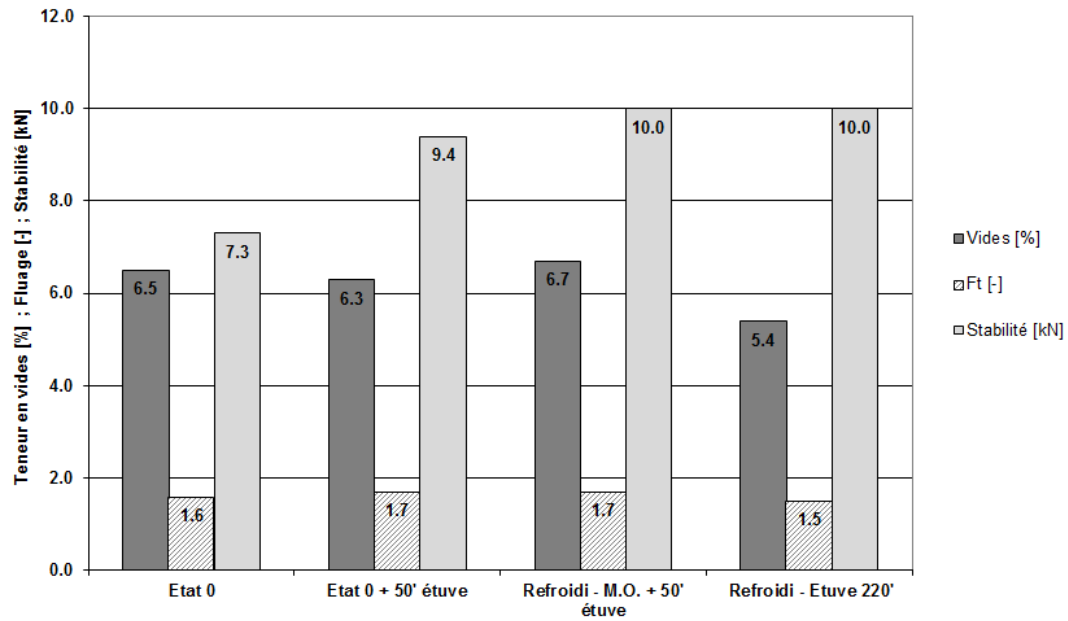


Fig. 4.4 Effet du réchauffage sur un AC B 22 H. Essai Marshall. Stabilité, fluage et teneur en vides

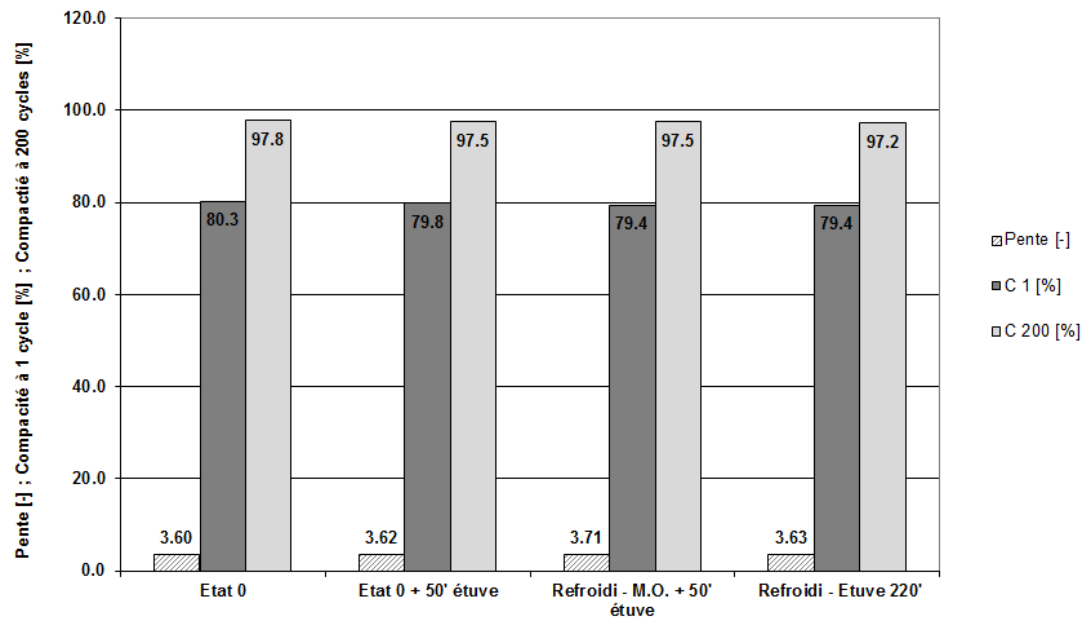


Fig. 4.5 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 5.4%). Compactage PCG. Effet sur la pente et la teneur en vides

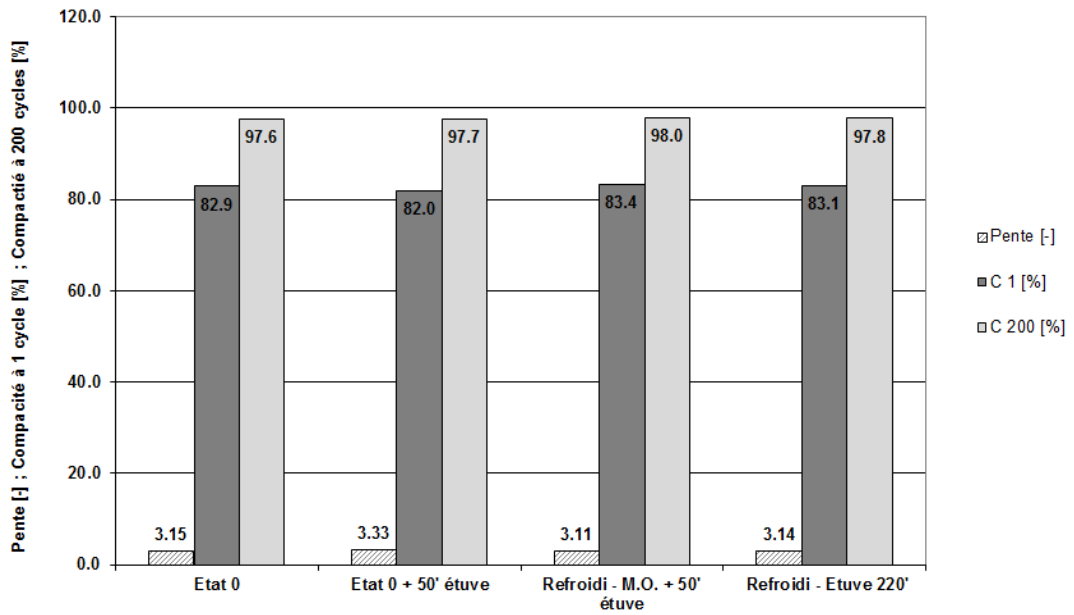


Fig. 4.6 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 6.4%). Compactage PCG. Effet sur la pente et la teneur en vides

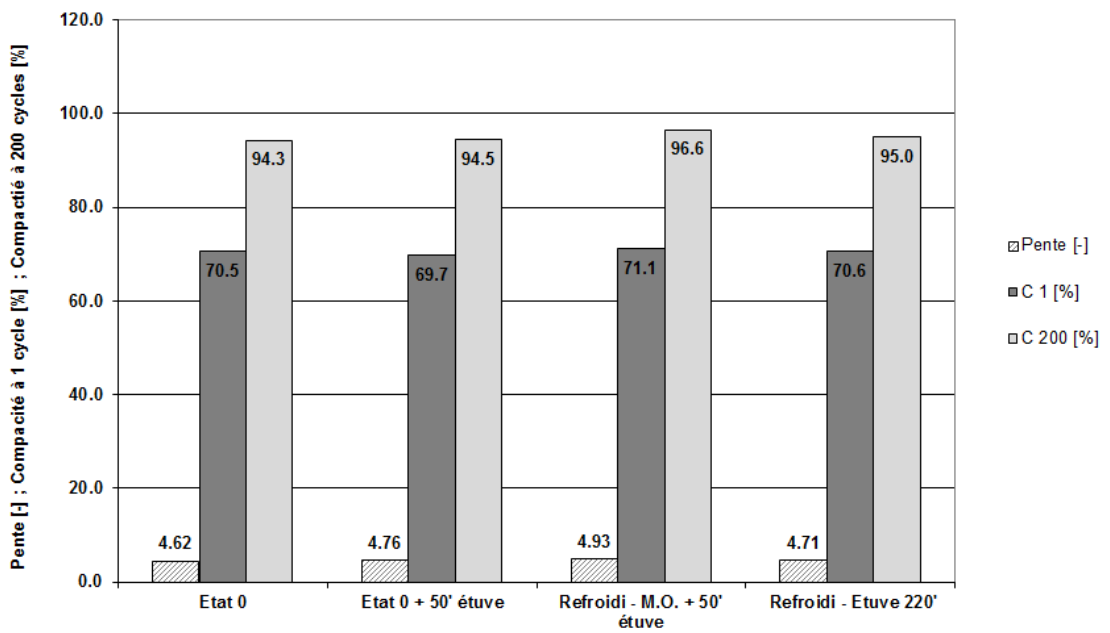


Fig. 4.7 Effet du réchauffage sur un AC MR 11 PmB. Compactage PCG. Effet sur la pente et la teneur en vides

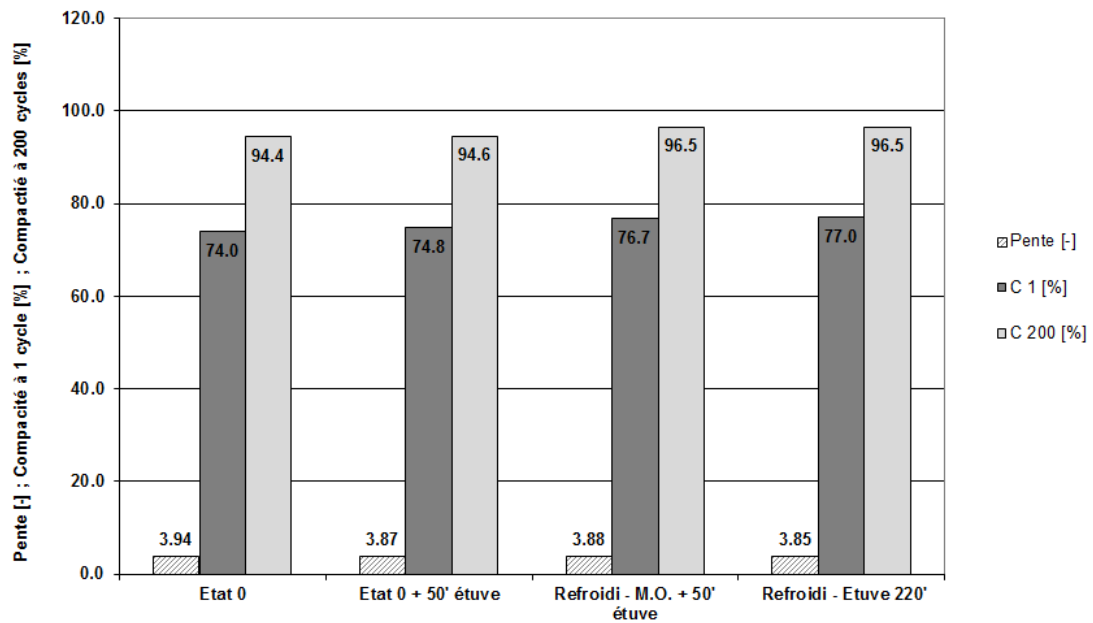


Fig. 4.8 Effet du réchauffage sur un AC B 22 H. Compactage PCG. Effet sur la pente et la teneur en vides

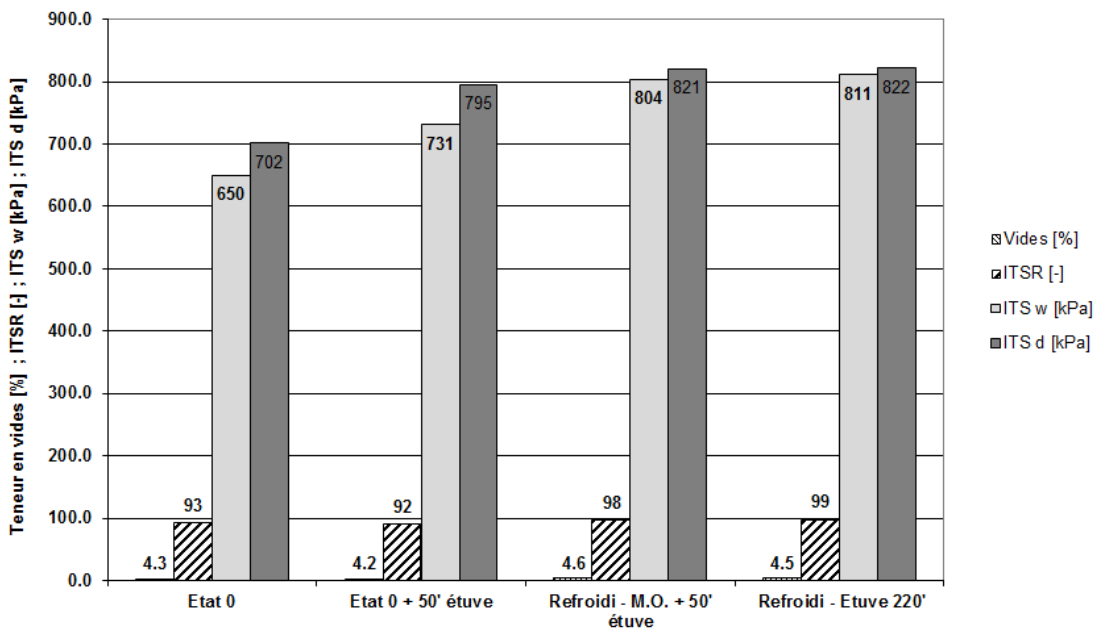


Fig. 4.9 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 5.4%). Teneur en vides, ITSR, ITS w, ITS d. Essai à 22°C

