

Impact du vieillissement par oxydation sur les
caractéristiques rhéologique et chimique de deux bitumes de
même grade de performance et d'origine pétrolière différente

par

Alexandre ROGEAUX

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE
AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE

M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 7 MARS 2017

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

©Tous droits réservés

Cette licence signifie qu'il est interdit de reproduire, d'enregistrer ou de diffuser en tout ou en partie, le présent document. Le lecteur qui désire imprimer ou conserver sur un autre media une partie importante de ce document, doit obligatoirement en demander l'autorisation à l'auteur.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Alan Carter, directeur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Daniel Perraton, codirecteur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Michel Vaillancourt président du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

Mme Véronique Szabo, membre du jury externe
Directrice Recherche et Développement - Suncor Énergie (Usine Parachem)

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 17 FÉVRIER 2017

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

J'aimerais tout d'abord remercier Monsieur Alan Carter qui, par sa personnalité et la passion envers l'enseignement, a su m'encadrer tout au long de ce projet.

J'aimerais remercier tout particulièrement le personnel de l'ETS ayant participé au projet. Je tiens particulièrement à remercier François Bilodeau et Michaël Dubois pour leur grande implication, pour leur aide précieuse sans quoi la réalisation de mon projet aurait été bien plus laborieuse. Un merci également à Sylvain Bibeau pour sa disponibilité et sa gentillesse. Je remercie également l'ensemble des membres du LCMB pour la bonne ambiance de travail.

J'aimerais remercier les partenaires industriels de ce projet, à savoir SUNCOR pour le financement de ce projet de recherche ainsi que pour l'approvisionnement en matière première.

Je remercie finalement ma conjointe Julia Greco, pour son soutien inconditionnel et quotidien, ainsi que mes parents, Nathalie et Willy, et mes amis pour m'avoir soutenu et encouragé tout au long de mes études.

IMPACT DU VIEILLISSEMENT PAR OXYDATION SUR LES CARACTÉRISTIQUES RHÉOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE DEUX BITUMES DE MÊME GRADE DE PERFORMANCE ET D'ORIGINE PÉTROLIÈRE DIFFÉRENTE

Alexandre ROGEAUX

RÉSUMÉ

Les bitumes sont caractérisés selon leur grade de performance, celui-ci correspondant à l'intervalle thermique à l'intérieur duquel le bitume est susceptible d'être employé. Ce grade est basé sur les performances rhéologiques du bitume déterminées lors d'essais en laboratoire, et non intrinsèquement liées à la composition chimique du bitume. Le bitume étant une ressource d'origine naturelle, sa composition chimique varie en fonction du pétrole brut source et de son procédé de fabrication. Cette variation de composition chimique influe sur les caractéristiques rhéologiques du bitume, et ceci n'est pas pris en compte actuellement.

L'objectif du présent programme de recherche est d'évaluer l'impact de la composition chimique du brut sur les caractéristiques mécaniques et rhéologiques du bitume, ceci dans le but d'appréhender l'influence du choix du brut sur la formulation des enrobés et les caractéristiques des bitumes.

Deux bitumes possédant le même grade de performance PG 58-28 mais provenant de sources différentes ont été employés afin de faire varier la composition chimique du brut. Différents protocoles de vieillissement par oxydation, basés sur les protocoles normalisés des essais RTFO et PAV, ont été appliqués aux deux bitumes afin d'observer l'effet de la composition chimique du brut sur le vieillissement par oxydation.

La caractérisation rhéologique de deux bitumes a ensuite été effectuée, par le biais d'essais DSR et BBR. Par la suite, ces bitumes ont été caractérisés chimiquement, à l'aide d'analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR) ainsi que grâce à des essais TGA/DSC et EGA. Enfin, une recherche de corrélations entre ces deux caractérisations a été effectuée.

Mots-clés: Bitume, caractérisation rhéologique, caractérisation chimique, vieillissement par oxydation

IMPACT OF OXIDATION AGING ON RHEOLOGICAL AND CHEMICAL CHARACTERISTICS OF TWO BITUMENS OF SAME PERFORMANCE GRADE EXTRACTED FROM DIFFERENT CRUDE OIL

Alexandre ROGEAUX

ABSTRACT

Bitumen are characterised according to their performance grade thereof corresponding to the thermal range inside which the bitumen may be employed. This grade is based on the bitumen's rheological performance determined empirically by tests, and is not intrinsically linked to the chemical composition of bitumen. As the bitumen is a natural resource, its chemical composition varies depending on the source of crude oil and its manufacturing process. This variation in chemical composition affects the rheological characteristics of the bitumen, and this is not currently.

The objective of this research program is to evaluate the impact of the chemical composition of the crude oil on mechanical and rheological characteristics of bitumen, with the aim of understanding the influence of the choice of crude oil on the concrete formulation and the characteristics of bitumen.

Two bitumen with the same performance grade PG 58-28 but from different sources were used for the purpose of varying the chemical composition of crude. Various oxidative aging protocols, based on standardized protocols RTFO and PAV tests, were applied to both bitumen to observe the effect of the chemical composition of crude on the oxidative aging.

The rheological characterization of two bitumen was then carried through DSR and BBR tests. Thereafter these bitumen were characterized chemically by means of infrared spectroscopic analysis (FTIR) as well as through TGA / DSC and EGA tests. Finally, a correlations research between these two characterizations had been performed.

Keywords: Asphalt, rheological characterization, chemical characterization, oxidation aging

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Introduction au bitume	3
1.1.1 Différents types de bitume	4
1.1.1.1 Les bitumes naturels	4
1.1.1.2 Les bitumes pétroliers	5
1.2 Introduction au pétrole	5
1.2.1 Origine du pétrole	5
1.2.1.1 Perspective historique	6
1.2.1.2 Perspective moderne	6
1.2.2 Définition et terminologie	7
1.2.3 Processus naturel de création du pétrole	8
1.2.4 Protocole d'extraction du brut pétrolier	9
1.2.4.1 Reconnaissance des sites pétroliers	9
1.2.4.2 Récupération du pétrole par forage	10
1.2.5 Protocole de distillation du pétrole	12
1.2.5.1 Processus de raffinage du pétrole	12
1.2.5.2 Sélection des bruts	14
1.3 Propriétés du bitume	15
1.3.1 Introduction de termes chimiques utilisés dans ce rapport	15
1.3.2 Composition chimique du bitume	16
1.3.2.1 Composition élémentaire	17
1.3.2.2 Fractions chimiques du bitume - SARA	20
1.3.2.3 Structure du bitume	25
1.3.2.4 Relation entre structure du bitume et comportement rhéologique	28
1.3.3 Propriétés du bitume	28
1.3.3.1 Propriété rhéologique du bitume	29
1.3.3.2 Polarité	31
1.3.3.3 Oxydation	31
1.4 Caractérisations rhéologique et mécanique du bitume	32
1.4.1 Module complexe	32
1.4.2 Principe d'équivalence temps – température (PETT)	33
1.5 Méthodes de caractérisation rhéologique du bitume	35
1.5.1 Le Grade de Performance	35
1.5.1.1 Principe du grade de performance	35
1.5.1.2 Détermination des températures hautes et basses du bitume	36
1.5.1.3 Résistance à l'orniérage	37
1.5.1.4 Résistance à la fatigue	38
1.5.1.5 Résistance à la fissuration thermique	38

1.5.2	Méthode du « Dynamic Shear Rheometer » (DSR).....	39
1.5.3	Méthode du « Bending Beam Rheometer » (BBR)	41
1.5.4	Méthode « Multiple Stress Creep Recovery » (MSCR)	43
1.6	Méthodes d'analyse chimique du bitume	46
1.6.1	La diffraction SARA.....	46
1.6.2	La spectroscopie infrarouge FTIR	48
	1.6.2.1 Spectres infrarouge à transformée de Fourier.....	49
	1.6.2.2 Spectre infrarouge pour analyse du bitume	49
1.6.3	Analyse thermogravimétrique et analyse enthalpique différentielle (TGA/DSC).....	53
1.7	Méthodes de vieillissement du bitume.....	54
1.7.1	Protocole de vieillissement à court terme « Thin-Film Oven Test » (TFOT)	54
1.7.2	Protocole de vieillissement à court terme « Rolling Thin-Film Oven Test » (RTFO).....	55
1.7.3	Protocole de vieillissement à long terme « Pressure Aging Vessel » (PAV)	57
CHAPITRE 2 PROGRAMME DE RECHERCHE ET MÉTHODE D'ESSAI.....		59
2.1	Phase I : Vieillissement des bitumes.....	60
2.2	Phase 2 : Caractérisation rhéologique des différents états du bitume.....	61
2.3	Phase 3 : Caractérisation chimique des différents états du bitume	62
2.4	Phase 4 : recherche de corrélations entre les deux caractérisations.....	64
CHAPITRE 3 CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DES BITUMES		65
3.1	Essais de détermination du module en cisaillement complexe (DSR)	65
3.1.1	Description de l'équipement	65
3.1.2	Préparation des échantillons	66
3.1.3	Programme expérimental	68
3.1.4	3.1.3.1 Choix des domaines de températures et fréquences	68
3.1.4	Essais préliminaires pour déterminer le domaine de linéarité	70
3.1.5	Présentation et discussion des résultats des essais de module complexe..	78
	3.1.5.1 Obtentions des isothermes de module complexe en cisaillement et angle de phase	78
3.1.6	Traitement des résultats : obtention de courbes maîtresses	82
3.1.7	Analyses des résultats	86
	3.1.7.1 Étude comparative des courbes maîtresses d'un même bitume.	86
	3.1.7.2 Étude comparative des courbes maîtresses des mêmes états de vieillissement entre les deux bitumes	92
3.2	Essais de détermination du module de rigidité et taux de fluage à basses températures (BBR).....	94
3.2.1	Descriptions de l'équipement	94
3.2.2	Préparation des échantillons	96
3.2.3	Programme expérimental	97
3.2.4	Présentation des résultats obtenus.....	98

3.2.5	Traitements des résultats	101
3.2.6	Analyse des résultats obtenus	104
3.3	Conclusion sur la caractérisation rhéologique	106
CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION CHIMIQUE DES BITUMES		107
4.1	Caractérisation par spectroscopie infrarouge type FTIR	107
4.1.1	Description de l'équipement	107
4.1.2	Préparation des échantillons	108
4.1.3	Programme expérimental	109
4.1.4	Présentation des résultats obtenus.....	109
4.1.5	Traitements des résultats.....	113
4.1.5.1	Discussions sur les pics à considérer et les bornes d'intégration de leur aire.....	113
4.1.5.2	Discussion sur la formule de calcul des indices.....	117
4.1.6	Analyse des résultats.....	119
4.1.6.1	Groupement aliphatique.....	120
4.1.6.2	Groupement aromatique.....	122
4.1.6.3	Groupements contenant de l'oxygène : Aldéhyde, Carbonyle et sulphoxyde	124
4.2	Méthodes de caractérisation non-concluantes pendant cette étude.....	127
4.2.1	Caractérisation par analyse thermique (TGA/DSC)	128
4.2.1.1	Équipement et principe	128
4.2.1.2	Résultats des tests préliminaires et limite de cette méthode	129
4.2.2	Caractérisation par analyse des dégagements gazeux (EGA).....	130
4.2.2.1	Équipement et principe	131
4.2.2.2	Visualisation des résultats issus du logiciel « Timebase »	133
4.2.2.3	Résultats des tests préliminaires et limite de cette méthode	135
4.3	Conclusion sur la caractérisation chimique	135
CHAPITRE 5 CORRÉLATION ENTRE LES CARACTÉRISATIONS RHÉOLOGIQUE ET CHIMIQUE		137
5.1	Sélection des critères de corrélations	137
5.2	Résultats de la recherche de corrélations	141
5.3	Analyse des résultats obtenus	146
5.4	Conclusion sur la recherche de corrélations entre les deux caractérisations des bitumes.....	150
CONCLUSION		151
ANNEXE I	RÉSULTATS DES ESSAIS DSR	155
ANNEXE II	REPRÉSENTATION GRAPHIQUES DES ISOTHERMES DES DIFFÉRENTS BITUMES	183

ANNEXE III	REPRÉSENTATIONS GRAPHIQUES DES COURBES MAÎTRESSES ET FACTEURS DE VARIATION DU BITUME « B » DANS SES SEPT ÉTATS DE VIEILLISSEMENT	211
ANNEXE IV	RÉSULTATS DES ESSAIS BBR.....	215
ANNEXE V	RÉSULTATS DES SPECTRES INFRAROUGES FTIR	257
ANNEXE VI	RECHERCHE DE CORRÉLATIONS ENTRE L'INDICE SULPHOXYDE ET DIFFÉRENTS CRITÈRES RHÉOLOGIQUES	263
	RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	269

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 Récapitulatif des fractions chimiques extraites lors de la distillation atmosphérique	13
Tableau 1.2 Proportions d'hétéroatomes contenus dans le bitume.....	17
Tableau 1.3 Proportions de métaux contenus dans le bitume	19
Tableau 3.1 Données issues de l'essai préliminaire « Bitume A Original 25°C 1,59 Hz »	72
Tableau 3.2 Résultats des essais préliminaires de domaine de linéarité du bitume A ...	73
Tableau 3.3 Résultats des essais préliminaires de domaine de linéarité du bitume B ...	74
Tableau 3.4 Contrainte maximale déterminée par les essais préliminaires	77
Tableau 3.5 Résultats d'un balayage de l'essai DSR « Bitume A Original » à 25°C et 2500 Pa.....	78
Tableau 3.6 Contraintes des essais DSR pour chaque température et chaque bitume...	79
Tableau 3.7 Récapitulatif des coefficients de translations (Tref = 25°C).....	84
Tableau 3.8 Facteurs de variation du module complexe et écart d'angle de phase du bitume A sous différents états de vieillissement à différentes fréquences réduites à Tref = 25°C	89
Tableau 3.9 Facteurs de variation des modules élastique et visqueux du bitume A sous différents états de vieillissement à différentes fréquences réduites ...	90
Tableau 3.10 Effet du vieillissement sur les fréquences réduites associées aux angles de phase $\delta = 45^\circ$ et $\delta = 75^\circ$ sur le bitume A	91
Tableau 3.11 Effet du vieillissement sur les fréquences réduites associées aux angles de phase $\delta = 45^\circ$ et $\delta = 75^\circ$ sur le bitume B.....	92
Tableau 3.12 Plan d'expériences de caractérisation par BBR	97
Tableau 3.13 Module de rigidité S(60) et taux de fluage m(60) du bitume A.....	100
Tableau 3.14 Module de rigidité S(60) et taux de fluage m(60) du bitume B.....	100
Tableau 3.15 Étude de variation des résultats des essais BBR du bitume A	101
Tableau 3.16 Étude de variation des résultats des essais BBR du bitume B	102

Tableau 3.17	Résultats après étude de variation des essais BBR	103
Tableau 3.18	Moyennes des paramètres S(60) et m(60) après étude de variation	104
Tableau 3.19	Facteurs de variation du module de rigidité et du taux de fluage des deux bitumes.....	106
Tableau 4.1	Bornes d'intégrations et longueurs d'ondes des pics étudiés.....	114
Tableau 4.2	Résultats des spectres infrarouges FTIR du bitume A Original	115
Tableau 4.3	Aires des pics des spectres infrarouges FTIR du bitume A	116
Tableau 4.4	Aires des pics des spectres infrarouges FTIR du bitume B	116
Tableau 4.5	Coefficients de Variation des aires des pics des bitume A et B.....	118
Tableau 4.6	Indices des spectres infrarouges FTIR du bitume A	119
Tableau 4.7	Indices des spectres infrarouges FTIR du bitume B	119
Tableau 5.1	Résultats des essais DSR du bitume A (Tref = 25°C) utilisés pour la recherche de corrélation.....	138
Tableau 5.2	Résultats des essais DSR du bitume B (Tref = 25°C) utilisés pour la recherche de corrélation	139
Tableau 5.3	Résultats des essais BBR utilisés pour la recherche de corrélation	140
Tableau 5.4	Indices carbonyles et sulphonydes employés pour cette étape du projet.	140
Tableau 5.5	Coefficients de corrélation et probabilités d'erreur selon Bravais-Pearson de l'indice carbonyle avec différentes propriétés rhéologiques des bitumes A et B	147
Tableau 5.6	Coefficients de corrélation et probabilités d'erreur selon Bravais-Pearson de l'indice sulphonyde avec différentes propriétés rhéologiques des bitumes A et B	148

LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1.1	Développement du processus de distillation pétrolière depuis le commencement de l'ère moderne de raffinage jusqu'à 1975	6
Figure 1.2	Liste des produits dérivés du pétrole brut	8
Figure 1.3	Conditions d'utilisation des méthodes de récupération tertiaire.....	11
Figure 1.4	Schéma d'une raffinerie de pétrole	14
Figure 1.5	Groupements Carbazoles (à gauche) et indoles (à droite)	18
Figure 1.6	Groupements comportant de l'azote et de l'oxygène contenu dans le bitume	19
Figure 1.7	Composition élémentaire des 4 fractions d'un bitume	20
Figure 1.8	Méthode de séparation des différentes fractions du bitume.....	21
Figure 1.9	Structure des asphaltènes	22
Figure 1.10	Structure des saturés	23
Figure 1.11	Structure des aromatiques	24
Figure 1.12	Schéma représentatif du bitume de type « SOL ».....	26
Figure 1.13	Schéma représentatif du bitume de type « GEL »	27
Figure 1.14	Importance de la température sur le comportement du bitume.....	29
Figure 1.15	Représentation graphique des comportements Newtoniens et Non-newtonien	30
Figure 1.16	Translations en fréquence des courbes isothermes de la norme du module complexe en cisaillement $ G^* $ à une température de référence T_{ref} pour obtention d'une courbe maîtresse à la température de référence T_{ref}	35
Figure 1.17	Oscillation des plaques du DSR.....	40
Figure 1.18	Réponse Contrainte-Déformation d'un matériau viscoélastique	41
Figure 1.19	Représentation graphique des résultats des 3 premiers cycles du MSCR test.....	44

Figure 1.20	Calcul du pourcentage de recouvrance du MSCR Test	45
Figure 1.21	Schéma du fractionnement SARA	47
Figure 1.22	Longueurs d'ondes du spectre infrarouge associées aux groupements fonctionnels du bitume.....	48
Figure 1.23	Différentes vibrations moléculaires possibles	50
Figure 1.24	Calcul des indices selon Nivitha et al.	52
Figure 1.25	Calcul des indices selon Feng et al.	52
Figure 1.26	Schéma de l'appareillage du TGA/DSC.....	53
Figure 1.27	Appareillage du TFOT	55
Figure 1.28	Bouteilles du protocole RTFO (vide, avant le test et après le test).....	56
Figure 1.29	Appareillage du protocole RTFO.....	57
Figure 1.30	Assiette du protocole PAV.....	58
Figure 2.1	Protocoles de vieillissement par oxydation employés pendant le projet ...	61
Figure 3.1	Rhéomètre à cisaillement dynamique (à droite) et thermostat à eau (à gauche).....	66
Figure 3.2	Plaques et moules du DSR.....	67
Figure 3.3	Fréquences de sollicitation (en Hz) choisies pour les essais DSR.....	70
Figure 3.4	Effet de bruit à basses contraintes sur la valeur de la norme de G* à basse température vu par l'essai préliminaire du Bitume B Original pour 10 Hz à 25°C.....	75
Figure 3.5	Effet de bruit à basses contraintes, température et fréquences	76
Figure 3.6	Module complexe en fonction de la contrainte à hautes températures	76
Figure 3.7	Superposition des isothermes de l'angle de phase du « Bitume A Original »	80
Figure 3.8	Superposition des isothermes de module complexe du « Bitume A Original »	81
Figure 3.9	Superposition des isothermes de module élastique du « Bitume A Original »	81

Figure 3.10	Superposition des isothermes de module visqueux du « Bitume A Original »	82
Figure 3.11	Translation d'une isotherme sur une isotherme de référence	83
Figure 3.12	Module complexe et angle de phase du « Bitume A Original » à Tref = 25°C	85
Figure 3.13	Module élastique et module visqueux du « Bitume A Original » à Tref = 25°C	85
Figure 3.14	Comparatif des angles de phase des différents états du bitume A à Tref = 25°C	87
Figure 3.15	Comparatif des modules complexes des différents états du bitume A à Tref = 25°C	87
Figure 3.16	Comparatif des modules élastiques des différents états du bitume A à Tref = 25°C	88
Figure 3.17	Comparatif des modules visqueux des différents états du bitume A à Tref = 25°C	88
Figure 3.18	Schéma d'un rhéomètre à flexion de poutres (BBR)	95
Figure 3.19	Représentations graphiques des résultats d'un essai BBR	95
Figure 3.20	Moule d'une poutre de bitume (BBR)	96
Figure 3.21	Déflexion et charge de fluage des essais BBR en fonction du temps	98
Figure 3.22	Tableau de résultats de l'essai BBR du bitume A Original	99
Figure 4.1	Spectromètre « Spectrum Two » de marque Perkin Elmer	108
Figure 4.2	Spectre infrarouge en transmittance du « Bitume A Original ».....	110
Figure 4.3	Spectres infrarouge en transmittance des sept états du bitume A	110
Figure 4.4	Spectres infrarouge en transmittance des sept états du bitume B	111
Figure 4.5	Pic carbonyle des différents états du bitume A	111
Figure 4.6	Pic sulphoxyde des différents états du bitume A	112
Figure 4.7	Géométrie des pics du spectre infrarouge du bitume « A Original ».....	115
Figure 4.8	Indices du pic « Aliphatique (1) » de longueur d'onde 2766-2998 cm ⁻¹ .	120

Figure 4.9	Indices du pic « Aliphatique (2) » de longueur d'onde 1397-1508 cm ⁻¹	121
Figure 4.10	Indices du pic « Aliphatique (3) » de longueur d'onde 1350-1391 cm ⁻¹	121
Figure 4.11	Indices du pic « Longues chaînes carbonées » de longueur d'onde 715-733 cm ⁻¹	122
Figure 4.12	Indices du pic « Aromatique (1) » de longueur d'onde 1544-1639 cm ⁻¹	123
Figure 4.13	Indices du pic « Aromatique (2) » de longueur d'onde 838-908 cm ⁻¹	123
Figure 4.14	Indices du pic « Aromatique (3) » de longueur d'onde 785-837 cm ⁻¹	123
Figure 4.15	Indices du pic « Aldéhyde » de longueur d'onde 2743-2710 cm ⁻¹	124
Figure 4.16	Indices du pic « Carbonyle » de longueur d'onde 1660-1760 cm ⁻¹	125
Figure 4.17	Indices du pic « Sulphoxyde » de longueur d'onde 1010-1039 cm ⁻¹	127
Figure 4.18	Analyseur thermogravimétrique « STA 8000 » de marque Perkin Elmer	129
Figure 4.19	Principe de l'analyse des dégagements gazeux (EGA)	131
Figure 4.20	Appareillage de l'analyse des dégagements gazeux (EGA)	132
Figure 4.21	Intégralité des spectres infrarouges d'un essai EGA du bitume A Original	133
Figure 4.22	Absorbance moyenne de l'essai EGA du bitume A Original en fonction du temps	134
Figure 4.23	Spectre de l'essai EGA du bitume A Original associé au temps 902.34 secondes	134
Figure 4.24	Représentation de l'absorbance en fonction du temps et de la longueur d'onde	134
Figure 5.1	Module complexe en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz	141
Figure 5.2	Module complexe en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz	141
Figure 5.3	Module complexe en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz	142

Figure 5.4	Angle de phase en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz	142
Figure 5.5	Angle de phase en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz	142
Figure 5.6	Angle de phase en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz	143
Figure 5.7	Module élastique en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz	143
Figure 5.8	Module élastique en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz	143
Figure 5.9	Module élastique en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz	144
Figure 5.10	Module visqueux en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz	144
Figure 5.11	Module visqueux en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz	144
Figure 5.12	Module visqueux en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz	145
Figure 5.13	Module de rigidité S(60) à -18°C en fonction de l'indice carbonyle.....	145
Figure 5.14	Module de rigidité S(60) à -24°C en fonction de l'indice carbonyle.....	145
Figure 5.15	Taux de fluage m(60) à -18°C en fonction de l'indice carbonyle.....	146
Figure 5.16	Taux de fluage m(60) à -24°C en fonction de l'indice carbonyle.....	146

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AASHTO	<i>American Association of State Highway and Transportation Officials</i>
API	<i>American Petroleum Institute</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Material</i>
ATR	<i>Attenuated Total Reflectance</i>
BBR	<i>Bending Beam Rheometer</i>
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i>
DSR	<i>Dynamic Shear Rheometer</i>
EGA	<i>Evolved Gas Analysis</i>
ÉTS	École de Technologie Supérieure de Montréal
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
H/C	Ratio Hydrogène / Carbone
ITAA	<i>International Transactional Analysis Association</i>
LCMB	Laboratoire sur les Chaussées et Matériaux Bitumineux
MSCR	<i>Multiple Stress Creep Recovery</i>
PAV	<i>Pressure Aging Vessel</i>
PETT	Principe d'Équivalence Temps-Température
PIONA	Paraffines, Iso-paraffines, Oléfines, Naphtènes et Aromatiques
PNA	Paraffines, Naphtènes et Aromatiques
PONA	Paraffines, Oléfines, Maltènes et Aromatiques
PG	<i>Performance Grade - Grade de Performance d'un bitume</i>
PG H-L	<i>Performance Grade High – Low temperatures</i>
RTFO	<i>Rolling Thin Film Oven</i>

SARA	Saturés, Aromatiques, Résines et Asphaltènes
SHRP	<i>Strategic Highway Research Program</i>
TFOT	<i>Thin Film Oven Test</i>
TGA	<i>Thermogravimetric Analysis</i>
WLF	Williams, Landel et Ferry

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

%	Pourcentage
%w	Pourcentage en massique
%T	Pourcentage de transmittance
°	Degré
°C	Degré Celsius
°F	Degré Fahrenheit
δ	Angle de phase de module complexe en cisaillement
φ	Angle de phase de module complexe
Σ	Symbole Somme
Δt	Temps de latence
λ	Longueur d'onde
σ	Contrainte
σ₀	Contrainte initiale
ε	Déformation
ε₀	Déformation initiale
εA	Amplitude du signal de déformation
aT	Facteur de translation
A pic	Aire d'un pic infrarouge
C₁	Constante qui dépend du matériau testé pour la loi de WLF
C₂	Constante qui dépend du matériau testé pour la loi de WLF
cm⁻¹	Unité de longueur d'onde
CV%	Coefficient de variation

E*	Module complexe
E*	Norme du module complexe
E1	Composante élastique
E2	Composante visqueuse
F	Fréquence
g	Gramme
g/mol	Grammes/mole
G*	Module complexe en cisaillement
G*	Norme du module complexe en cisaillement
G'	Composante élastique du module complexe en cisaillement
G''	Composante visqueuse du module complexe en cisaillement
h	Heure
Hz	Hertz
i	Racine carré de -1
Jnr	Pourcentage de recouvrance d'un bitume
km	Kilomètre
km/h	Kilomètres par heure
kPa	Kilopascal
log	Fonction Logarithme
m	Mètre
min	Minute
mm	Millimètre
μm	Micromètre

mN	Milli newton
mol	Mole
MPa	Mégapascal
N	Newton
Pa	Pascal
ppm	Parties par millions
R ²	Coefficient de corrélation
Rad	Radian
Rad/s	Radians/seconde
s	Seconde
sin	Fonction Sinus
t	Temps
T°	Température
T°ref	Température de référence
T0	Température de référence
Ti	Température d'une isotherme

INTRODUCTION

Les phénomènes d'orniérage et de fissuration à basses températures sont parmi les plus dommageables en ce qui concerne la défaillance des enrobés bitumineux. Ces phénomènes sont en partie imputables aux comportements rhéologiques du bitume servant de matériau liant les particules du granulat. L'orniérage, ou déformation permanente de la chaussée, est la principale cause de détérioration des routes dans les régions à climat chaud ainsi que dans les zones à trafics lents comme les zones très urbanisées (Di Benedetto et Corté, 2005). A l'opposé, la fissuration à basses températures est une détérioration de la chaussée associée aux régions de climat froid. Cette fissuration est due au fait qu'à partir d'une certaine température basse, le bitume ne possède plus les performances suffisantes pour endurer les contraintes mécaniques induites par le trafic. Le bitume est rendu trop dur, et les fractures apparaissent. Afin de diminuer les phénomènes de détérioration de la chaussée et ainsi maximiser sa durabilité, il est nécessaire d'employer des bitumes suffisamment rigides pour résister à la déformation permanente (orniérage) à des températures élevées et suffisamment souples pour supporter les contraintes mécaniques à basses températures (pour éviter la fissuration). Les phénomènes de vieillissement sont également un facteur de sélection des bitumes, du fait que leurs propriétés se dégradent avec le temps.

Le comportement rhéologique des bitumes et leur affinité au vieillissement sont fortement dépendants de leur composition chimique (Speight, 2006). La composition chimique du bitume varie en fonction de la provenance du brut ainsi que de son protocole de fabrication. Le bitume est un mélange extrêmement complexe d'hydrocarbures. Cette complexité chimique rend toute caractérisation précise presque impossible, et les relations entre composition chimique et performances mécaniques ne sont pas encore claires. Cependant, il est possible de simplifier la caractérisation chimique du bitume en le séparant par « fractions » ou par classes de composés selon leurs solubilités dans différents solvants.

La méthode la plus communément employée dans l'industrie pétrolière est le fractionnement « SARA » pour « Saturés, Aromatiques, Résines et Asphaltènes ». Ces fractions sont distinctes

par leur masse, leur quantité, leurs groupements polaires et leur aromaticité. Ces fractionnements permettent une caractérisation et une définition chimique partielle du bitume. Le bitume est définissable, en terme de structure, comme un système colloïdal se composant de micelles d'asphaltènes de hauts poids moléculaires, dispersées ou dissoutes dans un milieu huileux composé de maltènes de poids moléculaires plus faibles (que sont les saturés, aromatiques, et résines). Les asphaltènes joueraient d'après la littérature (Read, 2003) un rôle important sur le comportement rhéologique du bitume, car il existerait une relation entre la teneur en asphaltènes et les propriétés physiques, telles que la viscosité, la pénétration, point de ramollissement. La teneur en asphaltènes, par rapport aux autres fractions, a un effet notable sur les propriétés rhéologiques du bitume (Read, 2003).

Ce projet de recherche vise principalement à évaluer l'impact du vieillissement par oxydation sur les caractéristiques rhéologiques et chimiques de deux bitumes de même grade de performance et d'origine pétrolière différente. L'objectif est alors de constater que deux bitumes d'un même grade de performance (et donc de propriétés rhéologiques similaires d'un point de vue des normes de caractérisation) mais issus de brut différents, sont susceptibles d'évoluer par oxydation de façon différentes. Pour cela, les caractérisations chimique et rhéologique de deux bitumes provenant de deux bruts différents ont été établies à l'aide de différentes méthodes d'essais. Par la suite, des relations seront déterminées, le cas échéant, entre les propriétés des deux caractérisations obtenues.

La caractérisation chimique du bitume est la partie du projet ayant soulevé le plus de questionnement, de par son caractère exploratoire. Contrairement à la caractérisation rhéologique, les méthodes d'analyses chimiques du bitume ne sont pour l'instant pas normalisées. De ce fait, les protocoles d'échantillonnages et d'essais, le choix des paramètres des tests et l'analyse des résultats ont été sources de questionnement. Également, la méthode « Evolved Gaz Analysis » employant en série un spectromètre infrarouge et un analyseur thermogravimétrique, n'a jusqu'à présent jamais été utilisé pour l'analyse du bitume.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Le présent chapitre évoque les connaissances actuelles dans le domaine des bitumes. Plus précisément, une introduction au bitume et à son protocole de fabrication seront tous d'abord proposées. La revue de littérature portera ensuite sur l'état des connaissances relatives aux propriétés et caractéristiques des bitumes, ainsi que sur les méthodes de caractérisation rhéologiques et chimiques qui seront nécessaire dans le cadre de ce projet. Les méthodes de vieillissement par oxydation seront également détaillées dans ce chapitre.

