

DEVELOPPEMENT D'UNE METHODE D'ESSAI POUR VIEILLIR DE MANIERE ACCELEREE LES ENROBES BITUMINEUX EN LABORATOIRE

Dr. NATHALIE PIÉRARD, Dr. ANN VANELSTRAETE
Centre de Recherches Routières, Boulevard de la Woluwe, 42, 1200 Bruxelles,
Belgique

Il existe différentes méthodes d'essais normalisées sur les liants pour simuler en laboratoire les différents types de vieillissement (fabrication et mise en œuvre de l'enrobé ; sur route). Par contre, il n'existe actuellement aucune méthode d'essai standardisée pour vieillir en laboratoire l'enrobé bitumineux dans sa totalité. Cet article présente une méthode d'essai facile à mettre en œuvre permettant de vieillir en laboratoire dans un délai relativement court des enrobés bitumineux. Le vieillissement obtenu par cette nouvelle méthode est comparé à celui obtenu par vieillissement du liant au RCAT (Rotating Cylinder Ageing Test) ainsi qu'au vieillissement observé sur route.

Er bestaan verschillende genormaliseerde proefmethodes om de verschillende types van veroudering van bindmiddelen in het laboratorium te simuleren (veroudering bij productie en aanleg, en veroudering op de weg). Er is echter nog geen gestandaardiseerde proefmethode beschikbaar om het bitumineuze mengsel zelf in het laboratorium ter verouderen. Dit artikel stelt een eenvoudige en praktische methode voor die toelaat om asfaltmengsels gedurende een relatief korte periode in het laboratorium te verouderen. De veroudering die op deze wijze wordt bekomen, wordt vergeleken met de veroudering van het bindmiddel zoals verkregen met de RCAT (Rotating Cylinder Ageing Test,); alsook met de veroudering die vastgesteld wordt op de weg.

1 Introduction

Les enrobés bitumineux une fois en place sur la route subissent les effets de l'air et donc de l'oxydation. Ce phénomène rend le liant de plus en plus dur et cassant et modifie les interactions liant-granulat. Ceci a un impact important sur la durabilité du revêtement, à savoir sa résistance à l'usure, à la fissuration, à l'orniérage, au plumage, ... Il est donc important de disposer d'essais en laboratoire permettant d'évaluer son impact sur un futur revêtement. Des groupes de travail européens du CEN TC 227 et 336 ont d'ailleurs notifié le besoin de méthodes de conditionnement pour évaluer l'effet de l'air sur la durabilité des mélanges asphaltiques.

Dans ce contexte, le CRR a mis au point un essai simulant les effets de l'oxygène de l'air sur le revêtement (l'oxydation d'un enrobé bitumineux). Le présent article vous propose de découvrir cette méthode. Dans un second temps, cette nouvelle méthode est comparée à la méthode normalisée de vieillissement du liant au RCAT (Rotating Cylinder Ageing Test) et au vieillissement observé sur la route.

2 Paramètres expérimentaux

2.1 Développement de la méthode de vieillissement sur les enrobés en vrac

Pour mettre au point cette méthode d'essai, nous avons recherché un essai qui satisferait aux critères suivants :

- Facilité de mise en œuvre.
- Durée raisonnable.
- Conditions opératoires douces afin d'éviter la ségrégation liant/granulat.

Pour éviter l'écoulement du liant, la température de l'essai a été fixée à 60 °C.

Dans un premier temps, un essai de vieillissement à 60 °C sous oxygène d'une durée de deux semaines a été développé sur des enrobés en vrac. L'oxygène a été utilisé dans le but de limiter la durée de l'essai. Le déroulement de cet essai ainsi que les résultats détaillés font l'objet d'une autre publication (réf.1) et ne seront pas développés dans cet article.

Dans le but de simplifier les conditions opératoires, et compte tenu de la durée raisonnable de l'essai sous oxygène, un vieillissement de l'enrobé sous air atmosphérique a été envisagé. Cet essai est réalisé en utilisant des platines ($\phi = 25$ cm) sur lesquelles est réparti l'enrobé à vieillir (environ 1,2 kg par platine) sur une épaisseur de 2 à 3 cm. Chaque platine est alors placée dans une étuve ventilée à 60 °C (Figure 1).