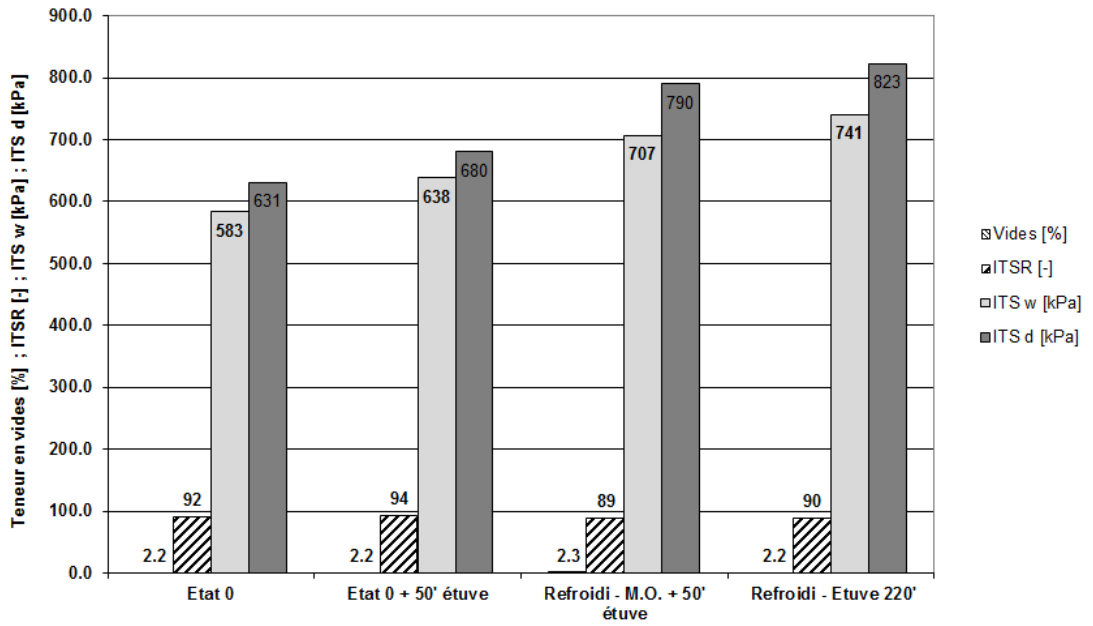


Fig. 4.10 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 6.4%). Teneur en vides, ITSR, ITS w, ITS d. Essai à 22°C

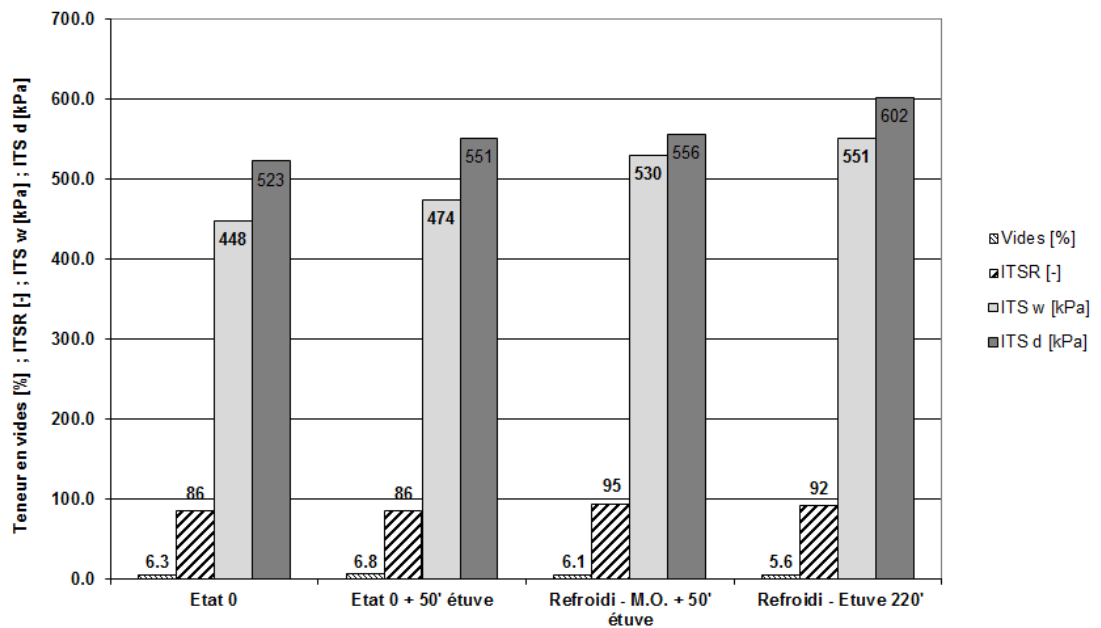


Fig. 4.11 Effet du réchauffage sur un AC MR 11 PmB. Teneur en vides, ITSR, ITS w, ITS d. Essai à 22°C

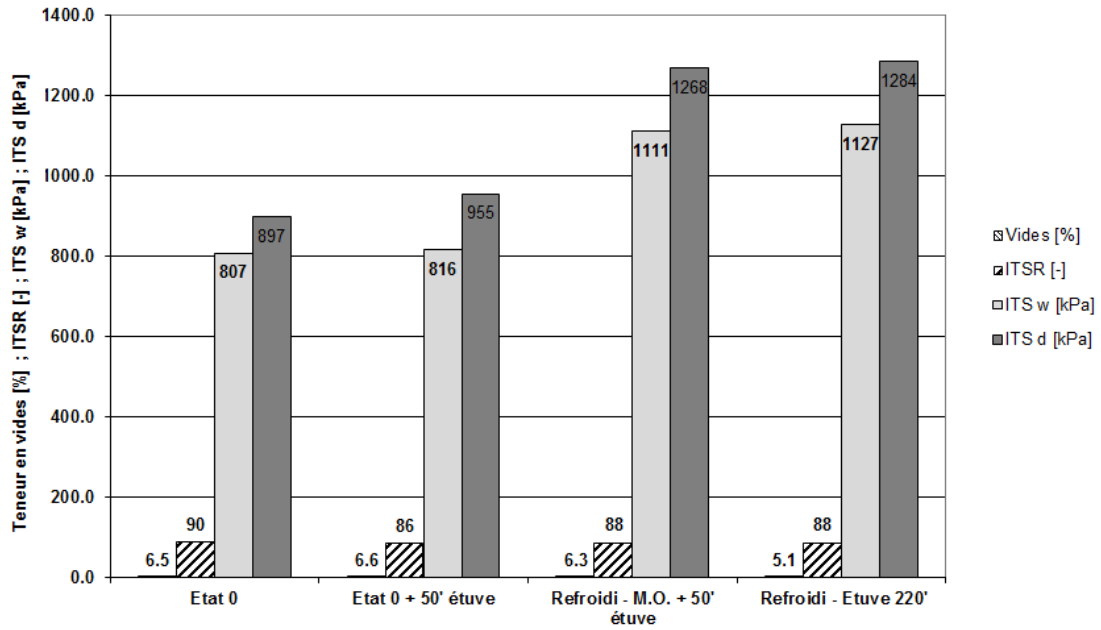


Fig. 4.12 Effet du réchauffage sur un AC B 22 H. Teneur en vides, ITSR, ITS w, ITD d. Essai à 22°C

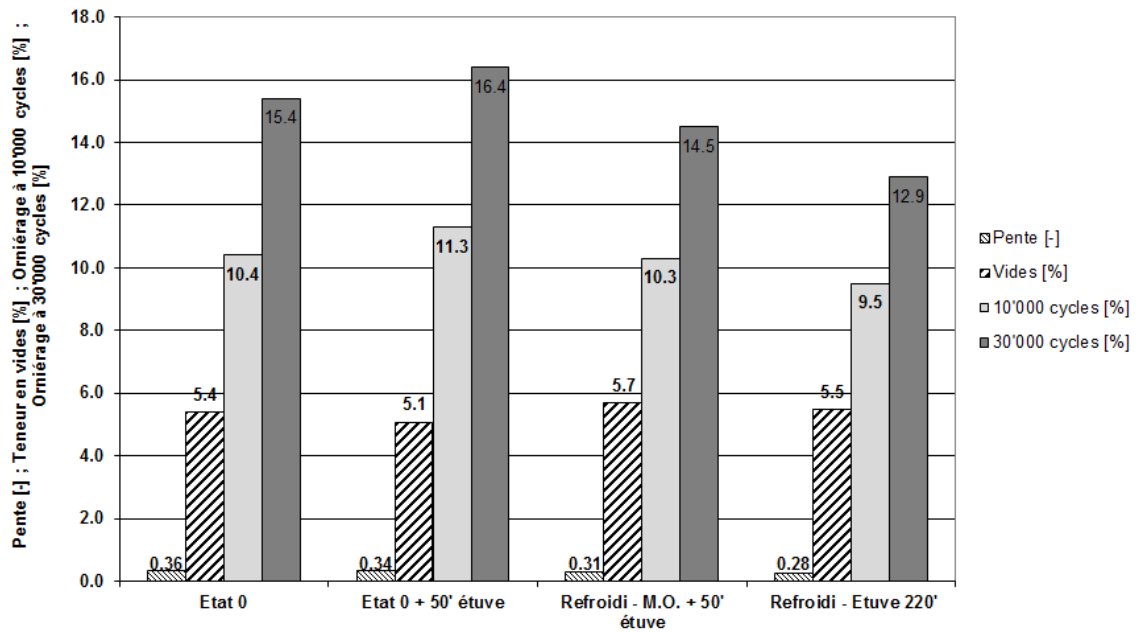


Fig. 4.13 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 5.4%). Essai d'orniérage à 60°C

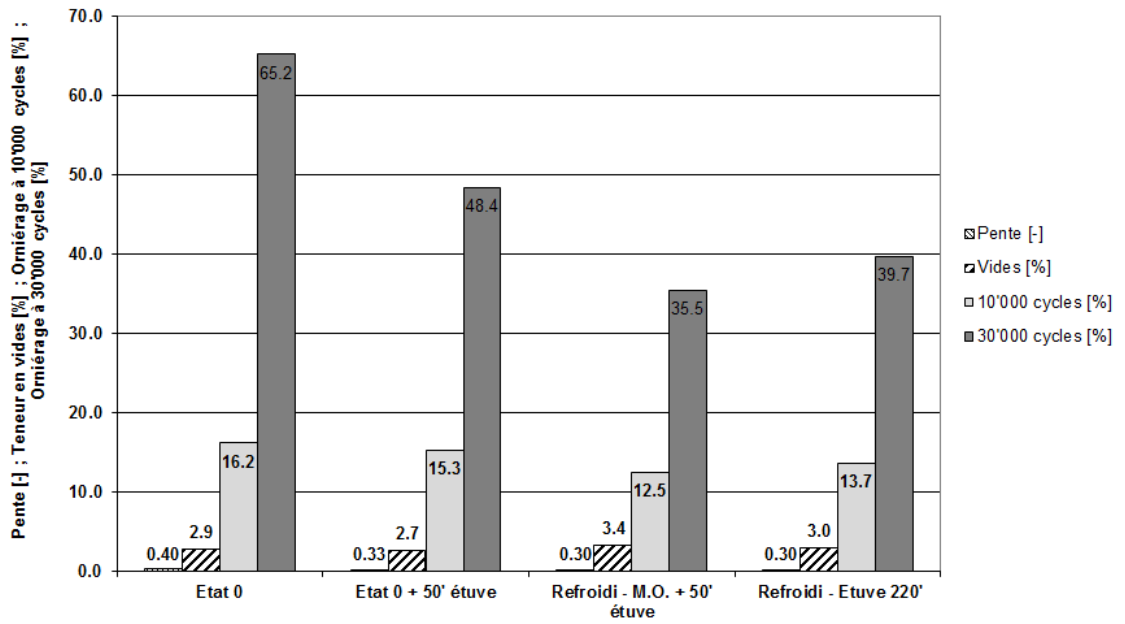


Fig. 4.14 Effet du réchauffage sur un AC 11 S (Teneur en liant 6.4%). Essai d'orniérage à 60°C