1.1 Introduction au bitume

Le bitume est un liquide visqueux, parfois quasi-solide, de couleur noire. Ce matériau est principalement d'origine pétrolière, mais existe aussi à l'état naturel. Il est essentiellement composé d'hydrocarbures et de leurs dérivés. Il possède des caractéristiques intéressantes pour la construction de chaussées, telles que l'imperméabilité à l'eau ou encore une grande inertie chimique (hormis à l'oxydation). Les bitumes sont des matériaux viscoélastiques, se comportant comme des solides élastiques à faibles températures et comme des liquides visqueux à hautes températures.

Le bitume est le liant le plus utilisé dans la confection des enrobés bitumineux puisqu'il possède un haut pouvoir agglutinant. Le rôle du bitume au sein des enrobés bitumineux est de maintenir les particules du granulat entre elles, et de permettre la cohésion et l'imperméabilité de l'enrobé. Même si la proportion de bitume est faible comparativement à celle du granulat, les caractéristiques du bitume influencent de façon importante les variations de rigidité de l'enrobé induites par les sollicitations du trafic et de la température (Di Benedetto et Corté, 2004).

Les bitumes sont employés pour la construction et la maintenance des routes (85%), pour le revêtement de toitures (10%) ou encore pour d'autres applications (revêtement de canalisations, membranes...) (5%).

1.1.1 Différents types de bitume

Il existe deux types de bitumes : les bitumes dits « naturels » qui apparaissent sous diverses formes dans la nature, et des bitumes dits « pétroliers » issus de la transformation du pétrole.

1.1.1.1 Les bitumes naturels

On trouve le bitume « naturel » à l'air libre sous forme de suintements. Ces bitumes se trouvent notamment aux États-Unis, en Israël, au Mexique, au Venezuela et en France. Il existe en Utah des gisements de bitume sous forme rocheuse, appelé « gilsonite » ou encore « bitume de Judée ». Il existe également des gisements souterrains dans des roches poreuses au Canada (Alberta) et à Madagascar, dans lesquels sont contenues des mélanges de bitumes et de roches connus sous le nom de « bitume naturel » ou de « pétrole brut lourd ». Les sables bitumineux sont quant à eux des mélanges de « bitume brut » qui sont en fait une forme semi-solide de pétrole brut, de sable, d'argile minérale et d'eau. Ces bitumes ne proviennent pas du raffinage du pétrole, mais se forment grâce à l'évaporation des fractions volatiles de dépôts naturels contenus dans le sol, laissant le bitume en surface. Cette évaporation laisse également des particules minérales encore appelées « fillers » dans le bitume (Asphalt Institute, 2011). Ces particules minérales présentent la caractéristique d'être insolubles dans le disulfure de carbone CS₂, principal solvant du bitume.

Les bitumes naturels étaient communément utilisés au 20ème siècle. Ils représentent de nos jours une faible part de la consommation globale de bitume. Ces bitumes naturels servent dorénavant d'additifs pour les bitumes d'origines pétrolières (Asphalt Institute, 2011).

En plus des bitumes, il existe d'autres liants hydrocarbonés d'origines naturelles appelés « goudrons ». Ces goudrons sont extraits de la houille, une roche sédimentaire produite par la

carbonisation d'organismes végétaux. Les goudrons possèdent un comportement semblable aux bitumes, mais sont beaucoup plus nocifs de par leur composition différente. De nos jours, les goudrons sont de moins en moins utilisés et c'est le bitume qui est le plus utilisé dans les chaussées (Lelièvre, 1994).

1.1.1.2 Les bitumes pétroliers

L'emploi de bitume a connu son apogée dans les années 1940-1980 grâce au développement des autoroutes. Depuis 1980, la maintenance des routes existantes dépasse en consommation de bitume celle de la construction de nouvelles routes, faisant diminuer la consommation globale (Asphalt Institute, 2011). Cependant, la densification du réseau routier a fortement augmenté les demandes en ressources bitumineuses. Plus de 100 millions de tonnes de bitumes sont utilisées chaque année dans le monde (Asphalt Institute, 2011). Les gisements naturels ne suffisent plus à alimenter les industries de constructions routières. La production industrielle de bitume par distillation de pétroles bruts est donc nécessaire pour répondre à la demande en matière première.

1.2 Introduction au pétrole

Le pétrole est l'une des substances les plus consommées par la société moderne. En plus de servir de matière première lors de la manufacture du bitume, le pétrole contient également des combustibles utilisés comme ressource énergétique pour le transport et le chauffage. Cette ressource naturelle est aussi à la base de l'industrie plastique.

1.2.1 Origine du pétrole

Le mot pétrole provient du latin « Petra » et « Oléum », qui signifient littéralement « roches huileuses » et qui réfèrent aux hydrocarbures issus du sol, sous formes de gaz, de liquides, semi-solides, et solides (Speight ,2006). D'un point de vue chimique, le pétrole est une mixture extrêmement complexe de composés hydrocarbonés, comprenant généralement des molécules contenant de l'azote, de l'oxygène, du soufre, ainsi que différents métaux

1.2.1.1 Perspective historique

Les premières utilisations du pétrole remontent à l'ère préchrétienne et sont très répandues dans plusieurs civilisations. La civilisation sumérienne en 4000 avant J.C. utilisait le bitume pour les constructions et pour les travaux ornementaux (Speight, 2006). Le bitume était utilisé comme matériau de construction principalement pour ces propriétés d'imperméabilité à l'eau. Pendant l'âge de bronze, des habitations ont été construites sur pilotis dans des lacs proches des rivages, afin de protéger les habitants contre les maraudeurs et les animaux sauvages. Les excavations ont montré que les pilotis en bois ont été préservés du délabrement grâce à une enduction du bois avec du bitume (Speight ,2006).

1.2.1.2 Perspective moderne

L'industrie pétrolière moderne a vu le jour vers la fin des années 1850 avec la découverte en 1857, et la commercialisation en 1859 du pétrole en Pennsylvanie (Speight, 2006). Le raffinage pétrolier moderne a commencé en 1862, avec l'apparition de la distillation du pétrole, qui est devenue de plus en plus aboutie au fil des développements, comme indiqué dans la Figure 1.1.

Year	Process Name	Purpose	By-products
1862	Atmospheric distillation	Produce kerosene	Naphtha, cracked residuum
1870	Vacuum distillation	Lubricants	Asphalt, residua
1913	Thermal cracking	Increase gasoline yield	Residua, fuel oil
1916	Sweetening	Reduce sulfur	Sulfur
1930	Thermal reforming	Improve octane number	Residua
1932	Hydrogenation	Remove sulfur	Sulfur
1932	Coking	Produce gasoline	Coke
1933	Solvent extraction	Improve lubricant viscosity index	Aromatics
1935	Solvent dewaxing	Improve pour point	Wax
1935	Catalytic polymerization	Improve octane number	Petrochemical feedstocks
1937	Catalytic cracking	Higher octane gasoline	Petrochemical feedstocks
1939	Visbreaking	Reduce viscosity	Increased distillate yield
1940	Alkylation	Increase octane number	High-octane aviation fuel
1940	Isomerization	Produce alkylation feedstock	Naphtha
1942	Fluid catalytic cracking	Increase gasoline yield	Petrochemical feedstocks
1950	Deasphalting	Increase cracker feedstock	Asphalt
1952	Catalytic reforming	Convert low-quality naphtha	Aromatics
1954	Hydrodesulfurization	Remove sulfur	Sulfur
1956	Inhibitor sweetening	Remove mercaptans	Disulfides and sulfur
1957	Catalytic isomerization	Convert to high octane products	Alkylation feedstocks
1960	Hydrocracking	Improve quality and reduce sulfur	Alkylation feedstocks
1974	Catalytic dewaxing	Improve pour point	Wax
1975	Resid hydrocracking	Increase gasoline yield	Cracked residua

Figure 1.1 Développement du processus de distillation pétrolière depuis le commencement de l'ère moderne de raffinage jusqu'à 1975

Tirée de Speight (2006, chapitre 1 p. 10)

Au début de la première guerre mondiale en 1914, les deux producteurs principaux étaient les États-Unis et la Russie. Des approvisionnements de pétrole provenaient également d'Indonésie, de la Roumanie, et du Mexique. Pendant les années 1920 à 1930, d'autres grands producteurs ont émergé, tel que le Moyen-Orient. Après 1945, les pays du Moyen-Orient ont continué à se développer sur le marché en raison de nouvelles découvertes de vastes réserves. De nos jours, les compagnies pétrolières creusent de plus en plus profond dans le sol, ce qui a permis des découvertes significatives de gisements en Europe, en Afrique, et au Canada. (Speight ,2006).

1.2.2 Définition et terminologie

Le pétrole est par essence un mélange de composés gazeux, liquides et solides, qui apparaissent dans les dépôts de roches sédimentaires du monde entier. Il contient une petite quantité de composés chimiques contenant de l'azote de l'oxygène et du soufre, ainsi que des traces de constituants métalliques (Speight, 2006). Les composants chimiques contenant des métaux, en particulier le vanadium et le nickel, se retrouvent dans les pétroles bruts plus visqueux, et ce jusqu'à une quantité de plusieurs milliers de parties par million (ppm). Ceux-ci peuvent grandement influencer les résultats du traitement du pétrole (Speight, 2006). Comme le pétrole est un mélange de constituants de proportions variables, ses propriétés physiques varient également considérablement. Par exemple, sa couleur peut aller de noir à transparent dépendamment de sa composition chimique.

Le pétrole a aussi été défini par l'«International Transactional Analysis Association » (ITAA) comme « Tout hydrocarbure naturel, dans un état liquide, gazeux ou solide », « Tout mélange naturel d'hydrocarbures, dans un état liquide, gazeux ou solide » ou « Tout mélange naturel d'un ou plusieurs hydrocarbures, dans un état liquide, gazeux ou solide contenant également un mélange de sulfure d'hydrogène, d'hélium et de dioxyde de carbone ».

Le pétrole n'a que peu de valeur dans son état naturel, appelé également état « brut ». Ce n'est qu'une fois raffiné que le pétrole devient une source de carburants liquides de hautes valeurs, de solvants, de lubrifiants, et d'autres produits (Speight ,2006). Les carburants issus du pétrole

représentent entre un tiers et la moitié de l'approvisionnement énergétique mondial, que ce soit pour le transport, ou comme source de chaleur pour les habitations.

Les produits issus du pétrole ont un panel d'utilisations très vaste. Différents matériaux sont extraits du pétrole, allant des carburants liquides et gazeux, jusqu'aux lubrifiants solides pour l'industrie. La liste des produits dérivés du pétrole est représentée par la Figure 1.2. Les composés les moins volatiles contenus dans le pétrole obtenus à la fin du processus de raffinage, aussi appelé « résidu », sont le précurseur du bitume.

Natural Materials	Derived Materials	Manufactured Materials
Natural gas	Saturates	Synthetic crude oil
Petroleum	Aromatics	Distillates
Heavy oil	Resins	Lubricating oils
Bitumen ^a	Asphaltenes	Wax
Asphaltite	Carbenes ^b	Residuum
Asphaltoid	Carboids ^b	Asphalt
Ozocerite (natural wax)		Coke
Kerogen		Tar
Coal		Pitch

^aBitumen from tar sand deposits.
^bUsually thermal products from petroleum processing.

Figure 1.2 Liste des produits dérivés du pétrole brut
Tirée de Speight (2006 chapitre 1 p.14)

1.2.3 Processus naturel de création du pétrole

Il est statué dans la littérature que le pétrole se forme par changements chimiques progressifs des micro-organismes aquatiques qui ont été incorporés pendant des siècles dans les roches sédimentaires. Cependant, les détails de cette transformation et les mécanismes par lesquels le pétrole est expulsé des roches sédimentaires pour venir s'accumuler dans les réservoirs restent incertains et discutés.

La transformation d'une partie du matériau sédimentaire en pétrole débute dès son dépôt. Les bactéries présentes dans les roches sédimentaires jouent un rôle important dans les étapes initiales du processus. Les particules d'argiles du milieu servent de catalyseurs. La chaleur présente dans les strates rocheuses fournie l'énergie nécessaire à la formation du pétrole, les températures augmentant plus ou moins en fonction de la profondeur. Certaines études ont montré que le pétrole se forme à des températures n'excédant pas les 100 à 120°C (210 à 250°F), avec une génération d'hydrocarbures commençant dès 65°C (150°F) (Speight, 2006).

La composition du pétrole est considérablement influencée par la nature et la quantité relative de ces précurseurs (Speight, 2006). Ceux-ci dépendent principalement des dépôts issus de la flore et de la faune locale. Par conséquent, il n'est pas étonnant que la composition du pétrole puisse varier avec l'emplacement et l'âge du lieu de sa synthèse. En plus de la variabilité dans la nature des sédiments, les variations de pression et de température dues à la profondeur des gisements de pétrole influent sur les mécanismes de formation du pétrole. Deux gisements de pétrole, même adjacents, peuvent produire des pétroles possédant des caractéristiques différentes.

1.2.4 Protocole d'extraction du brut pétrolier

L'exploitation industrielle du pétrole commence par son extraction du sol par forage des réservoirs pétroliers. Afin d'extraire le pétrole de façon optimale, il faut en premier lieu réaliser une reconnaissance des sols à exploiter.

1.2.4.1 Reconnaissance des sites pétroliers

La technique d'extraction pétrolière employée dépend de la nature du site. Autrement dit, les techniques de récupérations appliquées à un site spécifique sont dictées par la nature du site. Par exemple, dans les secteurs dont le sous-sol est peu connu, des techniques de reconnaissances préliminaires sont nécessaires pour identifier les techniques permettant une exploitation optimale. Le risque impliqué dans l'opération de forage dépend de la connaissance préalable du sous-sol.

Les techniques de reconnaissance des sous-sols incluent les images satellites, les enquêtes magnétiques et gravitationnelles. Une fois qu'un secteur a été sélectionné pour une investigation plus poussée, des méthodes plus complexes, telle que la méthode de réflexion sismique, sont alors utilisées. Le forage n'est en fait que la phase finale de l'exploration. Cependant, dans quelques secteurs, le forage peut parfois être la seule option pour le commencement de l'exploitation. Le forage reste ainsi la seule méthode par laquelle les réservoirs de pétrole peuvent être identifiés de manière absolue.

1.2.4.2 Récupération du pétrole par forage

La première étape de l'extraction du pétrole brut consiste à forer un puits dans un réservoir souterrain. Parfois, plusieurs puits, encore appelés « puits multilatéraux », sont forés dans le même réservoir, pour s'assurer que le taux d'extraction est économiquement viable. Aussi, d'autres puits appelés « puits secondaires » peuvent être employés pour injecter de l'eau sous forme liquide ou vapeur, de l'acide ou des mélanges divers de gaz dans le réservoir. Ces injections ont pour but d'augmenter ou du moins de maintenir la pression dans le réservoir, pour permettre un taux d'extraction correct.

Les gaz naturels sont souvent présents dans les réservoirs, ce qui assure l'apport initial de pression. Si la pression dans le gisement de pétrole est suffisante, le pétrole est expulsé à la surface sous l'effet de la pression dite « primaire ». Cette récupération de pétrole grâce à cette pression primaire est appelée « récupération primaire ». Dans cette situation, il est suffisant de placer un système de valves sur la tête du puits pour connecter le puits au réseau de pipelines pour le stockage et le traitement du pétrole.

Durant la durée de vie du puits, la pression tombe. A un moment donné de l'exploitation du puits, la pression souterraine seule ne suffit plus pour forcer le pétrole à jaillir à la surface. Une « récupération secondaire » de pétrole utilise alors des techniques variées pour aider à vider les réservoirs. Parfois des pompes sont utilisées afin de ramener le pétrole à la surface. D'autres techniques augmentent la pression du réservoir, comme l'injection d'eau, la réinjection de gaz

naturel, ou l'utilisation d'un mélange d'air de dioxyde de carbone et de gaz présents initialement dans le réservoir.

La récupération augmentée du pétrole ou « récupération tertiaire » emploie des méthodes de réduction de la viscosité du pétrole. La récupération tertiaire débute dès lors que les techniques de récupération secondaire ne sont plus suffisantes pour soutenir la production. Par exemple, la méthode de stimulation thermique du pétrole pendant laquelle le pétrole est chauffé permet de faciliter l'extraction. En règle générale, la vapeur est utilisée pour chauffer le pétrole. La Figure 1.3 montre les conditions d'utilisation des différentes méthodes de récupération augmentée.