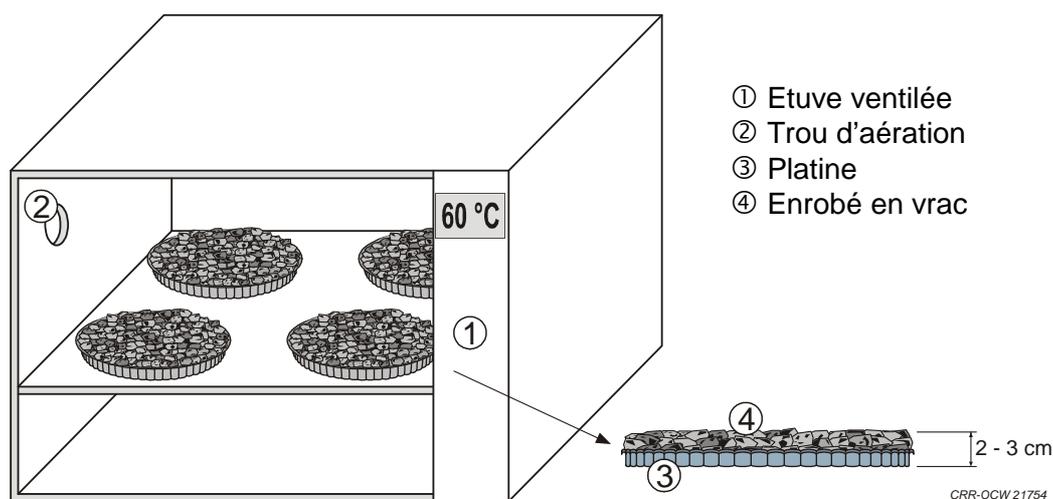


Figure 1 : Dispositif pour le vieillissement d'enrobés en vrac en étuve ventilée à 60 °C.

2.2 Mélanges bitumineux et liants

Les échantillons proviennent de deux chantiers réalisés en Belgique, un situé à Ohain et l'autre sur un site privé à Gent. Les enrobés prélevés sont respectivement de types AC14 (type 1) et AC10 (type 4), anciennement appelés BB-1B et BB-4C respectivement. Ils ont été utilisés comme couche d'usure et leur composition est reprise dans le tableau ci-dessous :

Ohain - BB1-B			Gent - BB-4C		
Granulat	Type	Teneur	Granulat	Type	Teneur
7/14	Grès (Lustin)	35,07%	6/10	Porphyre (Ermitage)	10,0%
2/7	Porphyre (Bierges)	19,76%	2/6	Porphyre (Ermitage)	48,0%
0/2	Sable (Chaumont)	18,76%	0/2	Porphyre (Lessines)	21,8%
0/2	Sable (Beez)	18,76%	0/1	Sable fin (Westerschelde)	13,0%
Filler	Ila (Duras filler 2w)	7,65%	Filler	Ila (CBM Wanssum)	7,2%
Liant	Bitume 50/70	5,9%	Liant	Bitume 50/70	6,0%

Tableau 1 : Composition des enrobés posés à Ohain et à Gent.

La teneur en vide de ces enrobés compactés sur site est de $3,8 \pm 1,3$ % pour le BB-1B et de $3,5 \pm 0,9$ % pour le BB-4C.

Différents échantillons (vracs, liants, granulats) ont été prélevés lors de la mise en oeuvre de ces revêtements.

- L'enrobé en vrac : pour développer l'essai de vieillissement.
- Les granulats : pour préparer, si nécessaire, un vrac équivalent à celui du chantier.
- Le liant : pour comparer le vieillissement des liants récupérés de l'enrobé vieilli en laboratoire à celui du même liant vieilli au RCAT et pour une préparation éventuelle d'un vrac équivalent.

De plus, des carottes sont régulièrement prélevées sur les deux sites, en vue de valider la méthode de vieillissement développée sur l'enrobé en vrac.

2.3 Méthode de vieillissement des liants

Pour comparer les liants extraits des enrobés vieillis à celui vieilli au RCAT, chacun des liants (500 g) a subi un vieillissement à court terme à 163 °C (RCAT163) pour simuler le vieillissement de *fabrication et de mise en oeuvre de l'enrobé* et ensuite, un vieillissement à long terme à 90 °C (RCAT90) pour simuler le vieillissement une fois le revêtement en service. Cette procédure d'essai est décrite dans la norme NBN EN 15323 : 2007.