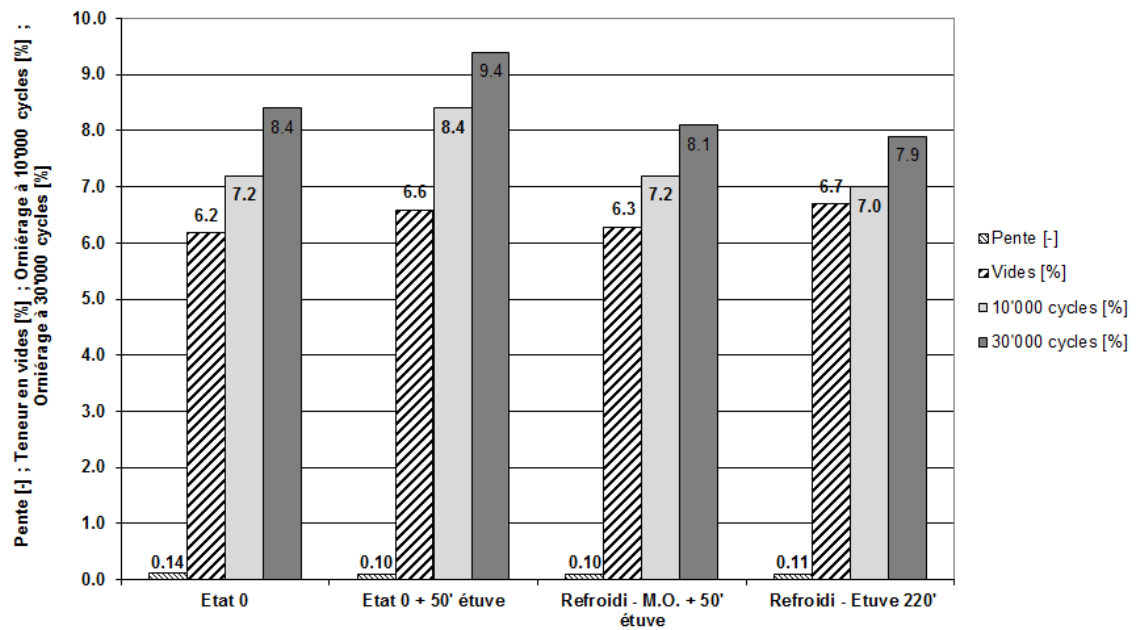


Fig. 4.15 Effet du réchauffage sur un AC MR 11 PmB. Essai d'orniérage à 60°C

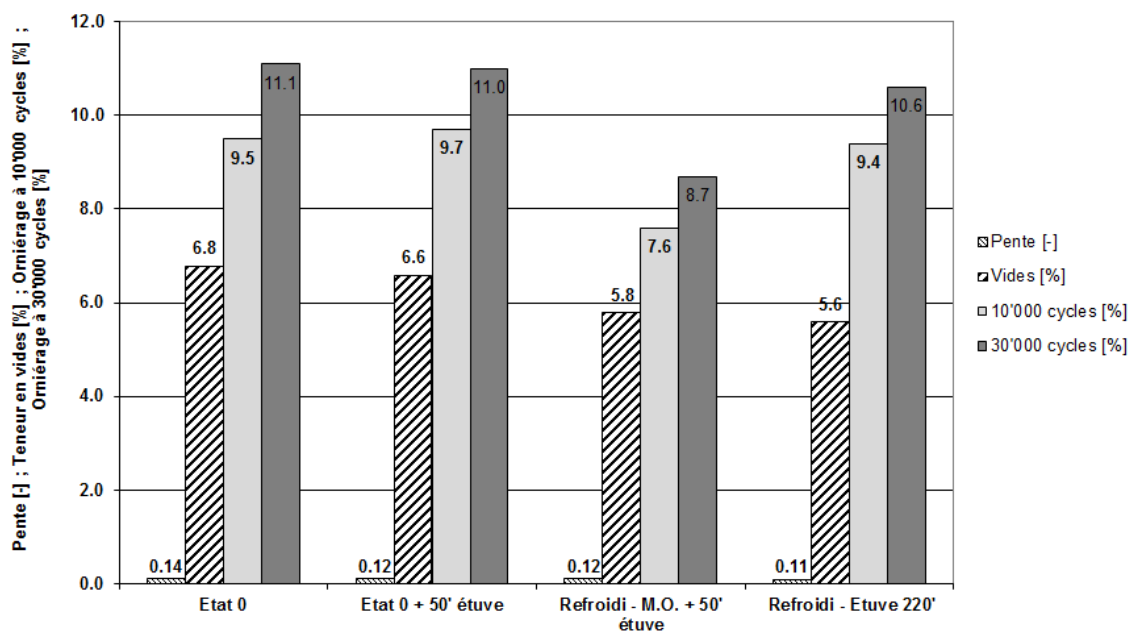


Fig. 4.16 Effet du réchauffage sur un AC B 22 H. Essai d'orniérage à 60°C

Des expériences menées précédemment, on peut en déduire que certains paramètres (Fig. 4.17) peuvent avoir une influence, quelquefois significative, sur les caractéristiques rhéologiques et mécaniques du matériau réchauffé.

Fig. 4.17 Paramètres significatifs

Paramètres	Caractéristiques	Influence du liant	Influence des granulats
Granulats	Arêtes altérées	Très importante	Très importante
100% concassés	Arêtes vives	Moyenne	Très importante
Granulats	Arêtes altérées	Très importante	Très importante
semi concassés	Arêtes vives	Moyenne	Très importante
RAP	Arêtes altérées	Très importante	Très importante
	Arêtes (vives)	Très importante	Très importante
Filler	Rigidifiant	Très importante	-
	Peu rigidifiant	Très importante	-
	Surface spécifique	Très importante	-
Liant	Composition générique (SARA)	Très importante	-
Module de richesse	Elevé	Très importante	-
	Faible	Très importante	-

5 Conclusions

Une meilleure connaissance des paramètres intervenants dans le vieillissement thermique des enrobés, en laboratoire, au poste d'enrobage et in situ est indispensable pour fixer des spécifications fiables et permettre une meilleure maîtrise de la répétabilité et de la reproductibilité. Ainsi, on aboutit à une amélioration de la qualité des laboratoires et leur permet de fournir des résultats représentatifs, pertinents et indiscutables.

La nouvelle méthodologie de réchauffage en laboratoire des mélanges bitumineux proposée ici permet de fixer des valeurs nominales fiables, proches des caractéristiques des matériaux fabriqués en centrale. D'autre part, elle permet de tester un matériau réchauffé sans faire intervenir de modifications physico-chimiques trop importantes.

En cours d'étude, la normalisation nationale européenne a fait mention de l'importance du réchauffage des matériaux en prenant les mesures suivantes :

Normes EN/SN décrivant les conditions de préparation :

- *EN 12697-30, SN 670430 - Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 30 : Confection d'éprouvettes par compacteur à impact*
 - *Confectionner les éprouvettes en utilisant de l'enrobé malaxé en laboratoire ou prélevé en centrale*
 - *Si spécifié, après malaxage, la quantité de mélange nécessaire pour une éprouvette doit être conditionnée pendant 3 heures au maximum, sans circulation d'air frais, dans une étuve portée à une température maximale de 130°C puis le mélange doit être porté promptement à la température de compactage*

Les températures de référence sont données par la :

- *EN 12697-35, SN 670435a – Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 35 : Malaxage en laboratoire*
 - *Température de référence pour les enrobés avec du bitume de grade routier*
 - *Pour les liants modifiés et autres additifs, les températures de référence sont celles définies par le fournisseur*

Note : Après malaxage, le mélange bitumineux est prêt à être utilisé dans le cadre d'une méthode d'essai requise

Ces précisions améliorent la répétabilité du réchauffage mais restent insuffisantes. Ainsi, nous proposons d'utiliser le mode opératoire détaillé (Annexe 1) dont les grands principes sont :

- Réchauffage au four à micro-ondes jusqu'à obtention de la température de quartage
- Poursuite du réchauffage au four à micro-ondes jusqu'à la température de compactage
- Enfin, stabilisation 50 minutes en étuve à la température de compactage

On notera que pour réchauffer avec un four à micro-ondes, les enrobés doivent être secs et ne pas comporter de granulats poreux ou de scories.

5.1 Implications pour la pratique

Les laboratoires disposent désormais d'une méthodologie stricte et précise pour maîtriser le traitement thermique des enrobés en laboratoire.

L'amélioration est notable d'une part pour les enrobés fabriqués en laboratoire au malaxeur avec un temps de vieillissement réaliste, proche de celui observé en centrale, et d'autre part, pour les enrobés refroidis qui doivent être réchauffés en laboratoire.

L'accélération du processus est également au bénéfice du travail en laboratoire.

5.2 Effet sur la normalisation. Propositions pour l'adaptation des normes

On recommande l'utilisation du mode opératoire en complément aux normes européennes et suisses. Une nouvelle version des normes européennes pourrait prendre en compte les résultats de cette étude.

5.3 Propositions pour des recherches ultérieures

Finalement, l'utilisation de la méthode est large, mais ne s'applique pas sans précautions à tous les types de bitumes du marché ou toutes les recettes. Par exemple, l'utilisation de RAP est très sensible au mode de réchauffage et les études menées actuellement dans le cadre du paquet de recherche OFROU « Recyclage » ont déjà permis de mettre en évidence l'effet bénéfique du four à micro-ondes.

Des essais plus larges devraient permettre de définir une typologie d'utilisation et les limites de la méthode. De plus, la large diffusion de la méthode devrait permettre de fixer des valeurs de répétabilité et de reproductivité à travers des essais interlaboratoires.

Annexes

I	Annexe 1 : Méthodologie détaillée.....	61
II	Annexe 2 : Graphiques complémentaires de la partie (A), 2ème expérimentation .	62
III	Annexe 3 : Graphiques complémentaires de la partie (A), 3ème expérimentation .	70

I Annexe 1 : Méthodologie détaillée

Procédure de réchauffage des mélanges bitumineux avec four à micro-ondes industriel "Gigatherm" et étuves "Heraeus"

- Identifier le bitume utilisé dans le mélange.
- Définir la température de compactage du mélange, selon norme *EN 12697-28, SN 670428 - "Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour enrobés à chaud – Préparation des échantillons pour la détermination de la teneur en liant, de la teneur en eau et de la granularité"*, voir figure ci-dessous. S'il s'agit d'un enrobé avec bitumes modifiés aux polymères ou avec ajouts, se référer aux indications du fabricant du liant ou à celles transmises par le client.

Fig. I.1 Températures de l'étude pour réchauffer des échantillons pour laboratoire avant réduction d'échantillon. SN 670428 Tab. 1

Qualité nominale du liant dans l'échantillon	Température maximale du four °C
Pénétration > 330 x 0.1 mm à 25°C	105
Pénétration de 60 x 0.1 mm à 330 x 0.1 mm à 25°C	120
Pénétration de 25 x 0.1 mm à 60 x 0.1 mm à 25°C	135
Pénétration de 25 x 0.1 mm à 25°C	150

- Pour les petits échantillons (carottes, etc.) commencer par une séquence de 30 secondes.
- Pour les grands échantillons, cartons de 18 kg par exemple, réchauffer l'échantillon au moyen du four à micro-ondes (puissance maximale) jusqu'à environ la température de quartage selon la procédure suivante :
 - Réchauffer l'enrobé jusqu'à environ 100°C (1^{ère} séquence de 4 minutes). A la puissance maximale de 3300 W, la température augmente d'environ 10 à 15°C par minute selon les matériaux traités.
 - Puis réchauffer de minute en minute avec contrôle de la température après chaque séquence.
 - Si nécessaire, réhomogénéiser le matériau et changer la position du carton dans le four, de manière à éviter une surchauffe ponctuelle.
- Quarter pour la préparation des divers essais.
- Si la chute de température est trop importante après quartage, poursuivre le réchauffage au four à micro-ondes jusqu'à l'obtention de la température de compactage.
- Maintenir l'enrobé, placé dans un récipient muni d'un couvercle, dans une étuve durant 40 minutes (pour la 1^{ère} épr. Marshall), 60 minutes environ (pour la 4^{ème} épr. Marshall), 50 minutes pour les autres échantillons (plaques STL, fatigue, PCG, etc.), à la température de compactage en affichant une température de consigne de 5 degrés de plus que la température de compactage.
- Par essai ou séries d'essais, traiter au maximum 3 cartons (15 à 18 kg) de manière à garantir une bonne homogénéité dans le vieillissement du liant.

II Annexe 2 : Graphiques complémentaires de la partie (A), 2^{ème} expérimentation