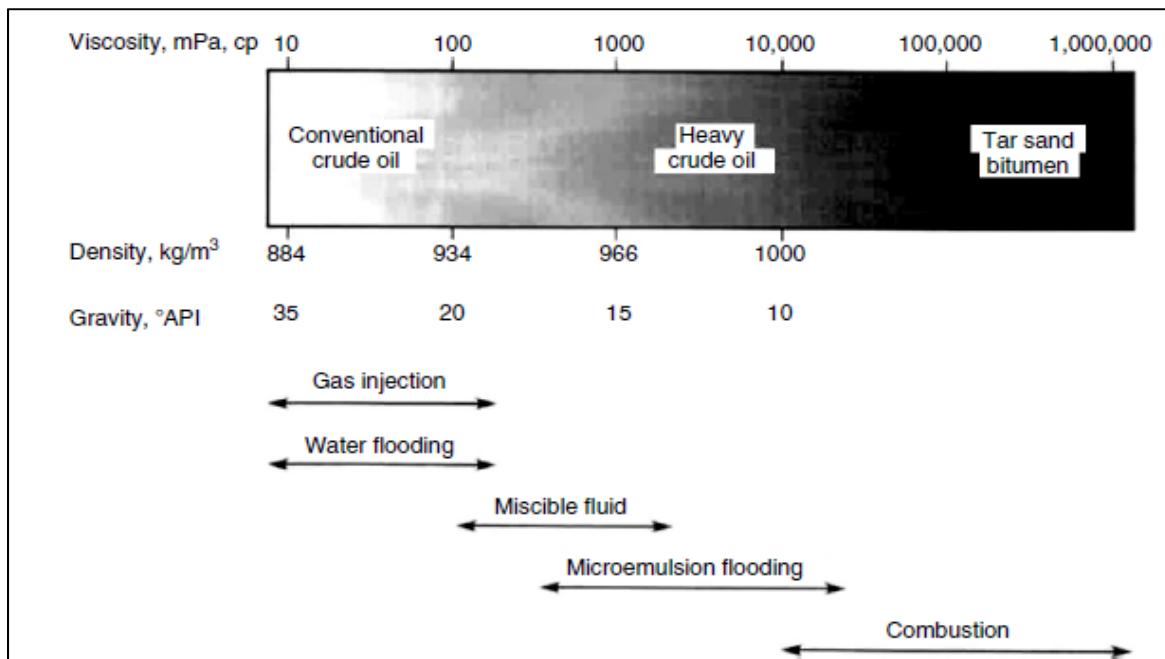


Figure 1.3 Conditions d'utilisation des méthodes de récupération tertiaire
Tirée de Speight (2006, chapitre 5 p. 22)

Les récupérations primaires et secondaires produisent en règle générale un tiers du pétrole d'un gisement, bien qu'elles puissent parfois représenter sur un réservoir entre 5% et 80% de la production. Ce large éventail d'efficacité de récupération est le résultat des variations des propriétés des roches et des fluides dans le réservoir, aussi bien que le genre et le niveau

d'énergie qui conduit le pétrole vers le puits de pétrole. En ce qui concerne les sables bitumineux, les méthodes d'exploitation se font dans 20% des cas comme l'exploitation minière et dans 80% des cas par drainage par gravité au moyen de la vapeur et processus de vapeur cyclique.

Les méthodes conventionnelles de production de pétrole peuvent être inefficaces si la gestion du réservoir est inappropriée ou si l'hétérogénéité du réservoir empêche la récupération optimale du pétrole brut. Ces hétérogénéités, telles que des fractures, peuvent freiner la production de pétrole. Également, les zones fortement cimentées ou riches en schiste peuvent produire une barrière à l'écoulement des fluides dans les réservoirs et mener à la saturation du pétrole. Les réservoirs contenant du pétrole avec une faible gravité « American Petroleum Institute » (ou API) sont souvent durs à exploiter sans l'utilisation de récupération tertiaire, à cause de la haute viscosité du pétrole brut. Dans certaines situations, la pression du réservoir est épuisée prématurément par une gestion maladroite des méthodes d'extraction du pétrole.

1.2.5 Protocole de distillation du pétrole

Suite à l'extraction, le pétrole vient à être distillé en raffinerie. Ce raffinage du pétrole sert à valoriser le pétrole en le transformant en plusieurs hydrocarbures sources d'énergies ainsi que plusieurs produits dérivés dont le bitume fait partie.

1.2.5.1 Processus de raffinage du pétrole

La méthode de base de production du bitume est la distillation sous pression atmosphérique et sous vide. Lors de cette étape, le brut est chauffé dans un fourneau, ce qui a pour effet de faire évaporer les espèces chimiques les plus volatiles contenues dans celui-ci. Les vapeurs ainsi créées viennent circuler dans une colonne de distillation atmosphérique dans laquelle les différents composants chimiques sont séparés selon leur température d'ébullition (Asphalt Institute, 2007). Ces composants sont alors récupérés une fois condensés. Le Tableau 1.1 présente les différentes fractions extraites du pétrole brut ainsi que leurs températures

d'ébullition. Les composants les moins volatiles ne rentrant pas en ébullition lors de cette première étape sont appelés « résidu de tour atmosphérique » ou « ATB ».

Tableau 1.1 Récapitulatif des fractions chimiques extraites lors de la distillation atmosphérique

Adapté de l'Asphalt Institute (2007, p. 26)

Fractions	Température d'ébullition (°C)
Gasoline	16 - 163 °C
Naphta	149 – 204 °C
Kerosène	163 - 260 °C
Light gas oil	232 - 316 °C
Heavy gas oil	302 - 371 °C

Une distillation dite « sous vide » est par la suite réalisée. Cette deuxième étape sert à extraire les fractions les plus volatiles du pétrole contenues dans le résidu atmosphérique. Les fractions possédants des températures d'ébullition élevées (jusqu'à 454 °C) sont alors extraites. Le résidu obtenu lors de cette deuxième étape de distillation est appelé « résidu de tour sous-vide » ou « VTB ». Ce résidu est la matière première utilisée pour la production du bitume. Il possède une température d'évaporation atmosphérique variable dépendamment des grades de bitume visé, chacun ayant une température d'ébullition atmosphérique différente (Asphalt Institute, 2007).

Le résidu sous vide est ensuite soumis au processus de désasphaltage. Ce processus est réalisé uniquement lorsque les distillations ne permettent pas d'obtenir un résidu bitumineux aux performances requises (Asphalt Institute, 2011). Le désasphaltage est basé sur le principe de séparation physique des composés chimiques par solubilisation différentielle des fractions lubrifiantes et bitumineuses du résidu sous vide. La Figure 1.4 schématise la production de bitume et l'extraction des fractions légères.

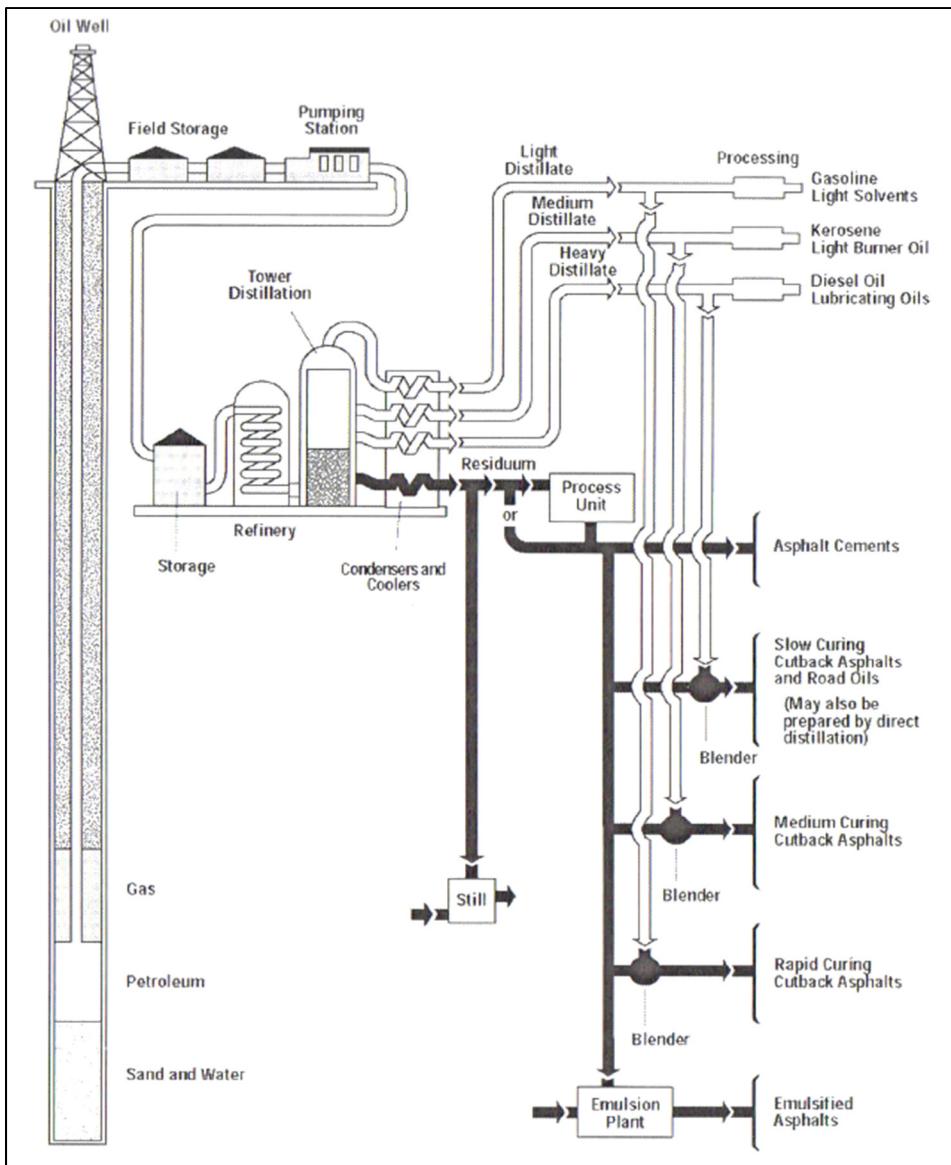


Figure 1.4 Schéma d'une raffinerie de pétrole
Tirée de l'Asphalt Institute (2011 p. 8)

1.2.5.2 Sélection des bruts

La composition chimique des pétroles bruts peut varier de façon significative en fonction de plusieurs facteurs, comme il a été mentionné plus tôt dans ce chapitre. Ceci impacte radicalement le rendement en résidus. La sélection du brut détermine la quantité de résidu récupérable lors des étapes de distillation.

Les pétroles bruts sont définis dans l'industrie selon leur « gravité API », propriété notamment liée à la teneur en soufre. Un brut est dit « Lourd » quand sa gravité API est inférieure à 25. Ces bruts lourds sont aussi appelés « sulfureux » car leur contenu en soufre est élevé. Si un brut possède une gravité API supérieure à 25, alors il est considéré comme « léger » ou « sweet », du fait qu'il soit pauvre en soufre (Asphalt Institute, 2011). Un brut léger sera plus pratique à employer dans une raffinerie pétrolière, du fait que l'extraction du soufre nécessite une installation particulière et couteuse. Pour optimiser la production de bitume, l'emploi de bruts lourds est préférable.

La composition chimique du brut est hautement dépendante de sa source. Plus l'âge géologique du point d'extraction est élevé, plus le pétrole est lourd, et donc riche en résidu. Les bruts riches en paraffine sont peu recommandés pour la production du bitume, et sont considérés comme indésirables dès lors que le taux de paraffine excède 5%.

1.3 Propriétés du bitume

Le bitume peut être décrit comme un mélange complexe contenant de nombreux composés chimiques organiques différents, possédant des masses moléculaires relativement élevées. Ce mélange varie selon la composition du brut utilisé lors de la production du bitume, mais aussi selon les procédures employées lors du raffinage.

1.3.1 Introduction de termes chimiques utilisés dans ce rapport

Afin d'évoquer la composition chimique du bitume, certains termes issus de la nomenclature chimique seront employés. Pour rendre la compréhension du mémoire plus aisée, certains termes les plus complexes seront introduits dans cette sous-partie.

Les molécules ou composés dits « naphténiques » sont ceux contenant des groupements « naphtènes ». Dans le domaine de la chimie, « naphtène » est l'appellation générique donnée aux hydrocarbures saturés cycliques à 5 ou 6 atomes de carbones.

Les molécules dites « saturées » sont des composés chimiques présentant uniquement des liaisons intermoléculaires simples. A contrario, les molécules dites « insaturées » peuvent contenir des liaisons multiples (doubles ou triples). Le cas le plus simple de composé insaturé à liaison double est l'éthène (ou éthylène) $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}_2$.

Les molécules ou composés dit « aromatiques » sont composés de structures carbonées cycliques tout comme les composés « naphténiques », mais les cycles aromatiques possèdent des liaisons doubles. Le terme « aromatique » fait référence au fait que ces composés peuvent avoir une forte odeur, contrairement aux hydrocarbures saturés, même s'il n'existe pas de relation directe entre l'odeur et l'aromaticité.

Les molécules « aliphatiques » sont des composés organiques carbonés, ne contenant pas d'hétéroatomes (atomes autres que carbone et hydrogène). Ces composés peuvent être linéaires ou ramifiés, acycliques ou cycliques, et saturé ou insaturés. Les molécules aliphatiques ne peuvent cependant pas posséder de groupements « aromatiques ».

Un composé « carbonylé » ou encore « possédant un groupement carbonyle » est une molécule comportant une double liaison entre un atome de carbone et un atome d'oxygène ($\text{C}=\text{O}$). De même, un groupement « sulfoxyde » est caractéristique d'une double liaison entre un atome de souffre et un atome d'oxygène ($\text{S}=\text{O}$).

1.3.2 Composition chimique du bitume

Le bitume est, tout comme le pétrole, un mélange complexe d'hydrocarbures. De par son origine naturelle, la composition chimique du bitume est variable. Pour les mêmes raisons, il est extrêmement ardu de déterminer chacun de ses constituants. Il est cependant possible de décrire chimiquement le bitume, et ceux à plusieurs niveaux : natures des atomes, structures, ou encore fractions chimiques.

1.3.2.1 Composition élémentaire

Les bitumes se composent majoritairement de 5 atomes différents : le carbone, l'hydrogène, l'azote, le soufre et l'oxygène. La proportion de chacun de ces hétéroatomes est variable d'un bitume à l'autre, et ceux en fonction de plusieurs paramètres tels que l'origine du brut et la méthode de fabrication du bitume. Ces proportions se verront modifiées selon l'état de vieillissement (Asphalt Institute, 2011). Le Tableau 1.2 montre un exemple de proportion d'atomes possible au sein d'un bitume.

Tableau 1.2 Proportions d'hétéroatomes contenus dans le bitume

Adapté de l'Asphalt Institute (2011, p. 15)

Éléments	Moyenne de pourcentage en masse (%w)	Fourchette de valeurs possibles (%w)
Carbone (C)	82,8	80,2-84,3
Hydrogène (H)	10,2	9,8-10,8
Azote (N)	0,7	0,2-1,2
Soufre (S)	3,8	0,9-6,6
Oxygène (O)	0,7	0,4-1,0

D'après l'Asphalt Institute (2011), les atomes de soufre (S), oxygène (O) et azote (N) se retrouvent principalement dans les asphaltènes et les résines. Ces hétéroatomes présents dans des pourcentages variés sont responsables de la fonctionnalité du bitume. Par exemple, les atomes d'oxygène contenus dans le bitume sont impliqués dans les mécanismes d'oxydation. Ils sont aussi responsables de la notion de polarité au sein de chaque bitume. Les études sur le degré de réaction d'oxydation ont montré que les hétéroatomes, soufre, oxygène, et azote, apparaissent largement dans des configurations stables, souvent en cycles (Asphalt Institute, 2011). La diffraction par rayon X montre la présence de groupes naphténiques aussi bien que des groupes aromatiques et paraffinées.