2.4 Méthodes d'analyse

Les liants extraits des enrobés ainsi que les liants vieillis au RCAT ont été caractérisés. Les propriétés technologiques et rhéologiques ont été évaluées à partir des mesures de :

- La pénétration à 25 °C (Pen) suivant la NBN EN 142 6 : 2007.

- La température de ramollissement Anneau et Bille (TA&B) suivant la NBN EN 1427 : 2007.
- La viscosité à 60 °C (Visco) : rhéomètre à configuration plan-plan.
- Le module complexe G^* et l'angle de phase δ (52 °C ; 1,6 et 10 Hz) selon la NBN EN 14770 : 2005. Les mesures ont été réalisées durant un balayage en fréquence.

Les caractéristiques chimiques (degré d'oxydation) ont également été déterminées par spectrométrie IR mais ne seront pas présentées dans cet article. Nous renvoyons le lecteur à un autre article (réf.1) pour ces résultats.

Dans le cas des enrobés en vrac et des carottes prélevées régulièrement sur les chantiers, la caractérisation a été effectuée sur le liant extrait et récupéré selon les procédures décrites dans les normes NBN EN 12697-1 : 2006 (partie B2, centrifugeuse à flux continu) et NBN EN12697-3 : 2005. Seule la mise en solution diffère de celle prévue dans la norme, celle-ci a été réalisée en mettant l'enrobé en solution pendant 16 à 18 heures, dans le toluène sous une faible agitation.

L'enrobé sur site ne vieillit pas de façon homogène sur toute son épaisseur étant donné la faible teneur en vide de la couche d'usure. Pour évaluer ce phénomène, des carottes ont été prélevées et le liant contenu dans le centimètre supérieur de la couche d'usure a alors été récupéré et caractérisé indépendamment du liant contenu dans le reste de cette couche.

3 Résultats et discussion

3.1 Essais de vieillissement sur les enrobés en vrac

Des essais antérieurs développés dans l'article (réf.1) ont montré qu'il était possible de vieillir en laboratoire à 60 °C sous oxygène de l'enrobé en vrac. Étant donné la durée raisonnable de l'essai sous oxygène (environ deux semaines), et pour simplifier la méthode, nous avons développé un essai sous air.

Un premier essai a été réalisé sur du vrac préparé en laboratoire (suivant la norme NBN EN12697-35 : 2004/A1 : 2007) sur base de la composition et des matériaux de la couche d'usure posé à Ohain (BB-1B). Seul le filler a été changé (Duras filler 2 au lieu de Duras filler 2W). Un second essai a été réalisé sur l'enrobé en vrac BB-4C prélevé lors de la pose du revêtement sur le site de Gent.

Dans les deux cas¹, l'enrobé en vrac disposé sur les différentes platines a été vieilli dans une étuve ventilée à 60 °C selon la procédure décrite au point 2.1. En cours d'essai, les platines ont été retirées de l'étuve à des temps déterminés. Le liant récupéré des différents vracs a été caractérisé. Les résultats sont présentés dans le tableau 2.

¹ Un traitement préalable a été appliqué à l'enrobé en vrac préparé en laboratoire pour atteindre un degré de vieillissement suffisant et comparable à celui du vrac prélevé sur chantier. Le mode opératoire utilisé se base sur le mode opératoire AASHTO R30-1 (réf.2) consistant à placer dans une étuve à 135 °C, les différentes platines contenant le vrac étalé sur une épaisseur de 2 à 3 cm. La durée de ce traitement a été limitée à 75 minutes (au lieu des 4 heures prévues) car le liant avait atteint les caractéristiques IR de l'enrobé en vrac prélevé sur chantier.

Dans les deux cas, le liant, contenu dans les enrobés en vrac, vieillit rapidement : endéans 5 jours, la pénétration du liant de l'enrobé BB-1B (Ohain) a diminué de 20 1/10 mm tandis qu'en 8 et 16 jours, celle du BB-4C (Gent) a diminué de 16 et 20 1/10 mm respectivement. Cette diminution s'accompagne à chaque fois d'une augmentation de la température de ramollissement Anneau et Bille. L'évolution du module de rigidité et de l'angle de phase témoigne également de ce vieillissement.