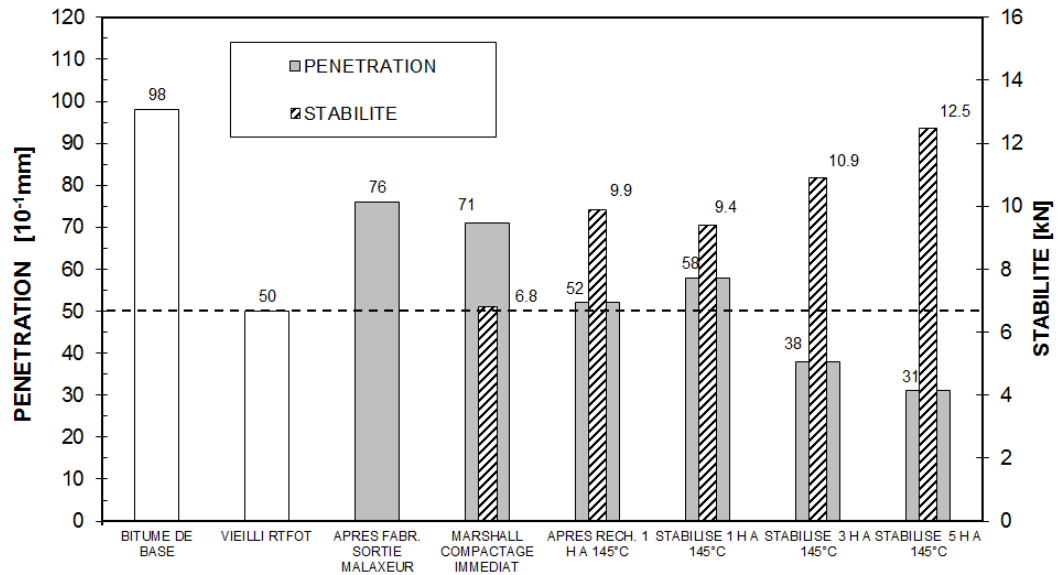


Fig. II.1 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

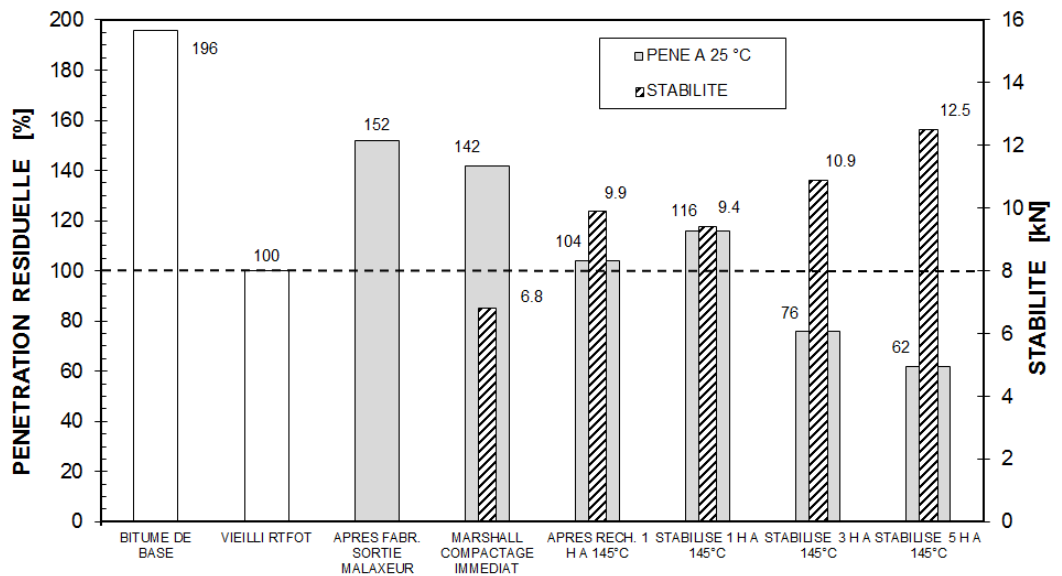


Fig. II.2 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

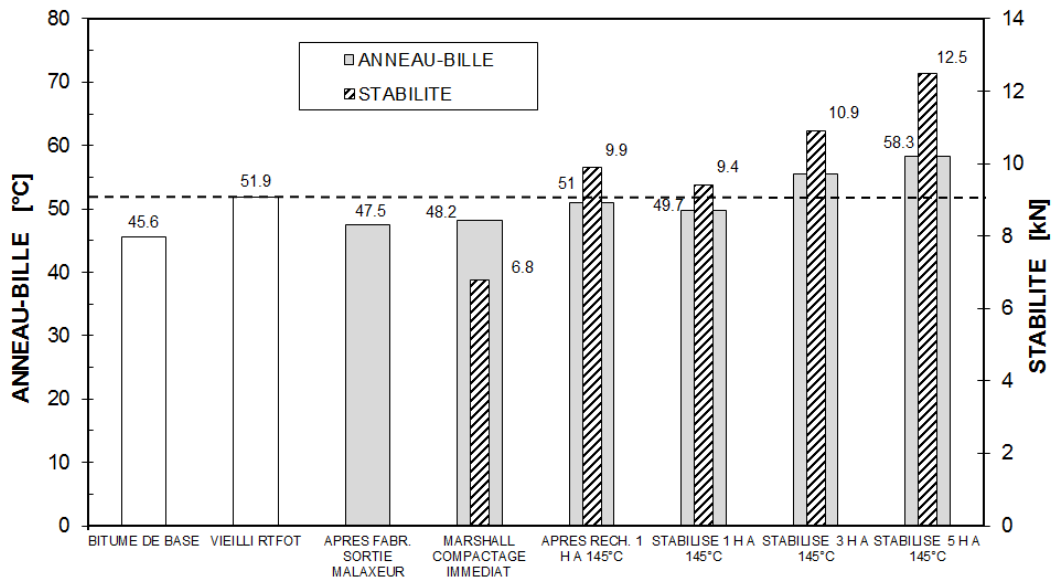


Fig. II.3 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

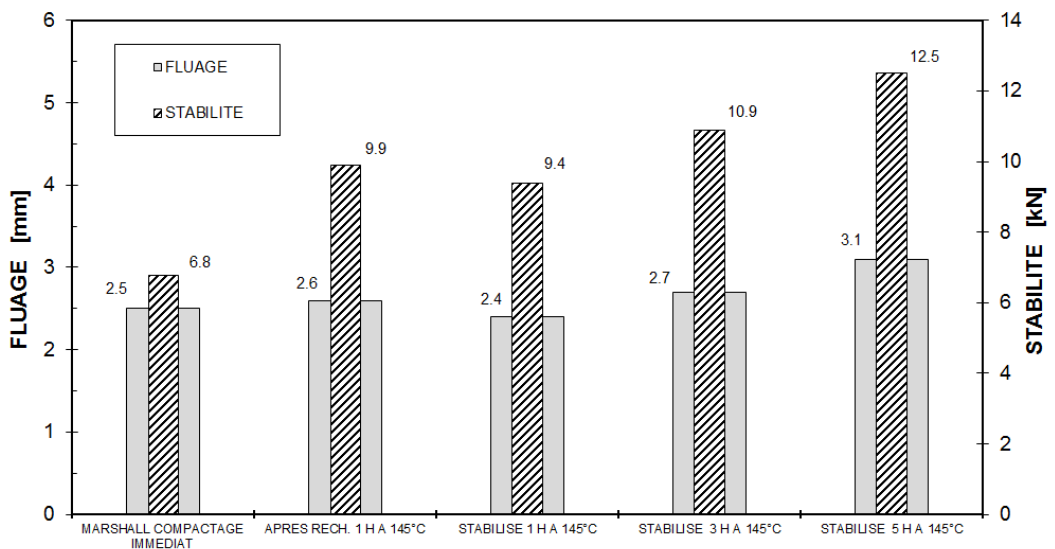


Fig. II.4 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Stabilité et fluage

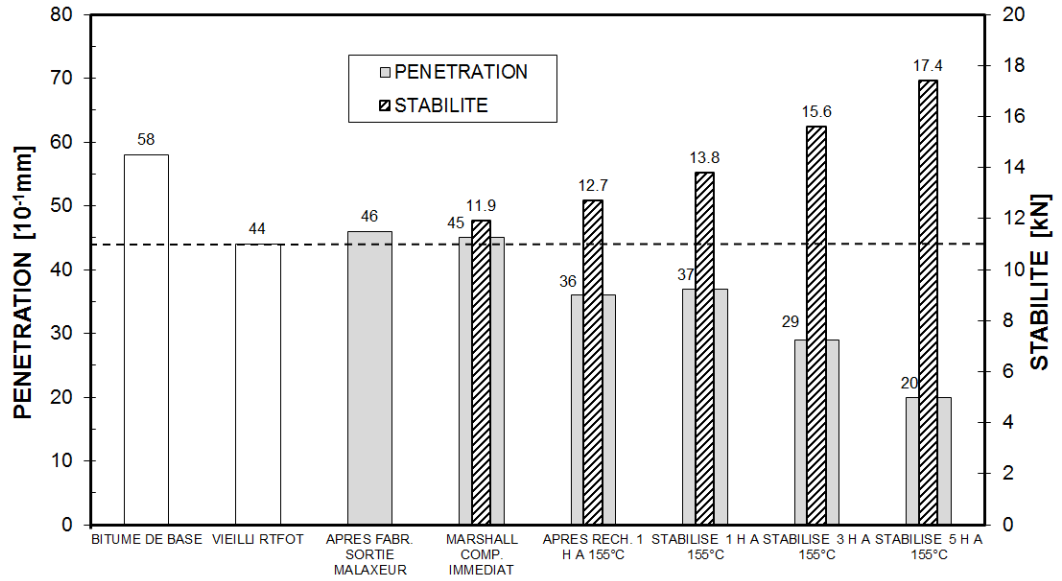


Fig. II.5 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Feyzin, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

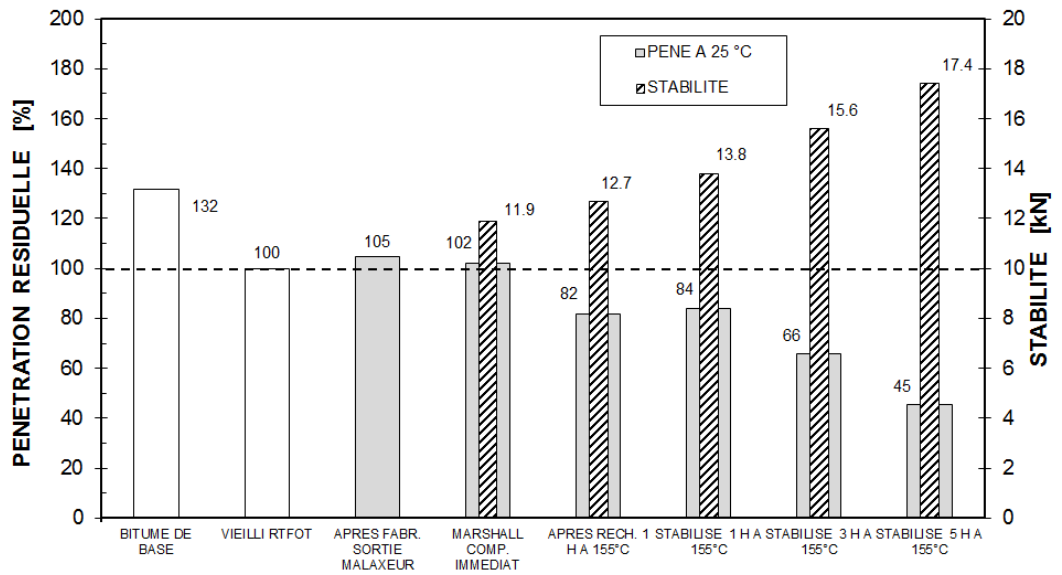


Fig. II.6 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Feyzin, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

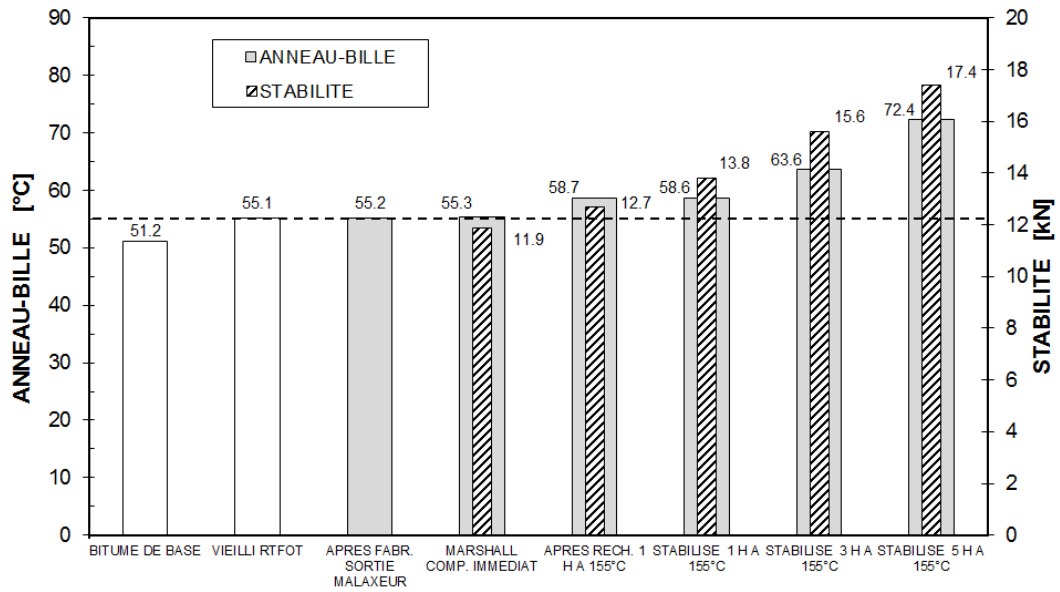


Fig. II.7 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Feyzin, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

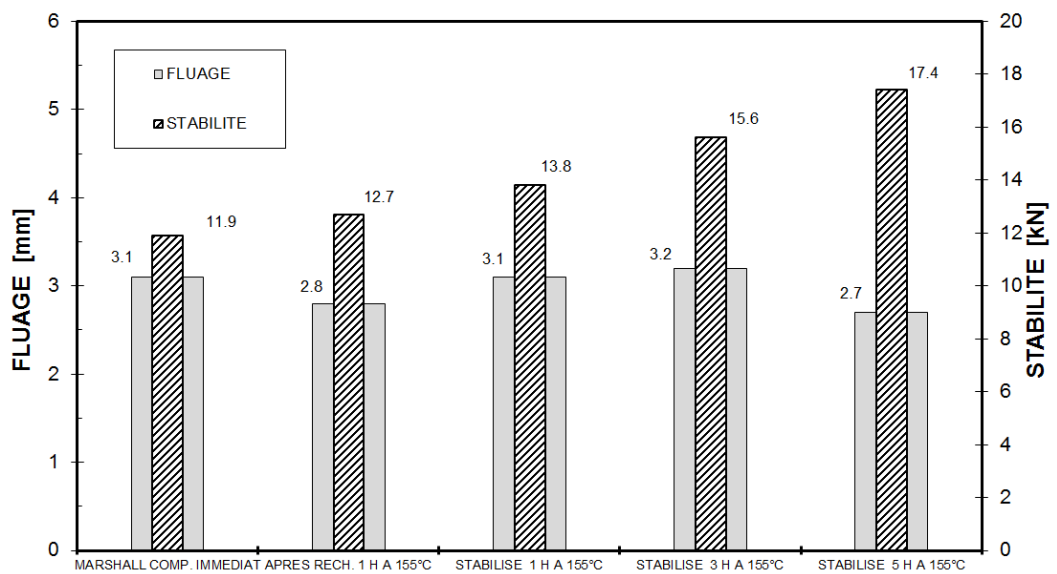


Fig. II.8 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Feyzin, liant récupéré. Stabilité et fluage