Les fonctionnalités du bitume dépendent de plusieurs facteurs. Elles dépendent des réactions entre ces propres molécules, des réactions entre le bitume et la surface du granulat et autres matériaux en contact. La présence d'azote et d'oxygène dans les molécules influent sur leur polarité. En d'autres termes, les hétéroatomes contenus dans le bitume définissent l'habileté à former des associations moléculaires ou liaisons chimiques, ce qui influence grandement les propriétés et les performances du matériau.

Dans les asphaltènes et les résines, les composants chimiques contenant la majorité du soufre sont les « thiophènes ». Les composants chimiques contenant le plus d'azote sont eux les « Pyrroles, indoles et groupes carbazoles » dont les deux derniers sont représentés par la Figure 1.5. Quant à l'oxygène, il s'agit de furanes, de phénols et divers groupes d'acides carboxyliques et naphténiques (Walczak, 2000). La majorité de ces groupes sont illustrés dans la Figure 1.6.

En plus de ces hétéroatomes, des métaux tels que le nickel, le vanadium ou le fer sont présents à l'état de traces. Le Tableau 1.3 montre un exemple de proportions possibles de métaux au sein d'un bitume. Selon l'Asphalt Institute (2011), les métaux peuvent jouer un rôle essentiel dans l'oxydation en catalysant les réactions. De telles propriétés ont été démontrées notamment pour les complexes contenant du vanadium.

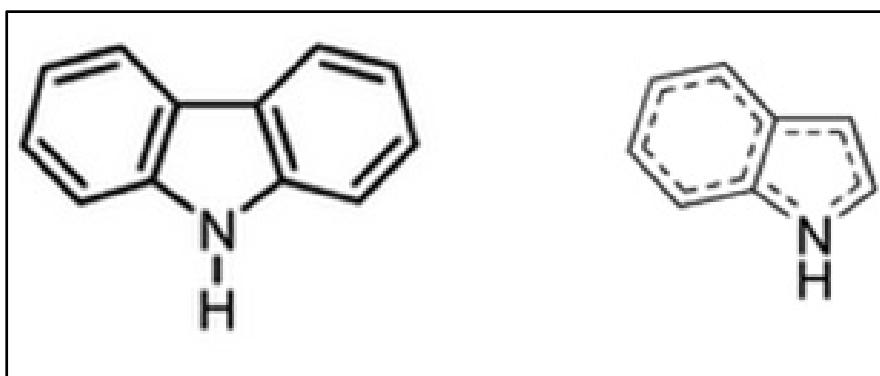


Figure 1.5 Groupements Carbazoles (à gauche) et indoles (à droite)
Adaptée du site Wikipédia (2015 et 2016)

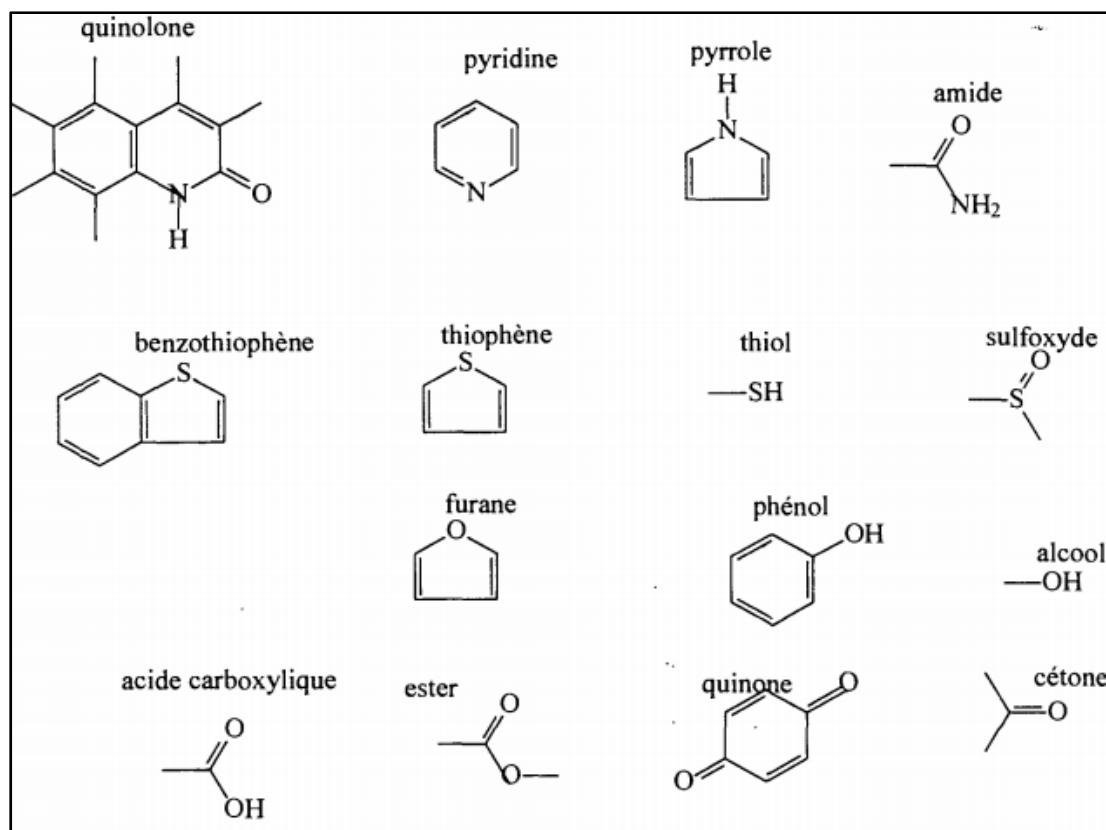


Figure 1.6 Groupements comportant de l'azote et de l'oxygène contenu dans le bitume
 Tirée de Walczak (2000, p. 20)

Tableau 1.3 Proportions de métaux contenus dans le bitume
 Adapté de l'Asphalt Institute (2011, p. 15)

Éléments	Moyenne de pourcentage en masse (ppm)	Fourchette de valeurs possibles (ppm)
Nickel	83	10-139
Vanadium	254	7-1590
Fer	67	5-147
Manganèse	1.1	0.1-3.7
Calcium	118	1-335
Magnésium	26	1-134

1.3.2.2 Fractions chimiques du bitume - SARA

Il y a peu d'informations dans la littérature concernant la distribution de masses moléculaires des macromolécules contenues dans le bitume. Il est cependant admis que la masse moléculaire des espèces chimiques les plus volatiles avoisine les 300 g/mol. Cela est déterminé par la « Température de coupe ou de fraction » lors de la distillation du bitume. En ce qui concerne le plus haut poids moléculaire, les recherches effectuées ne concordent pas. Certaines évoquent un poids moléculaire maximal de plus de 10000 g/mol, alors que d'autres indiquent que peu de molécules dépasse les 1000 g/mol. (Asphalt Institute, 2011).

En ce qui concerne la composition du bitume, on retrouve une majeure partie d'hydrocarbures cycliques aromatiques et/ou naphténiques, et une moindre partie de composés saturés possédant une faible réactivité chimique. On retrouve également des traces d'impuretés provenant de la source du brut.

La composition du bitume est communément définie selon 4 fractions de composants chimiques, répartis en 2 groupes : les asphaltènes et les maltènes. Les maltènes peuvent être subdivisés en trois groupes que sont les saturés, les aromatiques et les résines.

La composition élémentaire des différentes fractions du bitume ne sont pas les mêmes, et sont variables selon les bitumes employées. La Figure 1.7 illustre la composition élémentaire d'un exemple de bitume.

	Yield on bitumen: %w	Carbon: %w	Hydrogen: %w	Nitrogen: %w	Sulphur: %w	Oxygen: %w	Atomic ratio: H/C	Molecular weight
Asphaltenes (<i>n</i> -heptane)	5.7	82.0	7.3	1.0	7.8	0.8	1.1	11 300
Resins	19.8	81.6	9.1	1.0	5.2	—	1.4	1 270
Aromatics	62.4	83.3	10.4	0.1	5.6	—	1.5	870
Saturates	9.6	85.6	13.2	0.05	0.3	—	1.8	835

Figure 1.7 Composition élémentaire des 4 fractions d'un bitume
Tirée de Read (2003, p. 34)

La détermination de la proportion de chacune des fractions chimiques se fait en isolant par précipitation les asphaltènes, composés insolubles dans l'heptane. Les maltènes, composés solubles dans l'heptane, restent en solution dans celui-ci. Les différentes fractions des maltènes sont ensuite séparées par chromatographie sur un gel de silice ou d'alumine (Di Benedetto et Corté, 2004). La Figure 1.8 représente schématiquement les différentes étapes du procédé de séparation des 4 fractions du bitume.

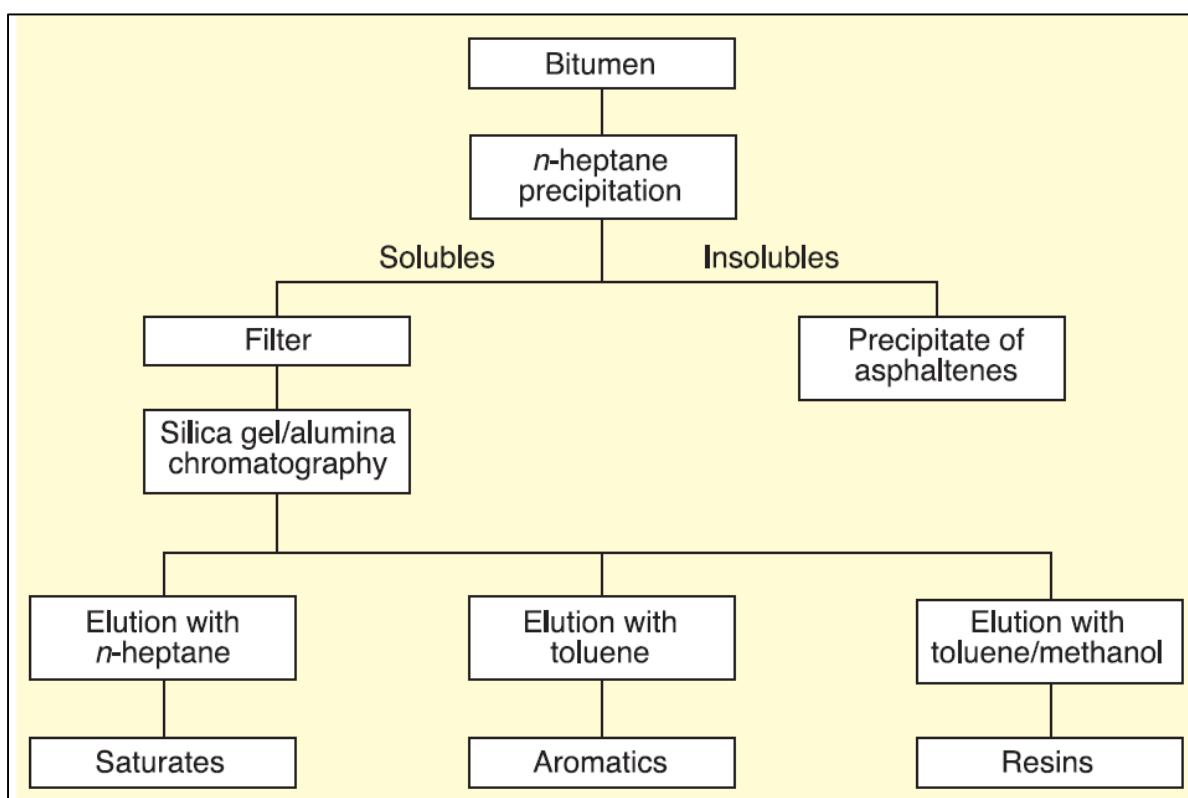


Figure 1.8 Méthode de séparation des différentes fractions du bitume
Tirée de Read (2003, p. 31)

Les asphaltènes

Les asphaltènes sont des solides amorphes noirs contenant du carbone, de l'hydrogène, de l'azote, du soufre et de l'oxygène. Des études mènent à la conclusion que l'oxygène, l'azote, le vanadium et le nickel sont combinés d'une manière bien précise dans la structure des asphaltènes (Asphalt Institute, 2011). Les asphaltènes sont généralement considérés comme des matériaux aromatiques de hauts poids moléculaires, fortement polaires. Les asphaltènes constituent de 5 à 25 % de la masse totale du bitume (Read, 2003). La Figure 1.9 représente la formule topologique d'une molécule type des asphaltènes.

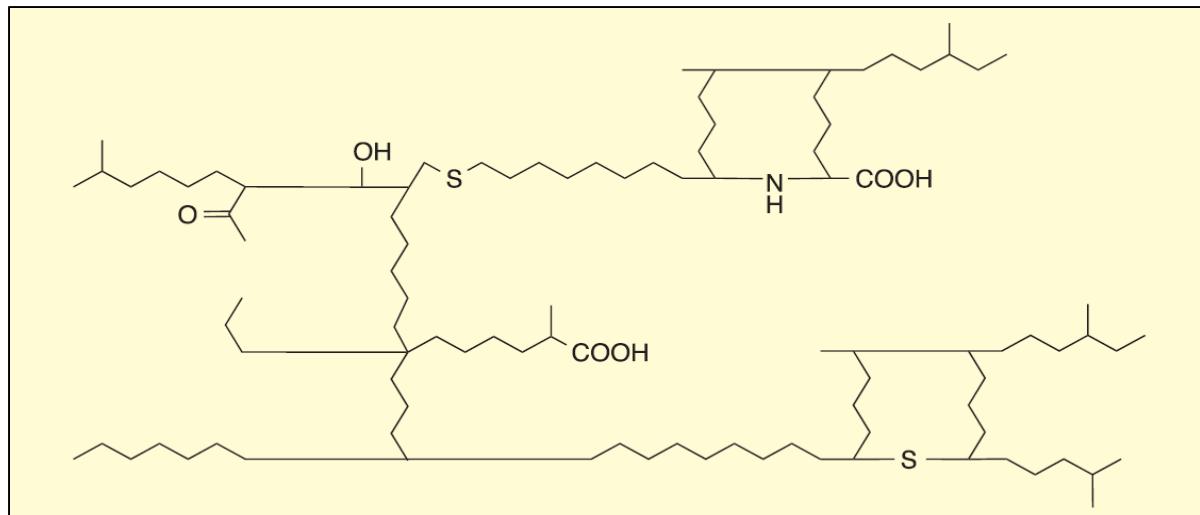


Figure 1.9 Structure des asphaltènes
Tirée de Read (2003, p. 32)

La teneur en asphaltènes a une grande incidence sur le comportement rhéologique du bitume. Une augmentation de la teneur en asphaltènes donne un bitume plus dur, plus visqueux, de plus faible pénétration et avec un point de ramollissement plus élevé (Read, 2003). En d'autres mots, ce sont les asphaltènes qui sont responsables de la rigidité et de la résistance du bitume.

Les maltènes

Les maltènes sont des produits huilés dans lesquels baignent les asphaltènes. Les molécules de maltènes sont séparables par chromatographie en 3 fractions chimiques distinctes : les saturés, les aromatiques, et les résines.

Les saturés

Les saturés sont des huiles non visqueuses, non polaires et blanches. Ils contiennent la majeure partie des chaînes hydrocarbonées aliphatiques linéaires ou ramifiées contenues dans le bitume, mais aussi des composés naphténiques. Les composés naphténiques sont des composés contenant une grande quantité de cycliques saturés (sans doubles liaisons au sein du cycle carboné). Ainsi comme le nom de la fraction l'indique, les chaînes carbonées des molécules de type « saturés » ne possèdent aucune insaturation, telles que des doubles liaisons « C=C » ou des cycles aromatiques. La masse moléculaire des composés saturés varie entre 500 et 900 g/mol (Asphalt Institute, 2011). Les saturés représentent de 5 à 20% de la masse totale du bitume. Ces composés sont responsables de la viscosité et de la fluidité du bitume (Young et al, 1998). La Figure 1.10 représente la formule topologique d'une molécule type des saturés.