Durée (j)	Ohain - BB-1B		Gent - BB-4C						
	Pen (1/10mm)	TA&B (°C)	Pen (1/10mm)	TA&B (°C)	Visco 60 °C (Pa.s)	52 °C			
						G* _{1,6Hz} (kPa)	G* _{10Hz} (kPa)	δ _{1,6Hz} (°)	δ _{10Hz} (°)
0	47	53,0	40	54,5	711	18,4	85,3	78	75
1	36	55,7	34	56,5	968	24,5	110,1	77	74
3	--	--	27	59,2	1412	34,7	146,9	75	71
4	29	58,6	--	--	--	--	--	--	--
5	27	58,7	--	--	--	--	--	--	--
8	--	--	24	61,4	2066	48,2	203,5	73	69
16	--	--	20	64,2	3159	69,2	275,1	71	66

Tableau 2 : Evolution des caractéristiques technologiques (et rhéologiques) des liants extraits des enrobés en vrac, vieillis en étuve ventilée à 60 °C.

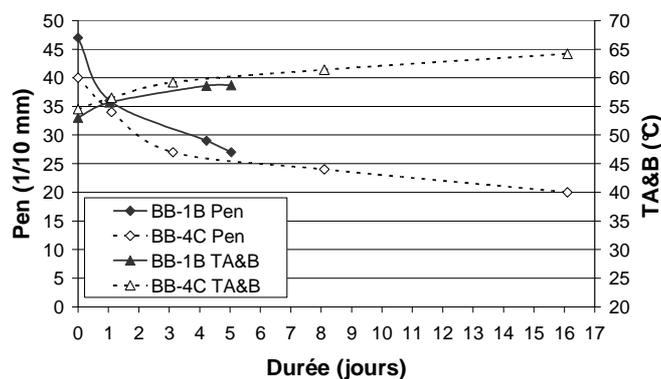


Figure 2 : Evolution des caractéristiques technologiques des enrobés en vrac de types BB-1B (Ohain) et BB-4C (Gent) vieillis en étuve ventilée à 60 °C.

Si on confronte les caractéristiques technologiques des deux enrobés vieillis à 60 °C à l'air libre (Figure 2), on constate que :

- La valeur de pénétration de 20 1/10 mm obtenue après 16 jours de vieillissement de l'enrobé en vrac du site de Gent est du même ordre de grandeur que celle relatée par Choquet pour des liants extraits du demi centimètre supérieur de dix couches d'usure à base d'enrobés âgés de 6 à 19 ans (réf.3). Leur pénétrabilité est en moyenne de 23 1/10 mm (les valeurs étant comprises entre 14 et 37 1/10 mm). Cela signifie aussi que cinq jours d'essai (Tableau 2) ne sont pas suffisants pour atteindre un ralentissement important de la cinétique de vieillissement. Il est plus judicieux d'allonger la durée de l'essai à 10 jours voire deux semaines pour avoir une idée de l'évolution globale du vieillissement de l'enrobé.

- Le vieillissement de l'enrobé en vrac de type BB-4C semble moins rapide que celui de l'enrobé de type BB-1B. Ceci suggère que la méthode est capable de mettre en évidence les différences de vieillissement entre les enrobés selon leur composition et les matériaux utilisés.

Les résultats de ces deux essais de vieillissement à l'air libre montrent qu'il est possible de vieillir de l'enrobé en vrac en laboratoire en vue de simuler le vieillissement que subit l'enrobé sur la route. Cet essai a une durée raisonnable, ne nécessite pas d'investissement coûteux et permet de vieillir des quantités importantes d'enrobé.

3.2 Comparaison de l'essai de vieillissement du vrac en étuve ventilé à 60 °C à celui du liant au RCAT

Il est intéressant de comparer cet essai de vieillissement sur enrobés en vrac à un essai de vieillissement standardisé sur liant. Les liants des deux enrobés étudiés ci-dessus ont donc été vieillis au RCAT à 163 °C puis à 90 °C en vue de simuler les vieillissements à court terme et à long terme. Des prélèvements de liant, en cours d'essai ont permis d'établir la cinétique de vieillissement du liant pour différentes caractéristiques (Tableau 3).

Durée (h)	Ohain		Gent						
	Pen (1/10mm)	TA&B (°C)	Pen (1/10mm)	TA&B (°C)	Visco 60 °C (Pa.s)	52 °C			
						G* _{1,6Hz} (kPa)	G* _{10Hz} (kPa)	δ _{1,6Hz} (°)	δ _{10Hz} (°)
T0	70	47,3	51	51,2	349	10,1	51,9	83	80
0	46	52,3	36	56,0	767	20,4	94,8	78	75
17	40	54,6	32	57,3	985	25,4	115,2	77	73
68	31	57,5	25	60,9	1724	41,3	167,4	74	70
140	25	60,1	20	64,4	3029	61,8	212,2	71	67

Tableau 3 : Evolution des caractéristiques technologiques (et rhéologiques) des liants utilisés à Ohain et à Gent suite à leur vieillissement au RCAT à 90 °C.