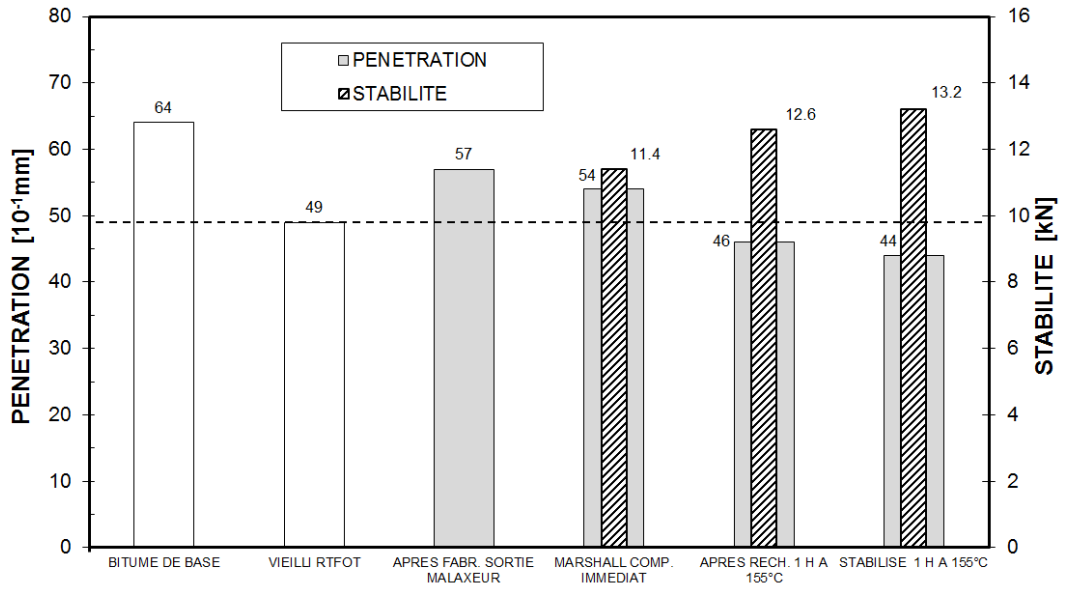


Fig. II.9 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant Styrelf 13/80, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

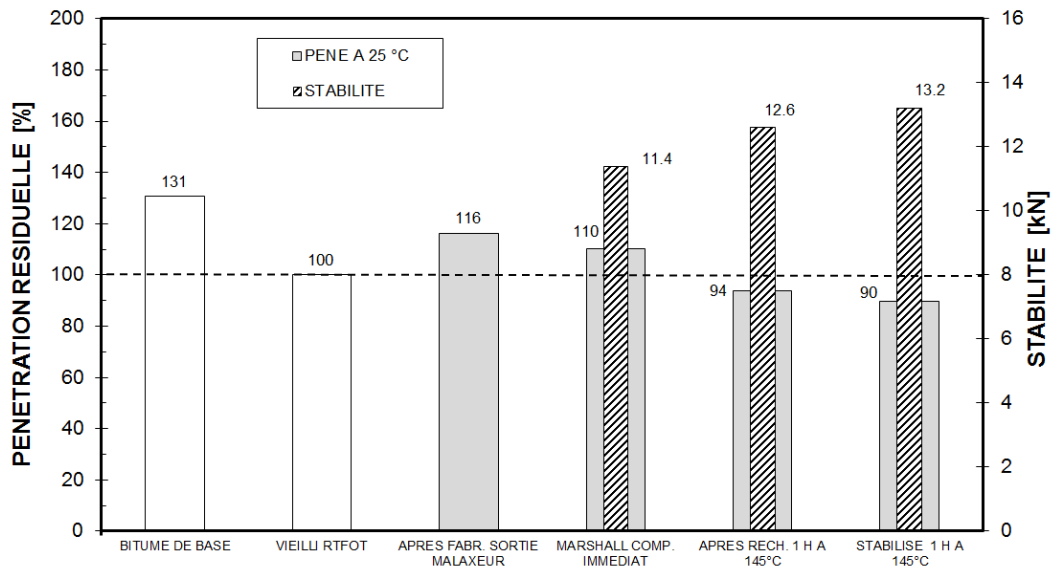


Fig. II.10 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant Styrelf 13/80, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

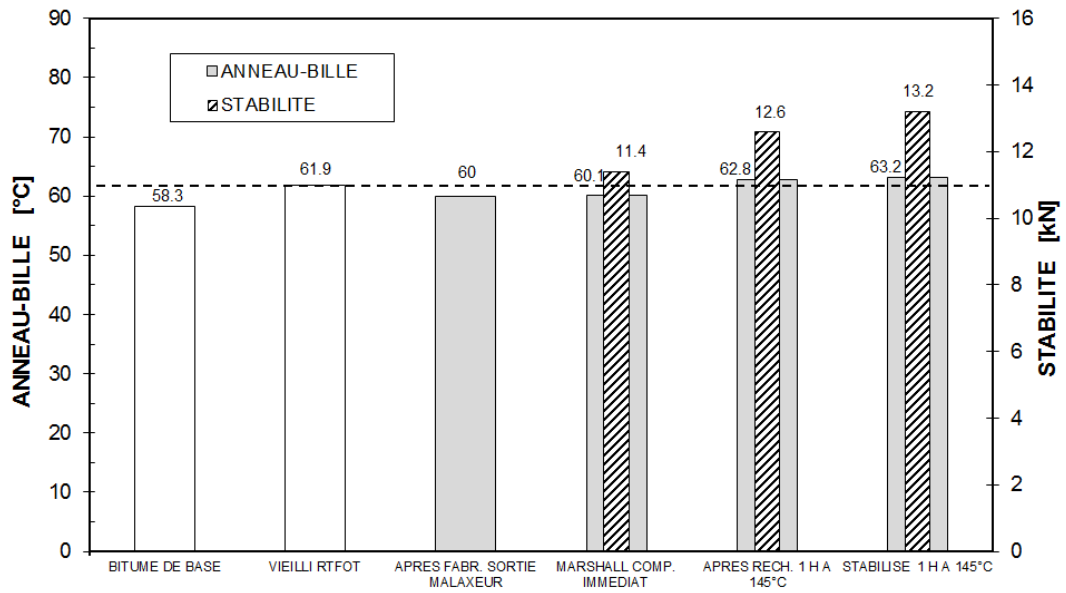


Fig. II.11 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant Styrelf 13/80, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

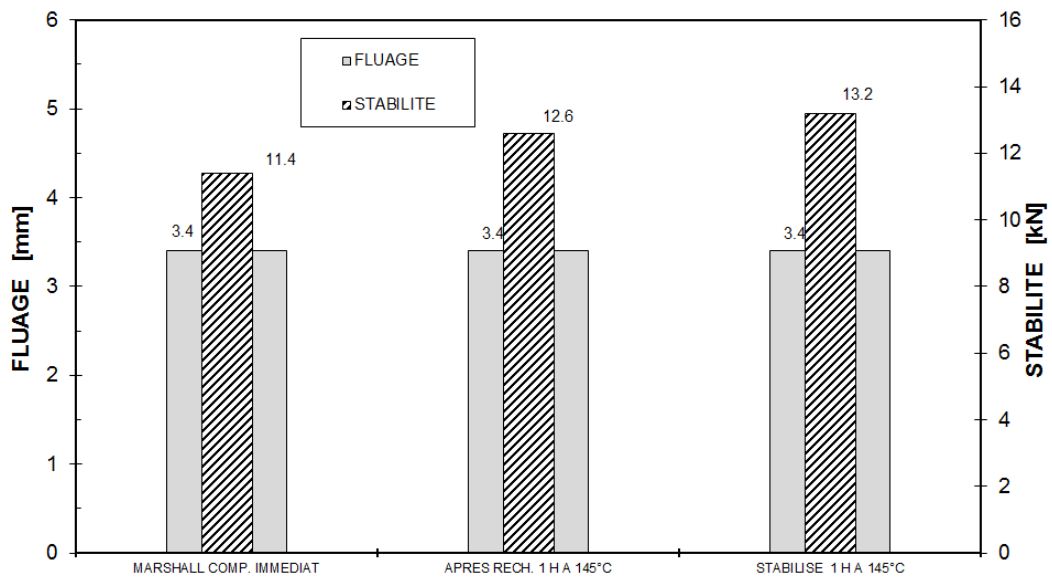


Fig. II.12 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant Styrelf 13/80, liant récupéré. Stabilité et fluage

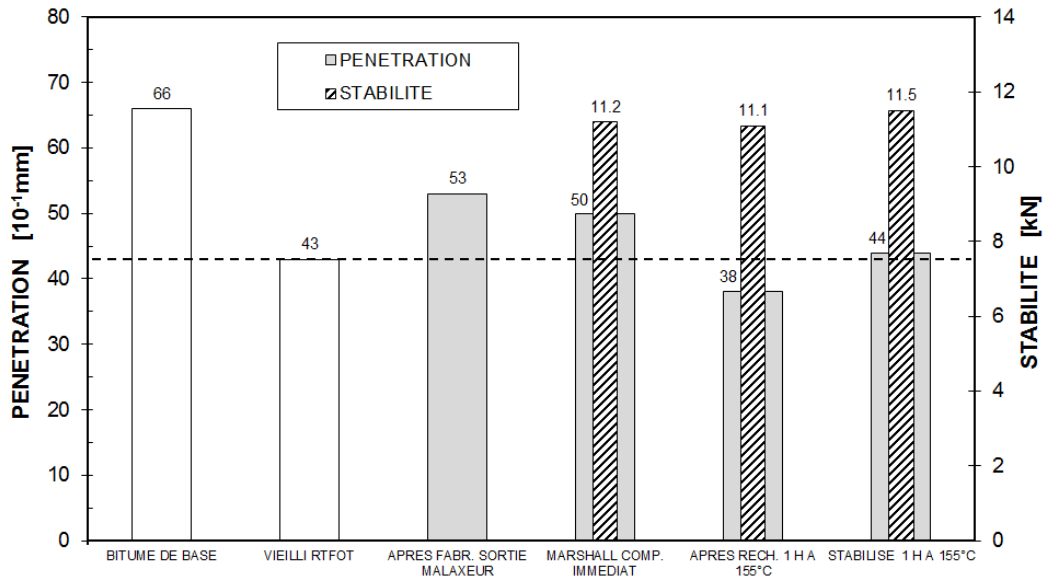


Fig. II.13 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Cressier, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

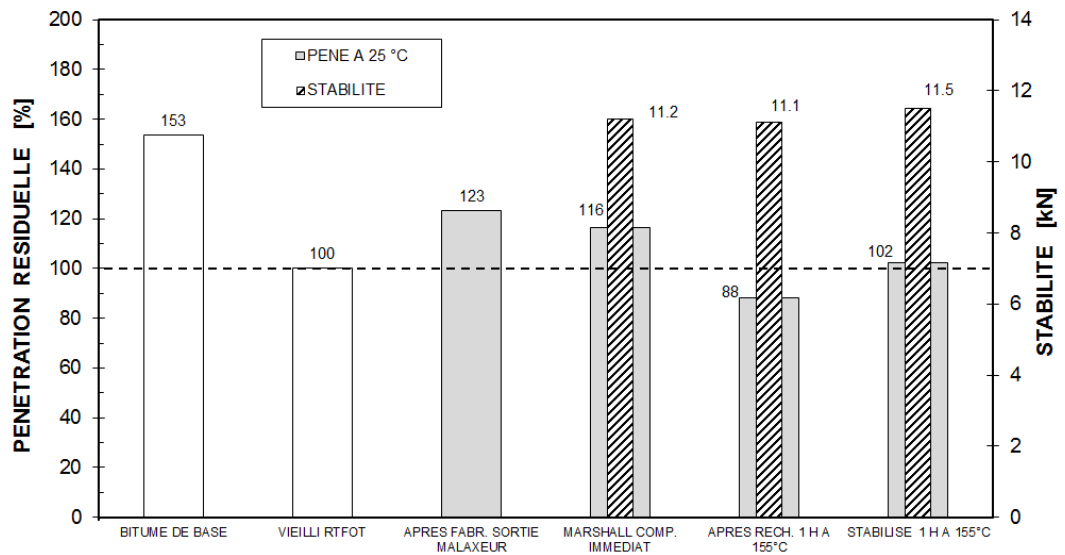


Fig. II.14 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Cressier, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