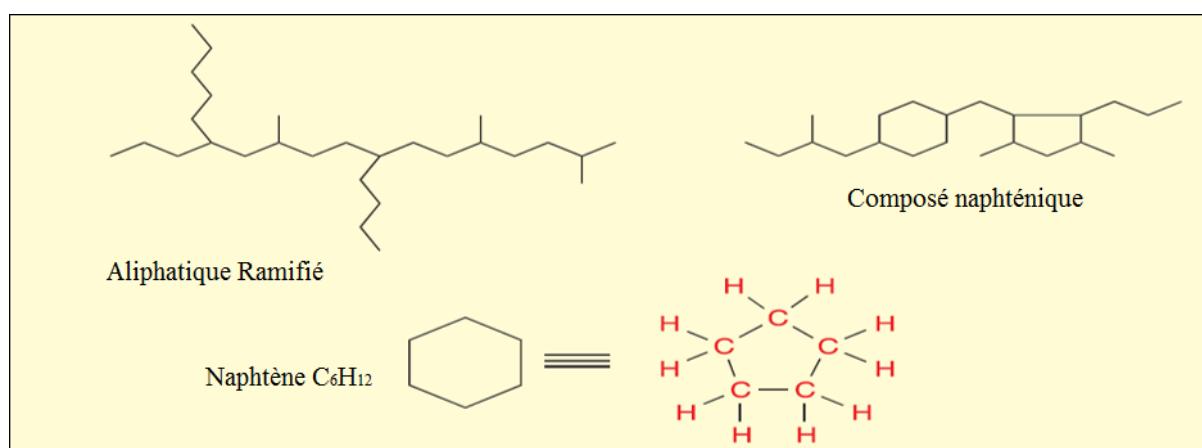


Figure 1.10 Structure des saturés
Tirée de Read (2003, p. 33)

Les aromatiques

Les aromatiques sont constitués des composés possédant les poids moléculaires les plus faibles. Ils contiennent une grande quantité de carbone, d'hydrogène et de soufre. Ils représentent la majeure partie de la phase dispersée du bitume (Asphalt Institute, 2011). Ce sont des liquides noirs et visqueux qui représentent généralement 45 à 60 % de la masse totale du bitume. Les aromatiques sont des composés contenant des cycles aromatiques et naphténiques avec des chaînes carbonées. Leur poids moléculaire est similaire à ceux des composés saturés. (Asphalt Institute, 2011). La Figure 1.11 représente la formule topologique d'une molécule type des aromatiques.

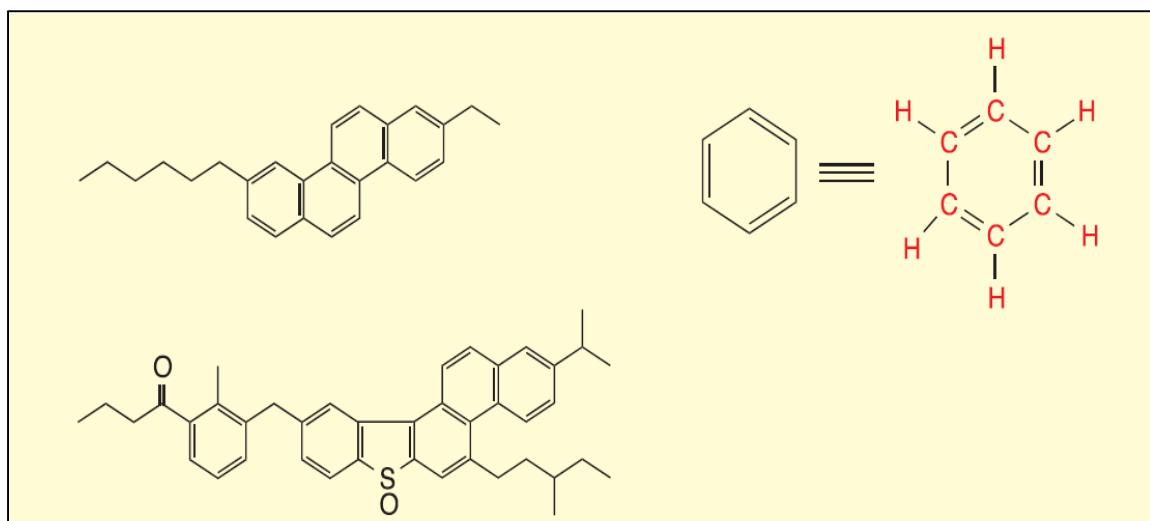


Figure 1.11 Structure des aromatiques
Tirée de Read (2003, p. 33)

Les résines ou aromatiques polaires

Les résines sont des solides ou semi-solides de couleur noire. Elles sont composées d'hydrogène, de carbone et de faibles quantités d'oxygène, de soufre et d'azote. Ce sont des composés très polaires ce qui fait en sorte que les résines ont un fort pouvoir adhésif. Ce sont des agents de dispersion pour les asphaltènes. Ce sont les composés responsables de l'adhésivité et de la ductilité du bitume (Young et Al., 1998). La proportion de résines par

rapport aux asphaltènes gouverne, dans une certaine mesure, le comportement rhéologique du bitume. Leur poids moléculaire est très élevé (Asphalt Institute, 2011) et est compris entre 800 et 2000 g/mol, mais avec une grande distribution moléculaire. Ces éléments constituent de 15 à 25% de la masse totale du bitume.

1.3.2.3 Structure du bitume

Le bitume peut être défini, en terme de structure, comme un système colloïdal se composant de micelles d'asphaltènes de hauts poids moléculaires, dispersées ou dissoutes dans un milieu huileux de poids moléculaire plus faible (maltènes). Les micelles sont entourées par une gaine de molécules de résines aromatiques de poids plus faibles, qui agissent en tant que couche stabilisante (Read, 2003). À partir du centre de la micelle, il y a une transition progressive, allant des résines aromatiques moins polaires vers les couches de dispersion huileuses (maltènes).

Une micelle est décrite comme étant une particule formée d'un amas de petites molécules en suspension dans un fluide. Pour un bitume, lorsqu'il y a présence d'une quantité suffisante de résines et d'aromatiques avec un pouvoir solvant adéquat, les asphaltènes sont complètement dispersés et les micelles formées ont une bonne mobilité dans le bitume. Ce type de bitume est nommé bitume de type « SOL » et est représenté par la Figure 1.12 (Read, 2003).

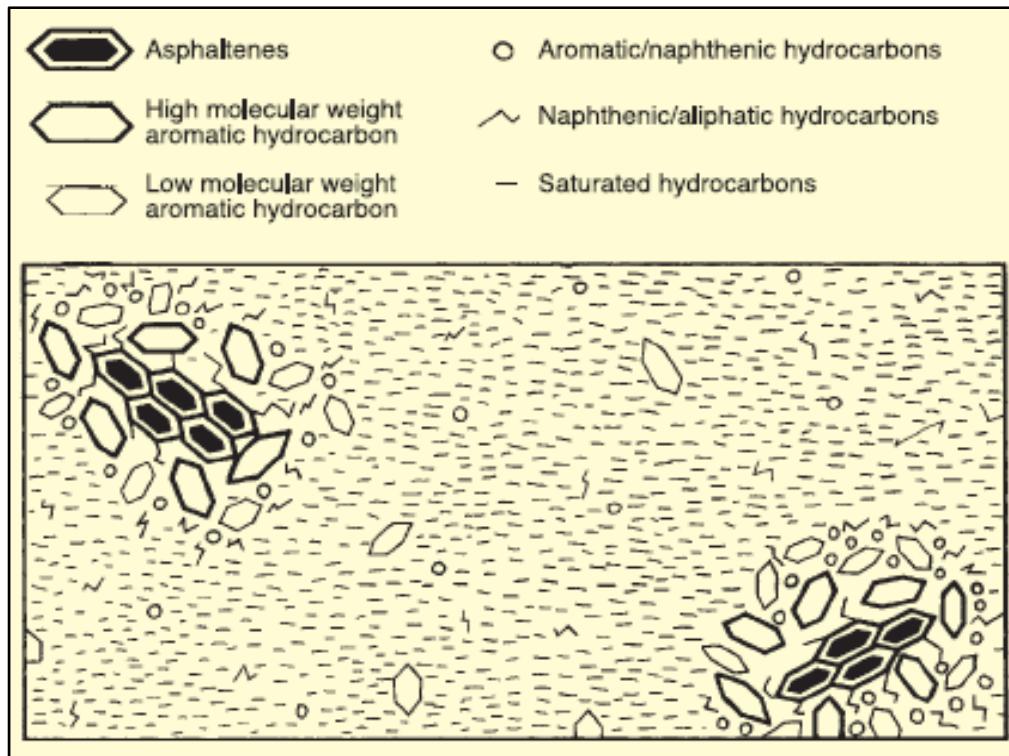


Figure 1.12 Schéma représentatif du bitume de type « SOL »
Tirée de Read (2003, p.36)

Si la fraction des résines n'est pas présente en quantité suffisante pour disperser les micelles, ou bien si leur pouvoir solvant n'est pas suffisant, les micelles d'asphaltènes peuvent s'attacher entre elles et former des flocs. Ces bitumes sont connus en tant que types de « GEL », et sont représentés par la Figure 1.13.

Dans la pratique, il est rare de retrouver ces deux types de bitumes. Les bitumes employés présentent une structure micellaire intermédiaire, et sont donc de type « SOL-GEL » (Read, 2003). Le degré de dispersion des asphaltènes a une influence importante sur la viscosité d'un bitume. Les bitumes de type « SOL » ont des viscosités plus faibles que les bitumes de type « GEL ». Par contre, cette différence de viscosité disparaît avec une augmentation de la température.

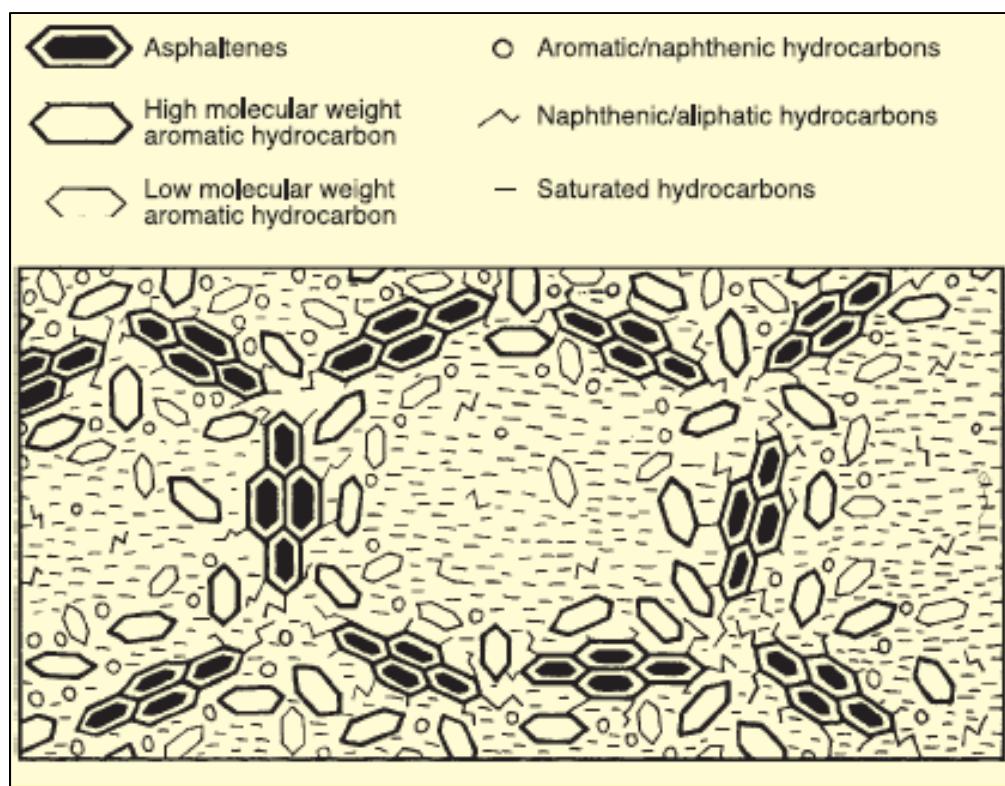


Figure 1.13 Schéma représentatif du bitume de type « GEL »
Tirée de Read (2003, p. 36)

Aussi, les viscosités des saturés, des aromatiques et les résines dépendent de leur distribution de poids moléculaires. Plus le poids moléculaire d'une phase est élevé, plus la viscosité est haute. La viscosité de la phase continue, c'est-à-dire des maltènes, donne une viscosité inhérente au bitume qui est augmentée par la présence de la phase dispersée, donc des asphaltènes. Les saturés, si leur concentration est élevée, diminuent la capacité de la fraction des maltènes à disperser les asphaltènes, car leur présence mène à l'agglomération des asphaltènes (Read, 2003). Ainsi, une augmentation du caractère « GEL » d'un bitume et une dépendance amoindrie à la température pour des bitumes résultent à la fois de la concentration en asphaltènes, mais également de la concentration en saturés.

1.3.2.4 Relation entre structure du bitume et comportement rhéologique

Des études ont été réalisées afin d'observer l'influence des proportions des quatre fractions du bitume (saturés, aromatiques, résines et asphaltènes) sur ses propriétés rhéologiques du bitume. Le mélange systématique de fractions des saturés, des aromatiques, des résines et des d'asphaltènes préalablement séparées du bitume par diffraction a démontré l'effet de la structure du bitume sur sa rhéologie (Read, 2003). En maintenant la concentration des asphaltènes constante et en faisant varier les concentrations des trois autres fractions, il a été montré que :

- L'augmentation de la fraction des aromatiques, en maintenant le ratio saturés/résines constant exerce peu d'effet sur la rhéologie du bitume autre qu'une réduction marginale de la susceptibilité au cisaillement.
- L'augmentation de la fraction de saturés, en maintenant le ratio résines/aromatiques constant ramollit le bitume.
- L'augmentation de la quantité de résines durcit le bitume, réduit l'indice de pénétration et la susceptibilité au cisaillement, mais réduit la viscosité.

Il a aussi été montré que les propriétés rhéologiques des bitumes dépendaient fortement de la concentration en asphaltènes. A température constante, la viscosité du bitume augmente à mesure que la concentration des asphaltènes, mélangés dans les maltènes, augmente.

1.3.3 Propriétés du bitume

Le bitume, selon la température, peut donc se comporter comme un solide ou un liquide. Le comportement du bitume est principalement influencé par la température et le temps de charge. Cette influence est définie comme étant la susceptibilité thermique et la susceptibilité cinétique du bitume.

1.3.3.1 Propriété rhéologique du bitume

De par son comportement viscoélastique, l'écoulement du bitume dépend de la température et de la fréquence de sollicitation de celui-ci. La Figure 1.14 met en évidence cet état de fait. Cette figure montre schématiquement que l'écoulement d'un bitume pendant une heure à 60°C est le même qu'un écoulement de bitume pendant 10 heures à 25°C (Asphalt Institute, 2007).

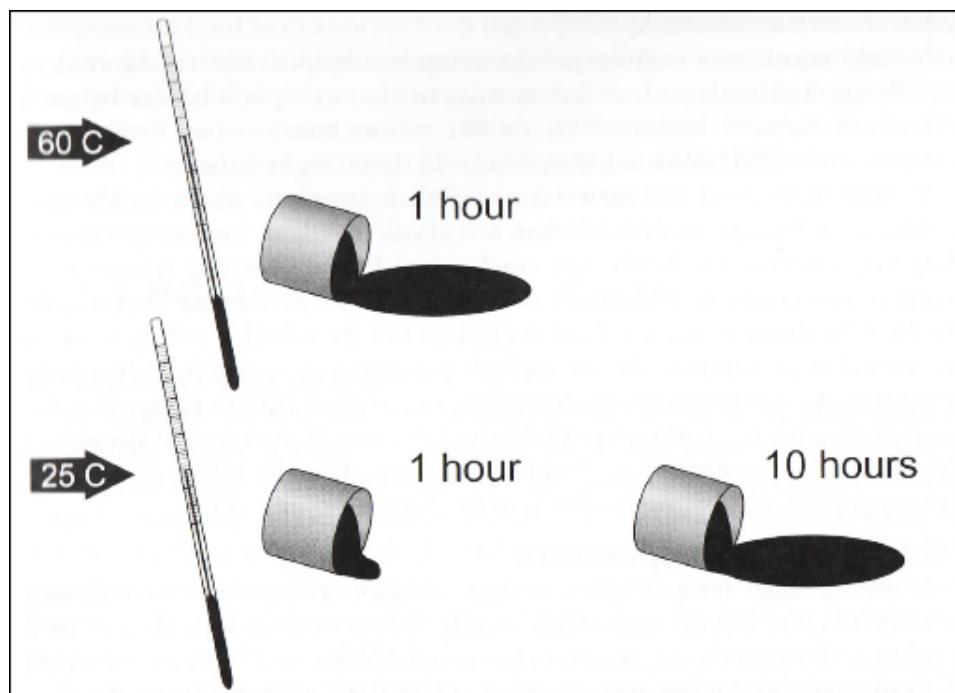


Figure 1.14 Importance de la température sur le comportement du bitume
Tirée de l'Asphalt Institute (2007, p.45)

Comportement à hautes températures et basses fréquences de sollicitation

Dès lors que les bitumes sont exposés à de fortes températures ou des fréquences basses de sollicitation (voitures lentes sur la chaussée), ils se comportent comme des liquides visqueux. À une température moyenne de plus de 80°C, le bitume se comporte principalement comme un fluide newtonien, c'est-à-dire que le bitume continue de s'écouler indépendamment des forces extérieures qui agissent sur lui (Asphalt Institute, 2011). La viscosité d'un tel fluide est constante. Certains bitumes, comme les bitumes modifiés au polymère, peuvent présenter des

comportements Non-Newtonien ou pseudo-plastiques (Asphalt Institute, 2011). Cela signifie que la viscosité du bitume varie en fonction de la déformation. Ce phénomène est schématisé par la Figure 1.15.