La Figure 3 permet de comparer les caractéristiques technologiques des liants extraits et récupérés de l'enrobé vieilli en étuve ventilée à 60 °C et celles des liants correspondants vieillis au RCAT à 90 °C.

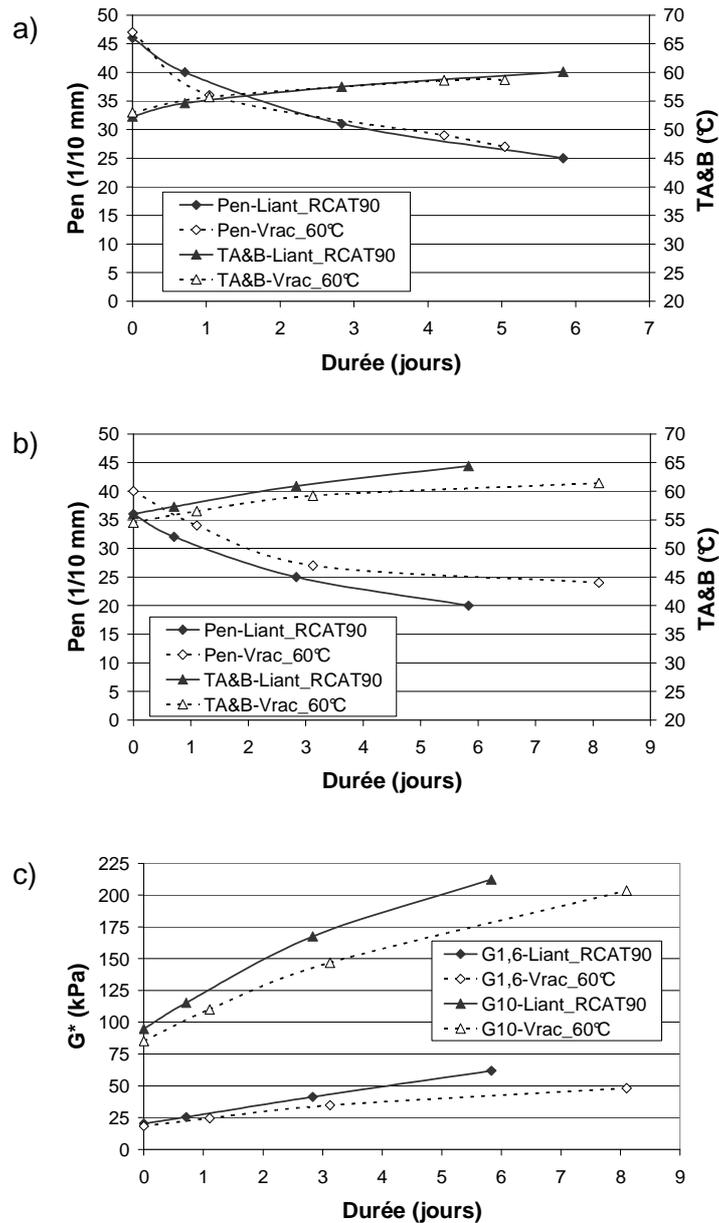


Figure 3 : Evolution des caractéristiques technologiques (et rhéologiques) du liant vieilli au RCAT à 90 °C et du liant extrait de l'enrobé vieilli en étuve ventilée à 60 °C : a) BB-1B (Ohain) , b) et c) BB-4C (Gent).

On peut constater que :

- Durant les premiers jours d'essais (3 à 5 jours selon l'enrobé), les caractéristiques technologiques des liants extraits des enrobés en vrac (Ohain et Gent) évolue de manière similaire aux liants vieillis au RCAT à 90 °C. Notons que dans le cas de l'enrobé BB-4C, un décalage est observé entre les caractéristiques initiales du liant extrait et du liant vieilli au RCAT à 163 °C. Cela est dû à un vieillissement moindre du vrac prélevé sur chantier par rapport à celui obtenu après vieillissement du liant à court terme

(RCAT163). Si on se réfère à l'allure des courbes, on peut toutefois comparer les essais de vieillissement sur enrobé et sur liant comme pour l'enrobé BB-1B.