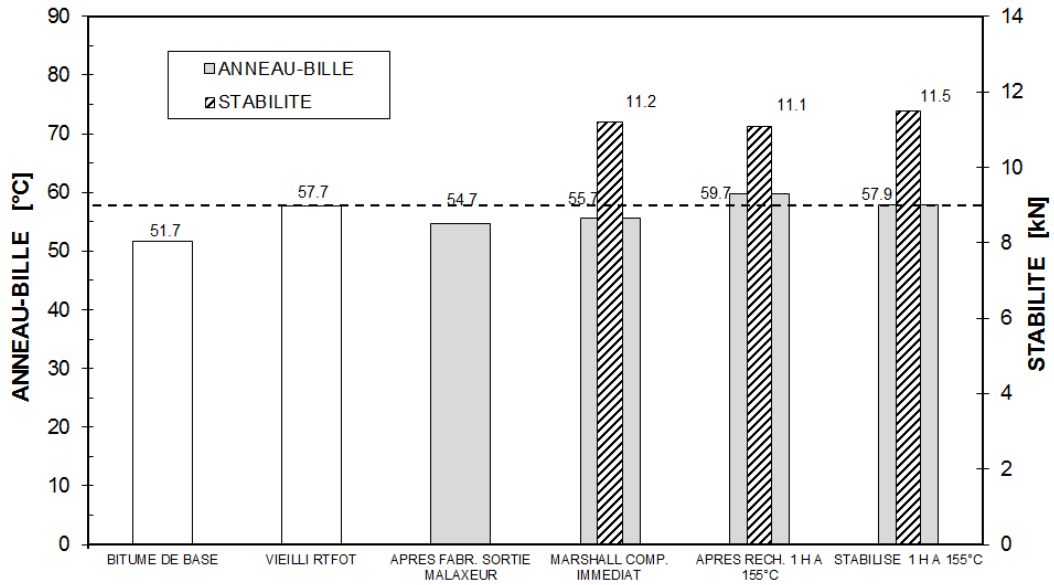


Fig. II.15 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Cressier, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

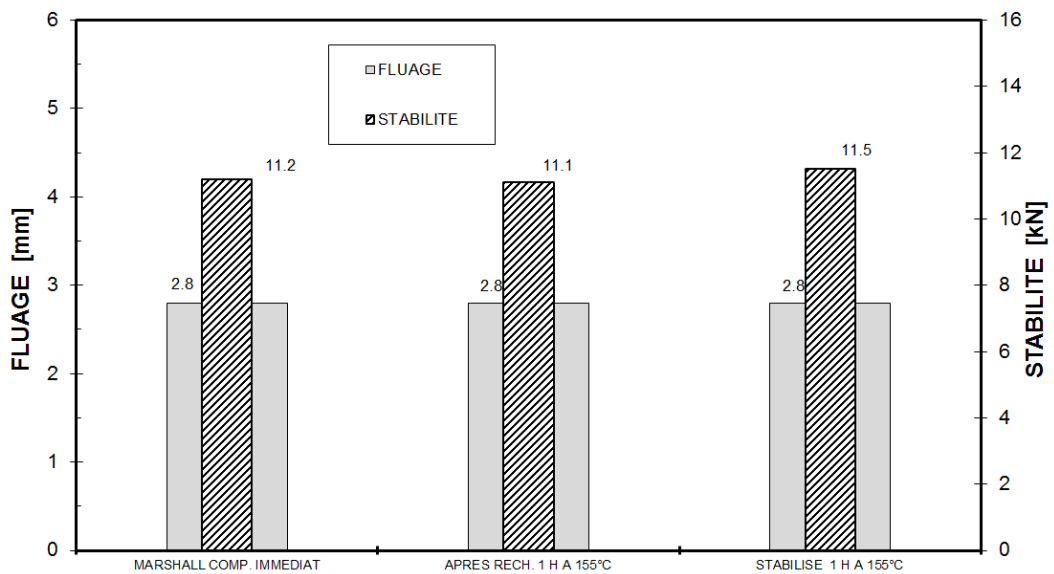


Fig. II.16 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 55/70 de Cressier, liant récupéré. Stabilité et fluage

III Annexe 3 : Graphiques complémentaires de la partie (A), 3^{ème} expérimentation

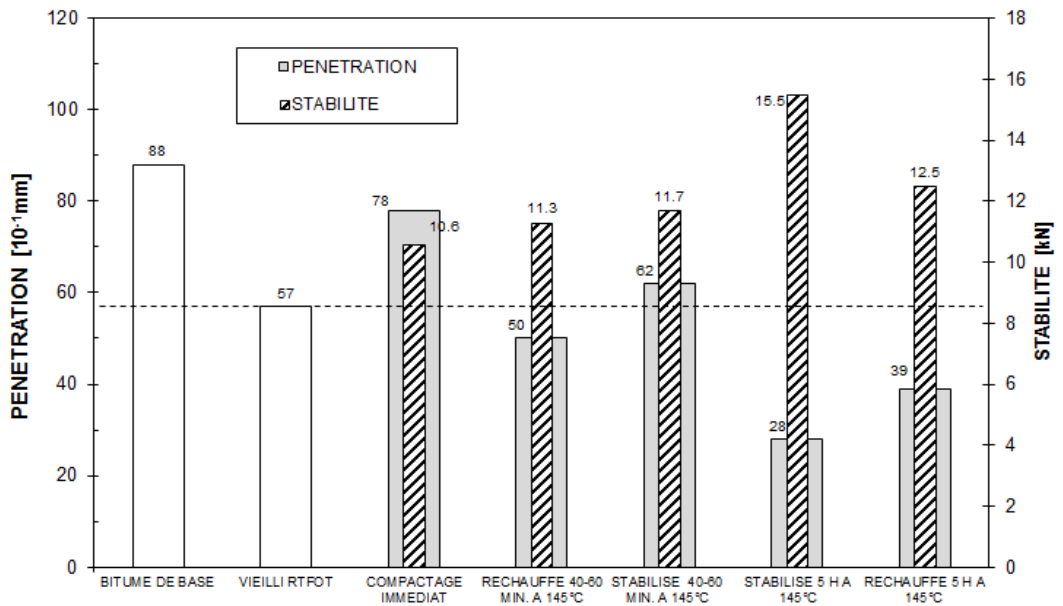


Fig. II.17 Vieillissement thermique d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

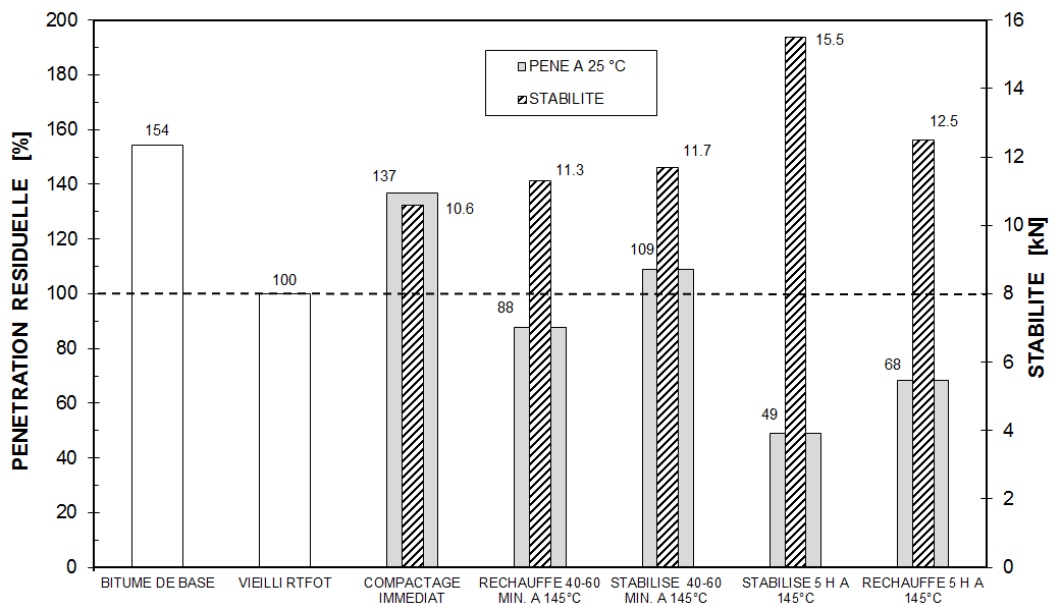


Fig. II.18 Incidence du réchauffage d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

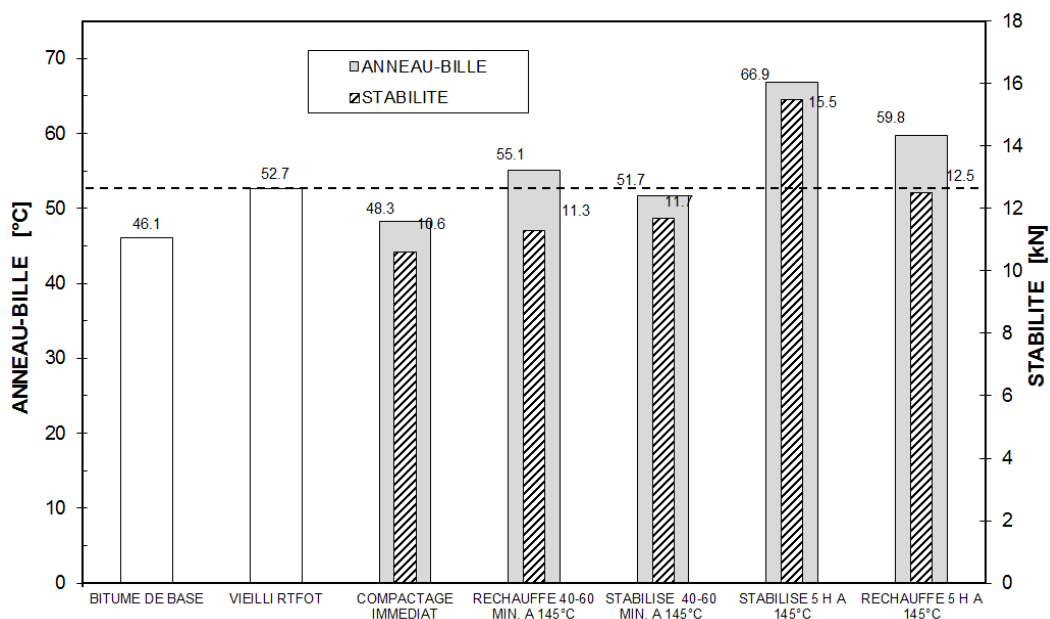


Fig. II.19 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Cressier, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