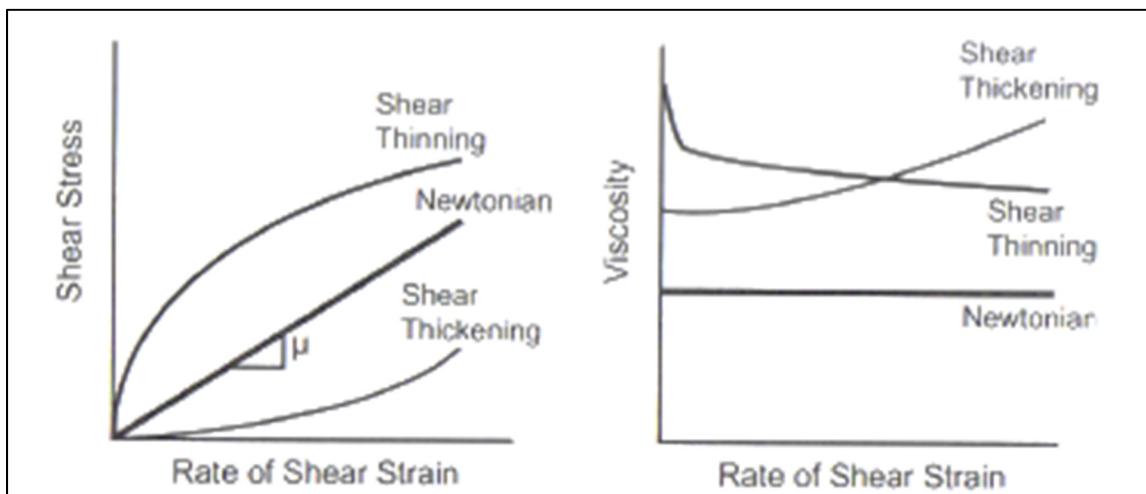


Figure 1.15 Représentation graphique des comportements Newtoniens et Non-newtonien
Tirée de l'Asphalt Institute (2011, p. 26)

Comportement à basses températures et hautes fréquences de sollicitation

Dès lors que les bitumes sont exposés à de basses températures ou des hautes fréquences de sollicitation (voitures rapides sur la chaussée), ils se comportent comme des solides élastiques. Ce terme signifie que le bitume se déforme sous la contrainte, et qu'il revient à son état initial une fois la contrainte retirée. Ceci n'est vrai qu'à condition que la contrainte soit inférieure à la contrainte de rupture du matériau. Dès lors que les bitumes sont trop sollicités, ils se brisent. C'est la raison pour laquelle des fissures se forment dans la chaussée à basses températures. Ces fissures ne sont pas dues au trafic mais aux contraintes internes à l'enrobé dues aux basses températures (Asphalt Institute, 2007). Lorsque la température diminue, le bitume contenu dans l'enrobé se comprime, créant des contraintes entre les particules de granulats. Ceci provoque à terme des fractures entre ces particules, induisant l'apparition de fissures sur la chaussée.

1.3.3.2 Polarité

La polarité est la distribution asymétrique des charges électriques au sein d'une molécule. Pendant le processus d'organisation des atomes, une structure préférée est créée et maintenue grâce à des forces électrostatiques et d'autres forces non-covalentes. Ces forces sont moins fortes que des liaisons covalentes, ce qui signifie qu'elles viendront se briser plus facilement sous conditions d'augmentation de températures ou de contraintes. Ces liaisons électrostatiques se rompent et se reforment relativement facilement, contrairement aux liaisons covalentes qui, une fois brisées, forment de nouvelles molécules.

Pour les températures d'utilisation du bitume, les liaisons covalentes restent intactes (exception faite de celles qui subissent l'oxydation). Quand une liaison non-covalente se rompt, la structure se réorganise sans former de nouvelles molécules. Cependant, cela ne signifie pas que la structure ainsi réorganisée aura les mêmes propriétés que celle d'origine. Quand la structure devient plus stable, le matériau devient plus résistant à la déformation.

1.3.3.3 Oxydation

Comme les bitumes sont composés de molécules organiques (contenant en majeur partie de l'hydrogène et du carbone), ils réagissent avec l'oxygène contenu dans l'air. Cette réaction, appelée « oxydation », change la composition et la structure même des molécules. L'oxydation des bitumes provoque un durcissement du bitume au fur et à mesure de l'exposition à l'oxygène. Ce durcissement par oxydation augmente le phénomène d'apparition de fissures sur la chaussée. Les fissures auront donc plus tendance à apparaître sur des chaussées anciennes que sur les récentes (Asphalt Institute, 2007). Cependant, ce type d'oxydation peut également avoir lieu à la raffinerie et pendant le mélange à l'installation de la chaussée si les conditions de mise en place ne sont pas optimales.

Lorsque les molécules contenues dans le bitume réagissent avec l'oxygène, de nouveaux sites polaires sont formés. Ceci augmente les liaisons non-covalentes, et de ce fait augmente la rigidité du bitume. Comme les bitumes proviennent de différentes sources de bruts, ils

possèdent des distributions moléculaires et des forces intermoléculaires différentes. Par conséquent, le taux de rigidité peut varier d'un bitume à l'autre.

La taille des molécules affecte les propriétés du bitume après l'oxydation. En effet, avec un grand nombre de petites molécules, le bitume a l'habileté de supporter l'augmentation du nombre de molécules polaires (liée à l'oxydation) sans modifier ses propriétés physiques, contrairement à un autre bitume contenant des molécules plus lourdes. D'autre part, un bitume possédant un grand nombre de molécules à hauts poids moléculaires, est déjà dominé par les molécules polaires. L'oxydation va causer une augmentation des molécules polaires, ce qui va augmenter considérablement la rigidité du matériau (Asphalt Institute, 2011).

1.4 Caractérisations rhéologique et mécanique du bitume

Le bitume joue le rôle d'agent de cohésion au sein des enrobés. Il agit comme adhésif qui relie les particules de granulat, donnant ainsi à l'enrobé une certaine résistance mécanique. Il est nécessaire pour l'élaboration d'enrobés de comprendre au mieux les propriétés du bitume. Différents phénomènes sont reliés aux propriétés du bitume, tels que la résistance à l'orniérage, la résistance à la fissuration par fatigue, ainsi que la fissuration thermique.

Lors de la réalisation de l'enrobé, il faut prendre en considération la température de l'environnement ainsi que l'importance du trafic routier, car ces paramètres ont un impact majeur sur les propriétés du bitume. Il est alors impératif avant toute tentative de formulation d'un enrobé de connaître les propriétés mécaniques et rhéologiques du bitume.

1.4.1 Module complexe

Le module complexe en cisaillement G^* peut être considéré comme la raideur d'un bitume soumis à une déformation en cisaillement répétée dans le domaine des petites déformations. Ce module possède deux composantes : le module élastique en cisaillement G' (déformation recouvrable) et le module visqueux G'' (déformation permanente). Le module complexe est représenté comme un nombre complexe, par la formule $G^* = G' + i G''$. La norme de ce

nombre complexe représente la valeur du module complexe, et l'argument représente « l'angle de phase » noté δ .

Quand un matériau viscoélastique comme le bitume est sollicité, une partie de la déformation est élastique (recouvrable) et l'autre visqueuse (non-recouvrable). Le bitume étant rhéologiquement dépendant de la température et de la fréquence de sollicitation, les valeurs de la norme de son module complexe et la valeur de son angle de phase changent pour chacun de ces deux paramètres. En d'autres termes, le module complexe d'un bitume est variable en fonction de la température et de la fréquence de sollicitation.

La composante élastique du module complexe est reliée à la quantité d'énergie emmagasinée par le bitume pendant la sollicitation. La composante visqueuse, quant à elle, est reliée à la quantité d'énergie dissipée par le matériau sous forme de déformation plastique. Dans la pratique, les modules ne peuvent être considérés comme purement élastiques ou purement visqueux, de par la réponse parfois différée des matériaux aux sollicitations.

1.4.2 Principe d'équivalence temps – température (PETT)

Le comportement viscoélastique linéaire du bitume est dépendant de la température et de la fréquence de sollicitation. Le module complexe en cisaillement G^* dépend ainsi de ces deux paramètres. Par conséquent, il est impératif d'associer au module complexe une température et une fréquence précise, par soucis de signification. Les propriétés rhéologiques des bitumes à hautes températures chargés à hautes fréquences sont équivalentes à celles des bitumes à basses températures chargés à basses fréquences (Asphalt Institute, 2007). Ce concept connu sous le nom de principe temps-température est très utile dans l'analyse des comportements de matériaux à viscoélasticité linéaire.

Le principe d'équivalence temps-température (PETT) permet de déterminer, pour une température de référence choisi, le module complexe d'un bitume sur une large plage de fréquences donnée et ceux en se basant sur les résultats de plusieurs essais à plusieurs

températures différentes. Ainsi, ce principe assimile une diminution de la fréquence de sollicitation comme une augmentation de la température. Grâce à ceci, les résultats obtenus pour une température donnée sont translatables sur ceux d'une température de référence. Cela permet d'obtenir une courbe dite « maîtresse » qui permet d'apprécier le changement du module complexe sous différentes fréquences sous la température de référence.

Ce principe est très utile car il permet d'obtenir des valeurs de modules pour des couples température-fréquence qui ne peuvent être employés en laboratoire et de prévoir le comportement du matériau (Di Benedetto et al 2004). Ce principe est valide dans le domaine linéaire et dans le domaine non linéaire (Di Benedetto et al. 2005).

L'obtention d'une courbe « maîtresse » consiste à faire translater les résultats de chaque essai réalisé à une température donnée, aussi appelée courbe « isotherme », suivant l'axe des fréquences jusqu'à ce que les points ayant la même valeur de module se superposent (Di Benedetto et al, 2005). Seule l'isotherme de la température de référence reste inchangée, La fonction de translation, nommée a_T , est définie la relation de « Williams, Landel et Ferry » (WLF), représentée par l'équation (1.1) suivante :

$$\log a_T = \frac{-C_1(T_i - T_{ref})}{C_2 + (T_i - T_{ref})} \quad (1.1)$$

où

- a_T Coefficient de translation de l'isotherme T_i par rapport à l'isotherme T_{ref} ,
- T_i, T_{ref} Respectivement température de l'isotherme, et température de référence,
- C_1, C_2 Constantes qui varient en fonction du bitume et de la température de référence T_{ref} .

Les constantes C_1 et C_2 de cette équation varient en fonction du bitume testé, T_{ref} est choisie et fixée, et T_i est la température de l'isotherme. Après la détermination des différents facteurs de translation en fonction de la température, la courbe maîtresse est établie, telle que représentée par la Figure 1.16.

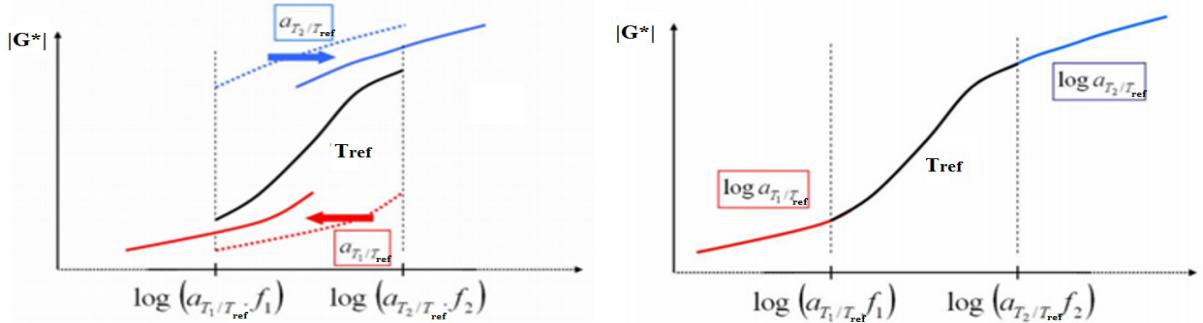


Figure 1.16 Translations en fréquence des courbes isothermes de la norme du module complexe en cisaillement $|G^*|$ à une température de référence T_{ref} pour obtention d'une courbe maîtresse à la température de référence T_{ref}

Adapté de Baquet (2011, p. 17)

1.5 Méthodes de caractérisation rhéologique du bitume

Les propriétés du bitume dépendantes de la température influent la résistance à l'orniérage, en fatigue et en fissuration thermique de l'enrobé. Il est donc nécessaire de caractériser le comportement rhéologique de chaque bitume conçu en raffinerie avant qu'il ne soit utilisé dans la manufacture d'enrobés.

1.5.1 Le Grade de Performance

Ils existent de nombreuses propriétés mécaniques et rhéologiques permettant de caractériser les bitumes. Au Québec, le grade de performance (PG H-L) provenant de la méthode SHRP a été introduit en 1996 en remplacement de la caractérisation des bitumes par l'indice de pénétration (Asphalt Institute, 2011) et est réglementé par la norme ASTM D6373-16 ainsi que la norme AASHTO M-320, ou encore la norme 4101 au Québec.

1.5.1.1 Principe du grade de performance

Au Québec, chaque bitume est défini selon un grade de performance, aussi nommé «PG H-L». La lettre « H » correspond à la température limite maximale à laquelle le bitume possède encore une bonne cohésion pour résister à l'orniérage. Cette température est également appelée

« température haute » du grade de performance. Pour ce qui est de la lettre « L », elle correspond à la température limite minimale à laquelle le bitume est apte à résister adéquatement à la fissuration thermique. Cette température est également nommée « température basse » du grade de performance. Ainsi, pour un bitume de grade de performance PG 58-28, cela signifie que le liant résiste bien à l'orniérage jusqu'à une température de 58 °C et possède une bonne performance contre la fissuration thermique en restant flexible jusqu'à une température de -28 °C. Les grades de performances de bitume sont séparés par des écarts de 6°C pour les températures hautes et basses. Ainsi, les températures d'une classe de bitume peuvent présenter une marge de + 6 °C.

1.5.1.2 Détermination des températures hautes et basses du bitume

Les températures haute et basse du bitume sont déterminées selon deux essais distincts. La température haute est déterminée à l'aide d'un rhéomètre à cisaillement dynamique, du terme anglais « Dynamic Shear Rheometer » (DSR). L'essai consiste à mettre en place une pastille de bitume entre une plaque fixe et une autre plaque qui oscille selon une fréquence donnée. L'essai permet de décrire le module complexe en cisaillement G^* du bitume. L'essai est effectué sur le bitume d'origine et sur le bitume artificiellement vieilli par l'essai « Rolling Thin Film Oven » (essai RTFO).

En ce qui concerne la température basse, elle est déterminée à l'aide du rhéomètre à flexion de poutre, soit du terme anglais « Bending Beam Rheometer » (BBR). L'essai BBR s'effectue sur le bitume ayant subi un cycle complet de vieillissement (RTFO + Pressure Agig Vessel ou PAV). Cela représente le vieillissement à long terme du bitume sur une durée d'environ dix ans. L'essai BBR consiste à appliquer une charge au centre d'une poutre de bitume, en appui simple sur chacune de ses extrémités, d'en mesurer l'évolution de la flèche permettant ainsi de déterminer sa raideur. L'essai se déroule sur un temps de 4 minutes.