- L'essai de vieillissement de l'enrobé en vrac à 60 °C en étuve ventilée a une durée relativement similaire à celle du liant vieilli au RCAT à 90 °C bien que l'essai sur vrac ait lieu à une température moins élevée. Cela s'explique par le fait que la surface du liant en contact avec l'air est plus importante dans le cas de l'enrobé. Toutefois, on observe un essoufflement du vieillissement du liant contenu dans l'enrobé par rapport à celui du liant vieilli au RCAT et le vieillissement de l'enrobé en vrac est aussi moins poussé. Cela semble logique étant donné que d'une part, la température de vieillissement de l'enrobé est moindre, et que d'autre part, le vieillissement de l'enrobé à 60 °C est un essai statique contrairement à l'essai RCAT qui est lui dynamique. Il n'y a donc pas de renouvellement continu du film et donc une saturation plus rapide du vieillissement.

3.3 Comparaison de l'essai de vieillissement de l'enrobé et du liant extrait de carottes prélevées sur site

Des carottages ont eu lieu depuis la réalisation des deux revêtements dont les enrobés en vrac ont servi de base à la mise au point de l'essai de vieillissement. Le liant contenu dans le centimètre supérieur de chaque carotte a été récupéré indépendamment de celui contenu dans le reste de la couche et caractérisé (Tableau 4). L'évolution des caractéristiques technologiques obtenues à partir des prélèvements réalisés à ce jour est présentée à la figure 4.

Durée (mois)	Ohain – BB-1B		Gent – BB-4C						
	Pen (1/10mm)	TA&B (°C)	Pen (1/10mm)	TA&B (°C)	Visco 60 °C (Pa.s)	52 °C			
						G* _{1,6Hz} (kPa)	G* _{10Hz} (kPa)	δ _{1,6Hz} (°)	δ _{10Hz} (°)
0,2	---	---	41	54,1	615	16,4	78,2	79	76
0,4	47	53,1	---	---	---	---	---	---	---
1	---	---	32	58,5	1135	28,2	123,9	76	72
3	---	---	34	58,1	---	---	---	---	---
4	35	55,8	---	---	---	---	---	---	---
6	---	---	26	60,5	1674	40,8	172,6	74	70
8	33	57,2	---	---	---	---	---	---	---
15	29	59,7	---	---	---	---	---	---	---

Tableau 4 : Evolution des caractéristiques technologiques (et rhéologiques) des liants extraits des enrobés BB-1B et BB-4C posés respectivement à Ohain et à Gent.

Les caractéristiques technologiques des liants en surface de la couche d'usure évoluent très rapidement dans les premiers mois après la pose (perte de 12 à 15 1/10 mm de pénétration) contrairement au liant contenu dans la masse dont les caractéristiques évoluent peu (Gent) ou plus lentement (Ohain). Cela s'explique par le fait que le vieillissement a lieu principalement en surface dans le cas des enrobés denses.