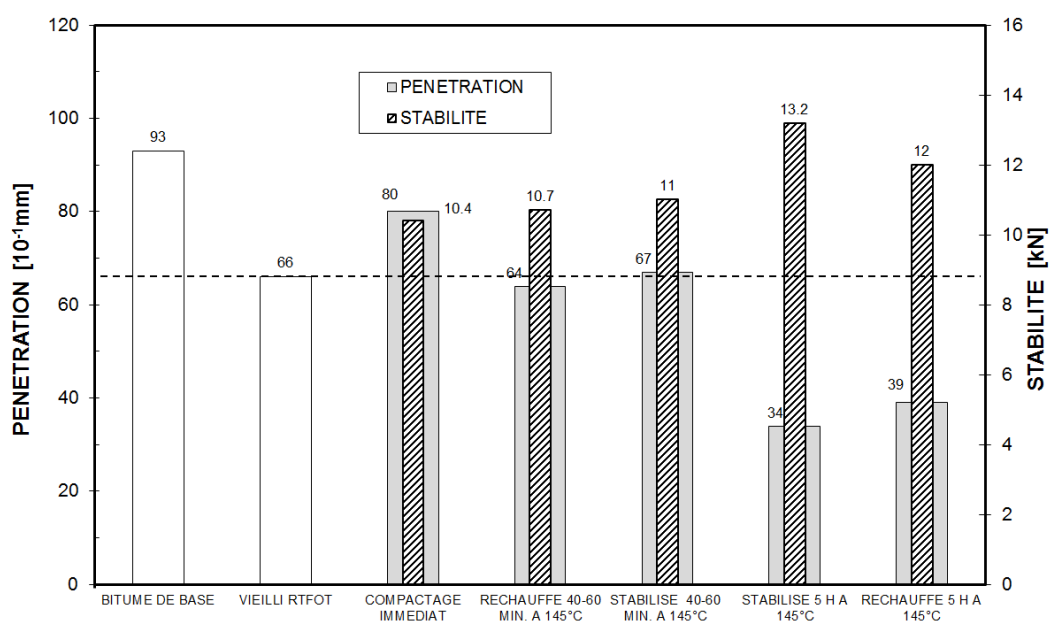


Fig. II.20 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

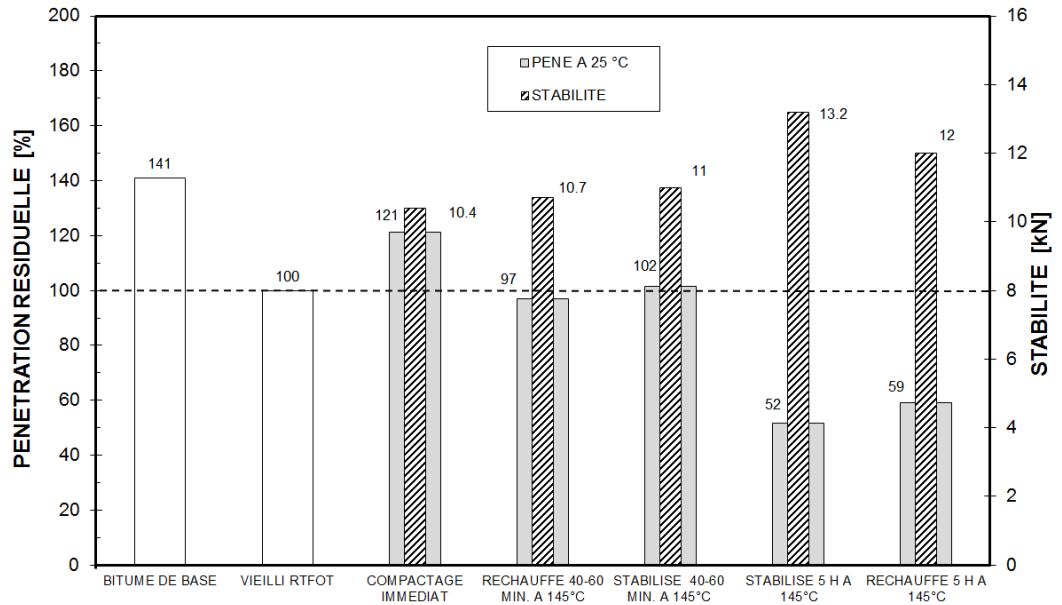


Fig. II.21 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

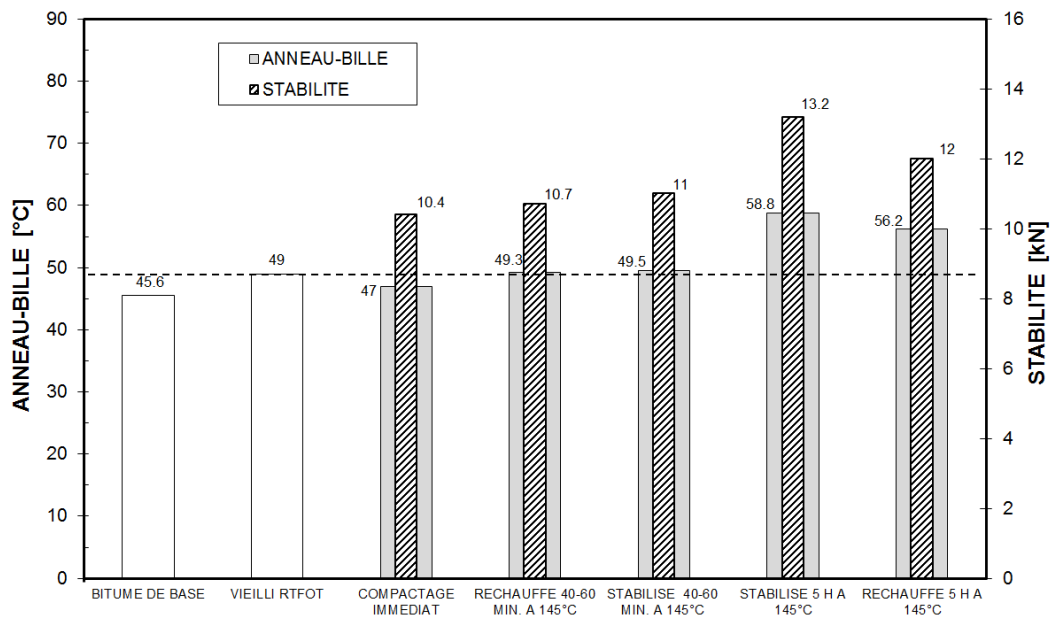


Fig. II.22 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant B 80/100 de Feyzin, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

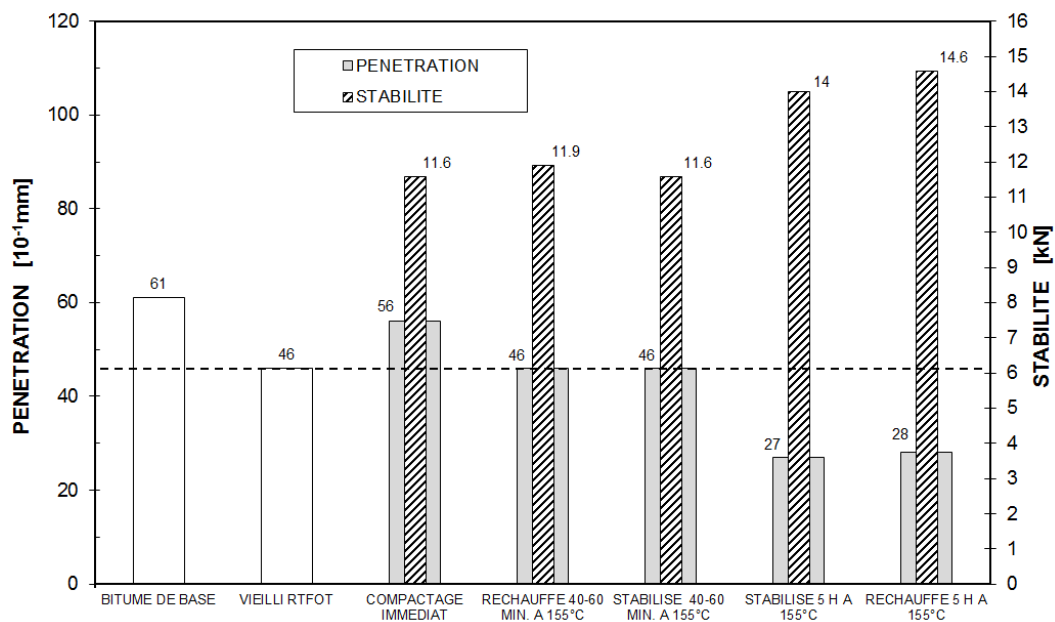


Fig. II.23 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant PmB 80/100 greffé, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

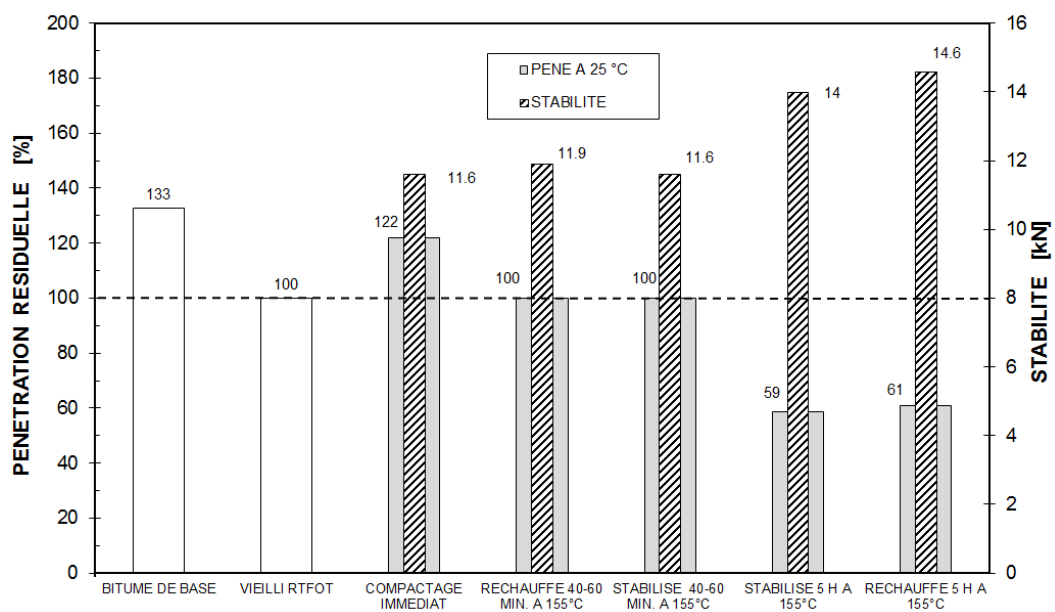


Fig. II.24 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant PmB 80/100 greffé, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

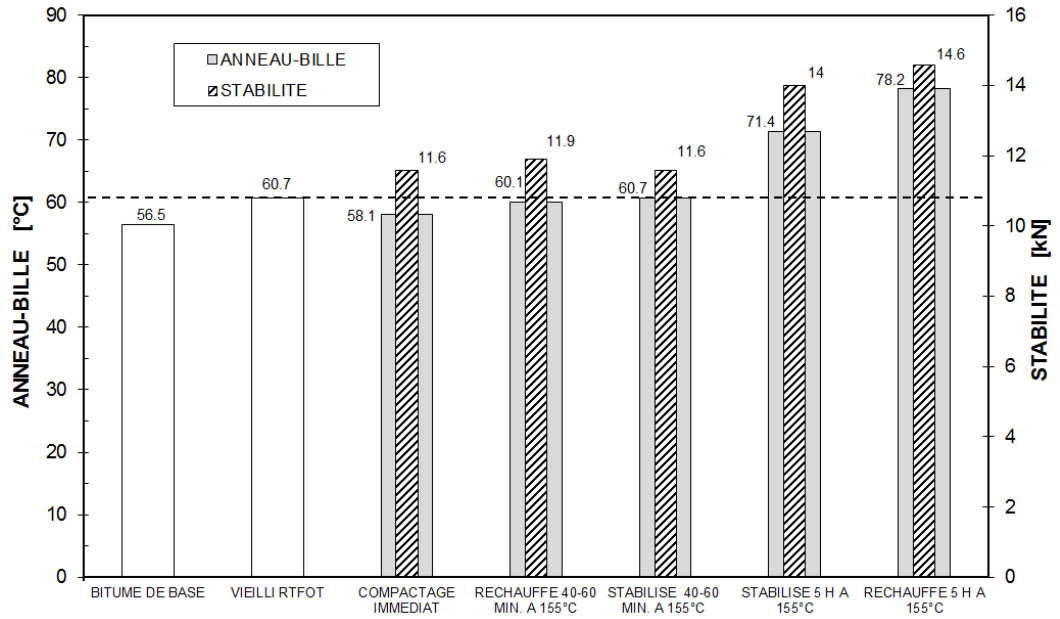


Fig. II.25 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant PmB 80/100 greffé, liant récupéré. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

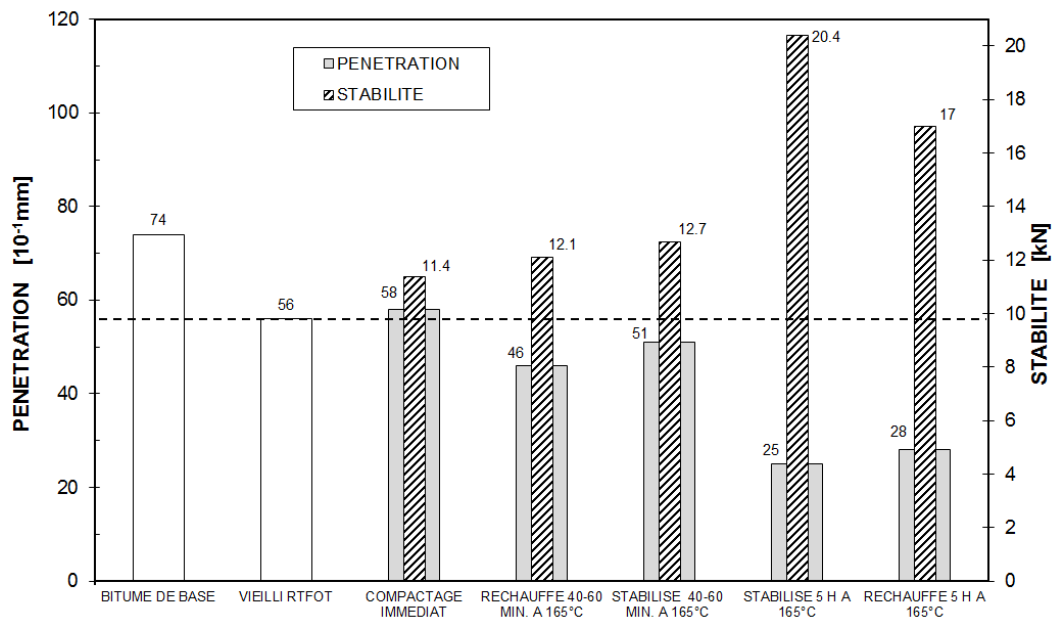


Fig. II.26 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant PmB 80/100 SBS biphasique, liant récupéré. Evolution de la pénétration à 25°C et de la stabilité

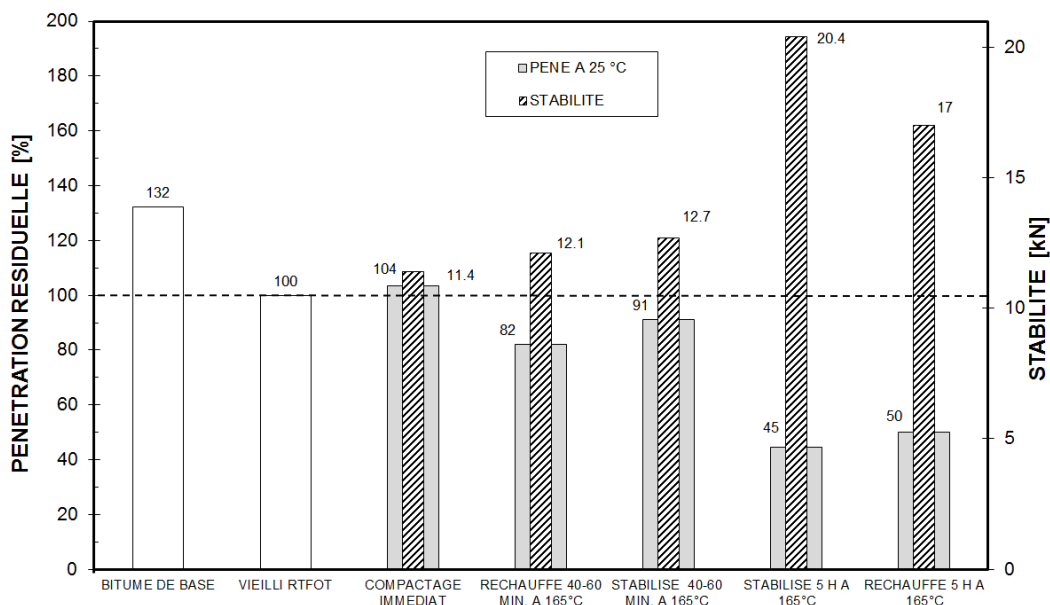


Fig. II.27 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant PmB 80/100 SBS biphasique, liant récupéré. Pénétration résiduelle à 25°C relative à la pénétration RTFOT