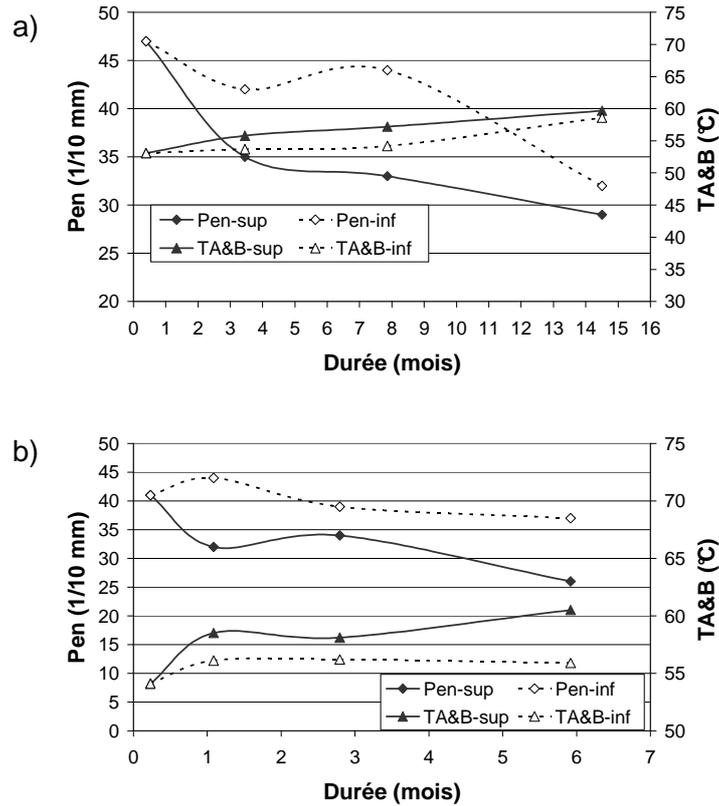


Figure 4 : Evolution des caractéristiques technologiques du liant contenu dans le centimètre supérieur (sup) de la couche d'usure et dans le reste de cette couche (inf) sur le site : a) d'Ohain (BB-1B) et b) de Gent (BB-4C).

Nous pouvons estimer la correspondance entre le vieillissement en laboratoire et celui sur la route à partir des résultats des tableaux 2 et 4 (centimètre supérieur)

Dans le cas du revêtement de type BB-4C, 1 jour de vieillissement de l'enrobé en vrac en étuve ventilée à 60 °C correspond à 1 à 3 mois de vieillissement sur la route tandis que 4 à 5 jours correspondent environ à 6 mois.

Dans le cas du revêtement de type BB-1B, les résultats vont dans le même sens : 1 à 2 jours correspondent environ à 4 mois sur la route. Etant donné que l'essai en laboratoire a été limité à 5 jours et la faible différence entre les caractéristiques mesurées après 4 et 5 jours (plateau), il est difficile de pronostiquer la correspondance pour des prélèvements réalisés après 8 et 15 mois.

Nous retiendrons que les caractéristiques du liant dans le centimètre supérieur d'une couche d'usure peuvent être simulées en laboratoire à l'aide de l'essai de vieillissement en vrac en étuve ventilée à 60 °C. Un à deux 2 jours d'essai correspondent à un à quatre mois sur route tandis que quatre à cinq jours d'essai correspondent à environ six mois sur route.

4 Conclusions

Cette recherche a montré qu'il est possible de vieillir de l'enrobé en vrac en laboratoire à partir d'un essai facile à mettre en œuvre et d'une durée raisonnable. La méthode développée consiste à étendre de l'enrobé en vrac sur une platine avec une épaisseur comprise entre 2 et 3 cm et à le placer dans une étuve ventilée à 60 °C durant environ deux semaines. Le vieillissement du liant dans l'enrobé obtenu par cette nouvelle méthode est très similaire à celui obtenu lors de l'essai RCAT sur le liant correspondant durant les premiers jours d'essais mais sur une durée plus longue, l'évolution du vieillissement sur enrobé est plus lente.

Le suivi des enrobés posés sur route a montré une nette distinction entre le comportement du liant contenu dans le centimètre supérieur d'une couche d'usure et celui contenu dans le reste de la couche. Le liant vieillit très rapidement en surface contrairement à celui contenu dans le reste de la couche dans le cas d'enrobés denses. De plus, la comparaison des caractéristiques des liants extraits du centimètre supérieur de la couche d'usure avec celles des liants extraits des enrobés vieillis à 60 °C a montré qu'un ou deux jours d'essai donnent un vieillissement du liant comparable à un à quatre mois sur route tandis que quatre à cinq jours d'essai simulent l'état du liant après six mois environ.

Pour le futur, le CRR suivra le vieillissement in situ d'autres enrobés et les comparera avec les résultats de l'essai de vieillissement sur enrobé afin de valider cette nouvelle méthode d'essai.

5 Remerciement

Cette recherche a pu être réalisée grâce au support financier du Gouvernement fédéral belge (numéro de contrat : CC-CCN/PN/NBN 357). Les auteurs remercient P. Crabbé et C. Motte pour leur support technique ainsi que les administrations et entrepreneurs pour leur collaboration.

6 Références

- 1 N. PIERARD, A. VANALSTRAETE, Developing a test method for the accelerated ageing of bituminous mixtures in the laboratory, 7th International RILEM Symposium on Advanced Testing and Characterization of Bituminous Materials (ATCBM09), 27-29 May 2009, Rhodes, article proposé pour publication.
- 2 AASHTO R30-1: 2006, Standard method of test for Mixture Conditioning of Hot-Mix Asphalt.
- 3 Choquet F.C. 1991, The search for ageing test based on changes in the generic composition of bitumens, Proc. Inter. Symp. Chemistry of Bitumens, 5-8 June 1991, Rome, Italy, 788-812.