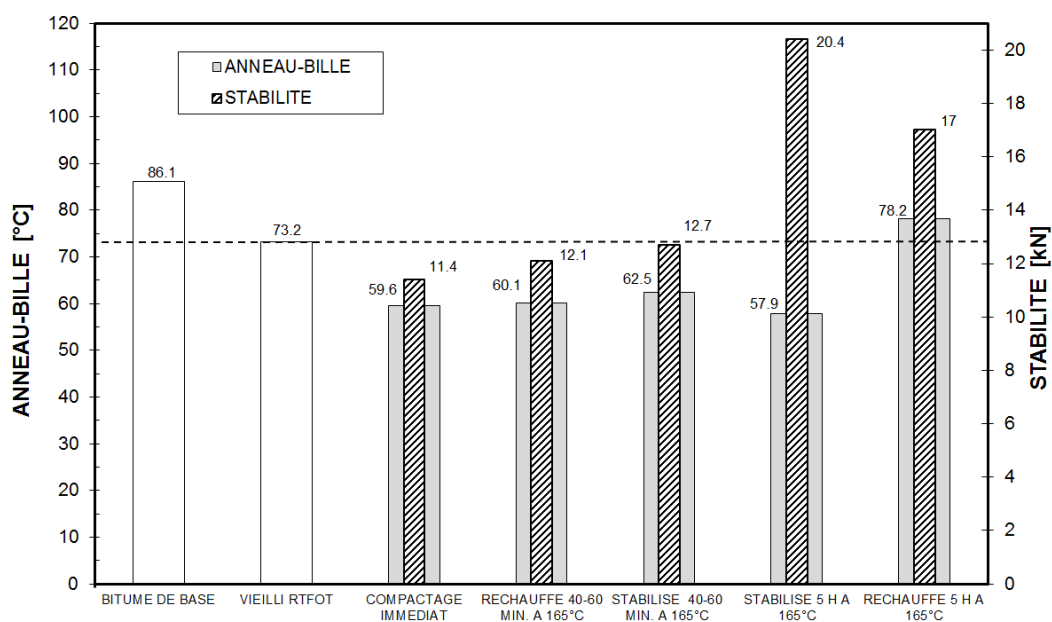


Fig. II.28 Vieillessement thermique d'un AB 11 S au liant PmB 80/100 SBS biphasique. Evolution de la température Anneau et Bille et de la stabilité

Abréviations

Concept	Signification
AB	Béton bitumineux traditionnel. Nouvelle dénomination AC
AC	Béton bitumineux traditionnel
ASTRA	Bundesamt für Strassen. En français OFROU
DATEC	Dipartimento federale dell'ambiente, dei trasporti, dell'energia e delle comunicazioni. En français DETEC
DETEC	Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la communication
EME	Enrobé à module élevé
EN	Normes européennes
EPFL	Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne
ETF	Epreuve type de formulation
FHWA	Federal Highways Agency
GPC	Chromatographie sur gel perméable
Hz	Hertz. Unité de fréquence
IA	Indice d'aliphaticité
IEB1	Indice effet de bord 1
IEB2	Indice effet de bord 2
IFSTTAR	Institut français des sciences et technologies des transports, de l'aménagement et des réseaux
ILC	Indice de longues chaînes
IO	Indice d'oxydation
IR	Indice de ramification
IRTF	Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier
IS	Indice sulfoxyde
ITS	Résistance à la traction indirecte
ITSR	Rapport de résistance en traction indirecte
Lavoc	Laboratoire des voies de circulation, EPFL - Suisse
LPC	Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, France. Nouvelle dénomination IFSTTAR
LTPP	Long-Term Pavement Performance Program

Concept	Signification
MVA	Masse volumique apparente
OFROU	Office fédéral des routes, Suisse
PAV	Pressure Aging Vessel
PCG	Presse à cisaillement giratoire
PmB	Bitume modifié aux polymères
RAP	Produit d'asphalte récupéré
Robin	Association suisse des laboratoires accrédités d'essais des matériaux pour la construction routière
RTFOT	Rolling Thin Film Oven Test
SARA	Fractions saturées, aromatiques, résines et asphaltènes
SBR	Caoutchouc styrène-butadiène
SBS	Styrène, butadiène, styrène
SHRP	Strategic Highway Research Program
SN	Normes suisses
SUPERPAVE	Superior Performing Asphalt Pavements
TFOT	Thin Film Oven Test
TRB	Transportation Research Board
UV	Ultraviolet
UVEK	Eidgenössisches Departement für Umwelt, Verkehr, Energie und Kommunikation UVEK. En français DETEC
VSS	Association des professionnels de la route et des transports
W	Watt. Unité de puissance

Bibliographie

-
- [1] Bell C. A., *Aging of asphalt-aggregate systems, summary report*. Oregon State University, 1989
-
- [2] Arand W., "Was passiert mit Asphalt im Wärmerschrank", Bitumen 61, 1999
-
- [3] Traxler R. N., *Durability of asphalt cements*, Association of Asphalt Paving Technologists, 1963
-
- [4] Petersen J., *Chemical composition of asphalt as related to asphalt durability – state of the art*, Transportation Research Record, No. 999, 1984
-
- [5] Halladay M., *The Strategic Highway Research Program: An Investment That Has Paid Off*, Public Roads Magazine, Vol. 61, No. 5, 1998
-
- [6] Petersen J., *Quantitative functional group analysis of asphalts using differential infrared spectroscopy and selective chemical reactions – application and theory*, Transportation Research Record, No. 1066, 1986
-
- [7] Grimm C., « *Autoroute N9 Sion-Ouest – Sion Est, Lot 3358, Planches comparatives avec bitumes modifiés et ajouts. Méthodologie d'exploitation en technique spectroscopique infra-rouge à transformée de Fourier (IRTF). Caractérisation chimique du vieillissement des bitumes et bitumes-polymères par IRTF. Technique ATR en réflexion totale atténuée sur lame sèche* », 2000
-
- [8] Petersen J.C., Harnsberger P.M., *Asphalt aging: a dual oxidation mechanism and its interrelationships with asphalt composition and oxidative age hardening*, Transportation Research Record, No. 1638, 1998
-
- [9] Brûlé B., Migliori F., *Application de la chromatographie sur gel perméable (GPC) à la caractérisation de bitumes routiers et de leur susceptibilité au vieillissement artificiel*, Bulletin de liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées 128:107-20, 1983
-
- [10] Kim K.W., Burati J.L., *Use of GPC chromatograms to characterize aged asphalt cements*, Journal of materials in civil engineering, 1993
-
- [11] Pittet M., Angst Ch., *Récupération du liant provenant d'extraction – Mise en application et adaptation de la nouvelle norme européenne vis-à-vis des expériences suisses. Mandat de recherche VSS 1999/122*, 2002
-

Clôture du projet



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Département fédéral de l'environnement, des transports,
de l'énergie et de la communication DETEC
Office fédéral des routes OFROU

RECHERCHE DANS LE DOMAINE ROUTIER DU DETEC

Formulaire N° 3 : Clôture du projet

établi / modifié le : 20.06.2012

Données de base

Projet N° : VSS 2000/434

Titre du projet : Viellissement thermique des enrobés bitumineux en laboratoire

Echéance effective : 20.06.2012

Textes :

Résumé des résultats du projet :

La présente recherche offre une meilleure connaissance de la notion de vieillissement thermique des enrobés bitumineux.

Dans un premier temps, différents liants et procédures de réchauffage ont été comparés afin de déterminer les divers facteurs influents sur l'évolution du vieillissement thermique. Par la suite, trois procédures spécifiques de réchauffage, dont une effectuée sous atmosphère d'azote, ont été détaillées. Finalement, la procédure de réchauffage proposée a été vérifiée et calibrée.

Les laboratoires routiers effectuant un traitement thermique préalable des enrobés bitumineux peuvent désormais s'appuyer sur la méthodologie proposée pour assurer une meilleure répétabilité et reproductivité des essais.

Les normes suisses et européennes décrivant le réchauffage thermique des enrobés bitumineux, parfois lacunaires en la matière, pourront être complétées par les différentes études menées dans ce mandat.

Atteinte des objectifs :

Les objectifs du projet de recherche sur le vieillissement thermique des enrobés en laboratoire ont été atteints.

La nouvelle procédure de réchauffage des mélanges bitumineux issue de cette recherche permet aux laboratoires routiers de maîtriser le vieillissement thermique.

Les essais menés sur plusieurs types d'enrobés avec différentes procédures de réchauffage ont permis de mettre en évidence les facteurs influents du vieillissement thermique.

Déductions et recommandations :

Une proposition de procédure de réchauffage des mélanges bitumineux à l'aide de four à micro-ondes industriel et d'étuves est décrite dans la présente recherche.

Les normes européennes et suisses peuvent désormais s'inspirer des résultats de cette recherche en matière de vieillissement thermique.

Désormais, les laboratoires participant aux essais d'accréditation Robin utilisent la procédure développée.

Publications :

- Procédure de réchauffage des mélanges bitumineux avec four à micro-ondes industriel "Gigatherm" et étuves "Heraeus", document de travail du groupe Robin

- Pittet M., Angst Ch., Récupération du liant provenant d'extraction – Mise en application et adaptation de la nouvelle norme européenne vis-à-vis des expériences suisses. Mandat de recherche VSS 1999/122, 2002

- Fénart M.-A., Pittet M., Dumont A.-G., Realistic laboratory curing of bituminous mixtures, 5th eata conference 2013, Braunschweig, Germany. Abstract submission.

Chef/cheffe de projet :

Nom : Dumont Prénom : André-Gilles

Service, entreprise, institut : Lavoc, EPFL, Lausanne

Signature du chef/de la cheffe de projet :



RECHERCHE DANS LE DOMAINE ROUTIER DU DETEC

Formulaire N° 3 : Clôture du projet

Appréciation de la commission de suivi :

Evaluation :

Cette recherche a permis d'établir une méthodologie qui manquait dans les procédures de laboratoire. Parfois, des résultats d'essais différaient d'un laboratoire à l'autre sans raison mais la comparaison du mode de réchauffage montrait l'influence de cette phase de travail. Le travail du laboratoire de recherche a permis d'explorer plusieurs approches pour finalement proposer une méthode solide que plusieurs laboratoires ont déjà adoptée.

Mise en oeuvre :

La mise en pratique s'est déjà faite alors que l'étude était en cours d'achèvement. Les essais interlaboratoires menés chaque année en Suisse s'appuient sur cette méthode précise avec des effets très positifs.

Besoin supplémentaire en matière de recherche :

On peut souhaiter qu'à moyen terme, un bilan de l'utilisation de la méthode soit fait, ce qui informera sur la nécessité d'éventuellement améliorer la procédure.

Influence sur les normes :

Les normes suisses et européennes sont encore lacunaires sur la méthode de réchauffage et les résultats de la présente recherche influenceront les prochaines versions des normes.

Président/Présidente de la commission de suivi :

Nom : Angst

Prénom : Christian

Service, entreprise, institut : Commission d'experts 5.09 : Essais sur mélanges bitumineux

Signature du président/ de la présidente de la commission de suivi :



Index des rapports de recherche en matière de route

N° rapport	N° projet	Titre	Année
1323	VSS 2008/205	Détection d'incidents dans les tunnels routiers	2011
1325	SVI 2000/557	Indices caractéristiques d'une cité-Vélo. Méthode d'évaluation des politiques cyclables en 8 indices pour les petites et moyennes communes	2010
1326	VSS 2006/207	Contrôle de l'efficacité des dispositifs de retenue de véhicules	2011
1327	VSS 2006/601	Prévision du gel et de brouillard pour les routes	2010
1328	VSS 2005/302	Principes pour la quantification des effets des déficits de la sécurité	2011
1329	SVI 2004/073	Alternatives aux passages pour piétons dans les zones 30	2010
1331	VSS 2005/501	Analyse inverse pour la construction routière	2011
1332	VSS 2006/905	Standardisation des données de trafic pour gestion intermodale du trafic	2011
1333	SVI 2007/001	Standards pour l'offre de mobilité dans l'espace périphérique	2011
1334	ASTRA 2009/009	Transports pour l'avenir ? Moteurs et carburants pour la mobilité de demain	2011
1335	VSS 2007/006	Désenrobage des enrobés peu bruyants des couches de roulement sous sollicitation de roulement en laboratoire	2011
1336	ASTRA 2007/006	SPIN-ALP : Estimation du potentiel du transport intermodale sur les axes transalpins	2010
1337	ASTRA 2006/015	Temps de parcours en réseau urbain	2011
1338	VSS 2006/902	Modèles d'impact d'équipements de véhicules pour améliorer la sécurité routière	2009
1339	SVI 2005/001	Fonctions de résistance pour des tronçons routiers urbains en dehors de la zone d'influence des carrefours	2010
1340	SVI 2004/051	L'agressivité au volant	2011
1343	VSS 2009/903	Les technologies de base pour l'enregistrement automatique des usagers de moyens de transports	2011
1344	VSS 2009/709	Projet initial pour le paquet de recherche « Augmentation de l'utilité pour les usagers du système d'information de la route »	2011
1345	SVI 2004/039	Domaine d'application de différent moyen de transport dans les agglomérations	2011
1348	VSS 2008/801	Sécurité en cas de tracés rail-route parallèles ou rapprochés	2011
1349	VSS 2003/205	Essai d'écoulements pour l'évacuation des eaux des autoroutes	2011
1350	VSS 2007/904	IT-Security pour la télématique des transports	2011
1352	VSS 2007/302	Passages pour piétons (les bases)	2011
1353	VSS 2008/368	Bases pour trafic piétonnier	2011
1354	VSS 2003/203	Disposition, aménagement et exécution des escaliers, rampes et rampes à gradins	2011