Au Québec, la température basse du bitume est facilement atteinte durant la saison hivernale. À cette période, la température du bitume de l'enrobé s'approche sensiblement de la

température de l'air. Contrairement à l'hiver, la température de l'air durant l'été n'atteint jamais la valeur maximale du grade de performance. Toutefois, la couleur noire du bitume absorbe plus facilement le rayonnement solaire, ce qui augmente la température dans le revêtement. Ainsi, les températures hautes du bitume dans l'enrobé peuvent également être atteintes.

1.5.1.3 Résistance à l'orniérage

L'orniérage, ou déformation permanente de la chaussée, est défini comme l'accumulation des déformations non-recouvrables de l'enrobé en réponse à des contraintes de chargement répétées à hautes températures (Di Benedetto et Corté, 2005). Ce phénomène est imputable à plusieurs facteurs (mauvaise conception, mauvaise structure de la chaussée), dont celui de la rigidité du bitume à hautes températures.

Pour anticiper ce phénomène d'orniérage sur les enrobés, il est établit dans les critères du grade de performance un facteur d'orniérage. Ce facteur est le terme « $G^*/\sin \delta$ ». Il représente la mesure de la rigidité à haute température d'un bitume. Ces deux paramètres sont déterminés à l'aide d'un rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR).

Pour minimiser l'impact du bitume sur le phénomène d'orniérage, la valeur du critère « $G^*/\sin \delta$ » doit être supérieure ou égale à 1,00 kPa pour les bitumes originaux et supérieure ou égale à 2,20 kPa pour les bitumes vieillis par protocole de vieillissement RTFO, et ceux pour la température maximale du grade de performance (Asphalt Institute, 2011). Ces valeurs minimales assurent que le bitume possédera la rigidité nécessaire après la construction, minimisant ainsi l'impact des caractéristiques du bitume sur le phénomène d'orniérage. Ainsi, c'est le squelette granulaire qui gouvernera la résistance à l'orniérage. En d'autres termes, des valeurs élevées de modules complexes en cisaillement ainsi que de faibles valeurs d'angles de phase sont recherchées en ce qui concerne la résistance à l'orniérage.

1.5.1.4 Résistance à la fatigue

Lors du passage de véhicules sur la chaussée, l'enrobé bitumineux est exposé à des contraintes mécaniques de flexion et compression. Ces contraintes vont, au fil des années, s'accumuler et provoquer des ruptures même si individuellement les contraintes ne sont suffisamment fortes pour causer de telles ruptures. C'est le phénomène de fatigue des enrobés. Ce phénomène est ainsi défini comme l'accumulation des cycles de flexion et de compression causés par des contraintes de chargement à des températures modérées (Di Benedetto et Corté, 2005).

Tout comme pour l'ornièrage, le module complexe en cisaillement et l'angle de phase sont les paramètres de contrôle observés par le grade de performance en ce qui concerne le phénomène de fatigue (Asphalt Institute, 2011). La fatigue des enrobés étant reliée à une rigidité trop importante du bitume pour des températures moyennes, le facteur de contrôle est alors « $G^* \sin \delta$ ». D'après la spécification du grade de performance, ce facteur ne doit pas dépasser les 5000 kPa. Le phénomène de fatigue étant observé sur des chaussées possédant un temps de service élevé, les essais sont réalisés sur des bitumes vieillis à court et long termes, donc exposés aux protocoles RTFO et PAV. Ce facteur est ainsi considéré comme un indicateur de la rigidité des bitumes à température intermédiaire pour un vieillissement long (Asphalt Institute, 2011).

1.5.1.5 Résistance à la fissuration thermique

Pendant la période hivernale, la température d'un enrobé diminue de façon considérable. Quand sa température baisse, l'enrobé se contracte, ce qui provoque des contraintes thermiques internes. Dès lors que ces contraintes excèdent la résistance en traction de l'enrobé, des fissures apparaissent.

Au plus la rigidité d'un bitume est élevée, au plus il y aura une probabilité forte que des fissures apparaissent. La rigidité des bitumes à basse température est observable grâce aux essais de rhéomètre à flexion de poutre (BBR).

Le bitume devient au fil du temps de plus en plus rigide et fragile, il est donc plus fréquent que ce phénomène de fissuration thermique apparaisse sur des enrobés possédant un temps de service plus élevé. Pour cette raison, le critère de contrôle de la fissuration thermique défini dans la spécification du grade de performance est établi sur les bitumes vieillis à court et long termes.

1.5.2 Méthode du « Dynamic Shear Rheometer » (DSR)

Le rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR pour « Dynamic Shear Rheometer ») est utilisé pour caractériser les comportements visqueux et élastique des bitumes à températures moyennes et hautes. Le DSR mesure le module complexe en cisaillement, noté G^* , ainsi que l'angle de phase δ d'un bitume. Ces deux paramètres sont déterminés pour une température et une fréquence de sollicitation données.

Cette méthode consiste à placer un échantillon de bitume en tenaille entre deux plaques rondes. La plaque inférieure est fixe alors que celle du dessus est libre de se déplacer en rotation, comme le montre la Figure 1.17. Dès lors qu'un couple est appliqué par la plaque oscillante, celle-ci vient réaliser un cycle, représenté également par la Figure 1.17. La plaque part du point A pour se rendre en point B, puis change de sens pour se rendre en C, puis revient à son point d'origine A. Ce cycle unitaire est répété « X » fois par seconde afin de venir simuler une sollicitation d'une fréquence de « X » Hz. En plus d'être exprimable en Hz, la fréquence de sollicitation peut être exprimée en radians/seconde, du fait que le mouvement de la plaque soit un mouvement de rotation.

Pour déterminer la température haute du grade de performance, les essais DSR sont réalisés pour une fréquence égale à 1,59 Hz, ce qui équivaut à 10 radians/seconde. Cette fréquence simule l'effet d'une roue passant à 90 km/h sur la chaussée.

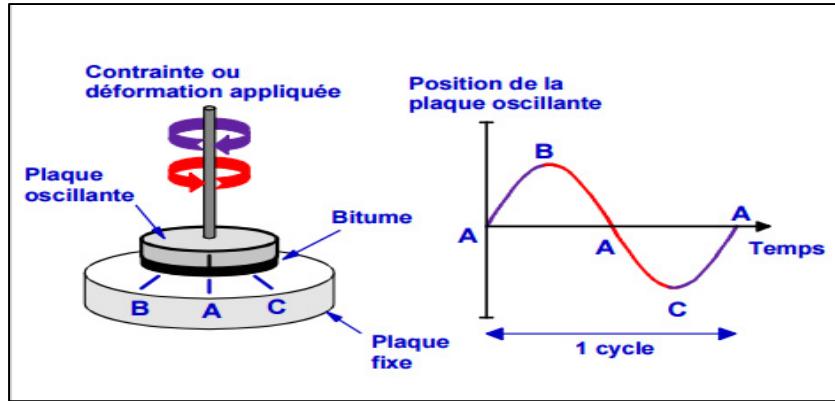


Figure 1.17 Oscillation des plaques du DSR
Tirée de Guy Tourangeau (2005, p. 8)

Le DSR peut être utilisé selon deux réglages :

- La contrainte est maintenue constante et la fréquence varie. Le couple appliqué à l'échantillon de bitumes reste alors le même, ce qui fait varier la déformation obtenue.
- La déformation est maintenue constante et la fréquence varie. Les emplacements des points du cycle B et C sont alors fixes, ce qui a pour effet de faire varier la contrainte à appliquer à l'échantillon.

Pour cette étude, et ceux comme indiqué par les normes ASTM et AASHTO en vigueur, les essais DSR sont réalisés en maintenant la contrainte constante. La relation entre la contrainte et la déformation qui en résulte est utilisée pour calculer le module complexe en cisaillement G^* . La norme du module complexe en cisaillement G^* est par définition le ratio entre la contrainte maximale (τ_{\max}) et la déformation maximale (γ_{\max}). L'angle de phase est lui déterminé grâce au temps de latence Δt entre le temps pour lequel la contrainte est maximale et celui pour lequel la déformation est maximale, comme représenté dans la Figure 1.18. L'angle de phase varie de 0° (comportement purement élastique comme un solide) à 90° (comportement purement visqueux comme un liquide).

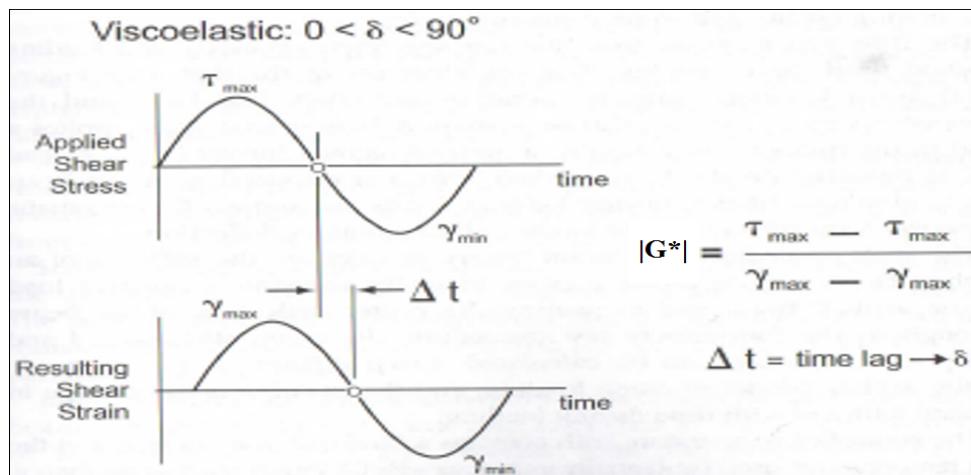


Figure 1.18 Réponse Contrainte-Déformation d'un matériau viscoélastique
Tirée de l'Asphalt Institute (2007, p. 53)

1.5.3 Méthode du « Bending Beam Rheometer » (BBR)

Lorsque la température de la chaussée diminue, des contraintes internes se développent entre les particules de granulat, à cause du caractère thermosensible du bitume (Anderson and Dongre, 1995). Si les contraintes augmentent trop rapidement, ceci provoque l'apparition de fissures au sein de la chaussée.

Le rhéomètre à flexion de poutres (BBR pour « Bending Beam Rheometer ») sert à mesurer la rigidité des bitumes à basses températures, ainsi que leur capacité de relaxation. Ces propriétés permettent d'appréhender l'aptitude d'un bitume à résister à la fissuration thermique. Également, cet essai permet de déterminer la température basse du PG d'un bitume. Cette température basse est aussi appelée « température limite de rigidité » (Anderson and Dongre, 1995), et est définie comme la température minimale de service à laquelle une certaine valeur de rigidité est atteinte pour un temps de chargement bien défini.

La procédure du BBR repose sur la théorie des poutres. Cette théorie permet de calculer la rigidité d'une poutre de bitume sous une charge de fluage. En appliquant une charge constante sur une poutre de bitume et en mesurant la déflection maximale de la poutre tout au long des quatre minutes de test, la rigidité de fluage et le taux de fluage (aussi nommé m-value) peuvent

être calculés. La rigidité de fluage est la résistance d'un bitume sous une charge de fluage, et le taux de fluage représente le changement de rigidité d'un bitume au cours du temps pendant le chargement de la poutre.

Le premier paramètre déterminé par les essais BBR est la rigidité de fluage du bitume $S(t)$. Cette rigidité de fluage est la caractéristique qui permet d'appréhender la capacité d'un bitume à résister aux fissurations thermiques. Dès que la rigidité de fluage $S(t)$ augmente, les contraintes thermiques au sein de l'enrobé dues à la contraction thermique du bitume augmentent également. Il est communément indiqué dans la littérature que pour que les résultats des essais BBR coïncident avec les performances réelles des bitumes employés dans les chaussées, il faut déterminer la rigidité de fluage lors d'essais d'une durée de deux heures réalisés à la température basse du PG (Asphalt Institute, 2007). Cependant, en se servant du principe de d'équivalence temps-température, les recherches ont montré qu'en augmentant la température d'essais de 10°C, une rigidité de fluage équivalente était obtenue une fois les poutres de bitumes chargées pendant 60 secondes. La valeur de la rigidité de fluage à 60 secondes $S(60)$ est alors un point d'observation de la rigidité du bitume, et ne doit pas être supérieur à 300MPa. Selon Anderson et Bahia, la valeur de $S(t)$ est reliée à la valeur de la déflection maximale de la poutre $\delta(t)$ par l'équation (1.2) suivante :

$$(1.2) \quad S(t) = \frac{PL^3}{4bh^3\delta(t)}$$

Où:

$S(t)$ = Rigidité du bitume au temps t ,

P = Charge constante appliquée à la poutre (980 mN ou 100g),

L = Longueur de la poutre entre les deux extrémités du support (102 mm),

b = Largeur de la poutre (12,5 mm),

h = Épaisseur de la poutre (6,25 mm),

$\delta(t)$ = Déflection maximale de la poutre au temps t .

Le deuxième paramètre déterminé par les essais BBR est le taux de fluage ou le « m-value » noté $m(t)$. Le taux de fluage représente la vitesse à laquelle la rigidité de fluage diminue au fil du temps. Le taux de fluage est déterminé par la pente de la courbe du logarithme de la rigidité en fonction du logarithme du temps de l'essai. Quand cette m-value diminue, le taux de relaxation des contraintes au sein de l'enrobé diminue également. Autrement dit, plus la valeur de la m-value est basse, plus la capacité qu'a l'enrobé de relaxer des contraintes thermiques est faible, et la probabilité de voir cet enrobé se fissurer est grande. Le taux de fluage comme la rigidité de fluage $S(t)$ est observé au bout de 60 secondes pour une température égale à la température basse du PG majorée de 10 degrés. Selon la spécification du grade de performance, la valeur $m(60)$ doit être supérieure à 0,300 pour que le bitume résiste au phénomène de fissuration thermique. Afin de déterminer la pente de la courbe du logarithme de la rigidité en fonction du logarithme du temps de l'essai, les équations (1.3) et (1.4) suivantes sont utilisées (Anderson et Bahia, 1995) :

$$\log S(t) = A + B \log(t) + C \log(t)^2 \quad (1.3)$$

$$m(t) = \frac{d \log(S(t))}{d \log(t)} \quad (1.4)$$

Où:

$S(t)$ = Rigidité de fluage du bitume au temps t ,

$m(t)$ = Taux de fluage du bitume au temps t ,

\log = Fonction logarithme,

A, B, C = Constantes déterminées empiriquement.

1.5.4 Méthode « Multiple Stress Creep Recovery » (MSCR)

La procédure « Multiple Stress Creep Recovery » (MSCR) est une des améliorations du grade de performance. Ce nouveau test est réglementé par la norme ASTM D7405-15 « Standard

Test Method for Multiple Stress Creep and Recovery (MSCR) of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer » ou encore la norme AASHTO MP-19. Contrairement à l'essai DSR, les déformations subies par les bitumes sont irréversibles, et l'essai ne se situe plus dans le domaine linéaire. Cet essai fournit donc de nouvelles informations sur le comportement des bitumes à températures élevées, notamment reliées à la résistance à l'orniérage. Un des principaux bénéfices de cet essai est que le MSCR élimine la nécessité d'essais tel que les tests de recouvrance élastique, de ténacité, de force de ductilité. Ces procédures sont nécessaires lorsque les bitumes sont modifiés par ajout de polymère (Asphalt Institute, 2011). Les essais MSCR utilisent le concept de déformation-recouvrance afin d'évaluer la tendance des bitumes à la déformation permanente. Ces essais se réalisent grâce au même équipement que les essais DSR, mais nécessitent l'utilisation d'un logiciel de traitement différent.

L'essai MSCR consiste à contraindre un échantillon de bitume pendant 1 seconde, puis à le laisser récupérer pendant 9 secondes. L'essai nécessite 20 cycles déformation/recouvrance à faible contrainte (0,1 kPa), puis 10 autres cycles à 3,200 kPa. Le temps total de l'essai est alors de 5 minutes (300 secondes). La Figure 1.19 représente les résultats obtenus lors des 3 premiers cycles de cet essai.

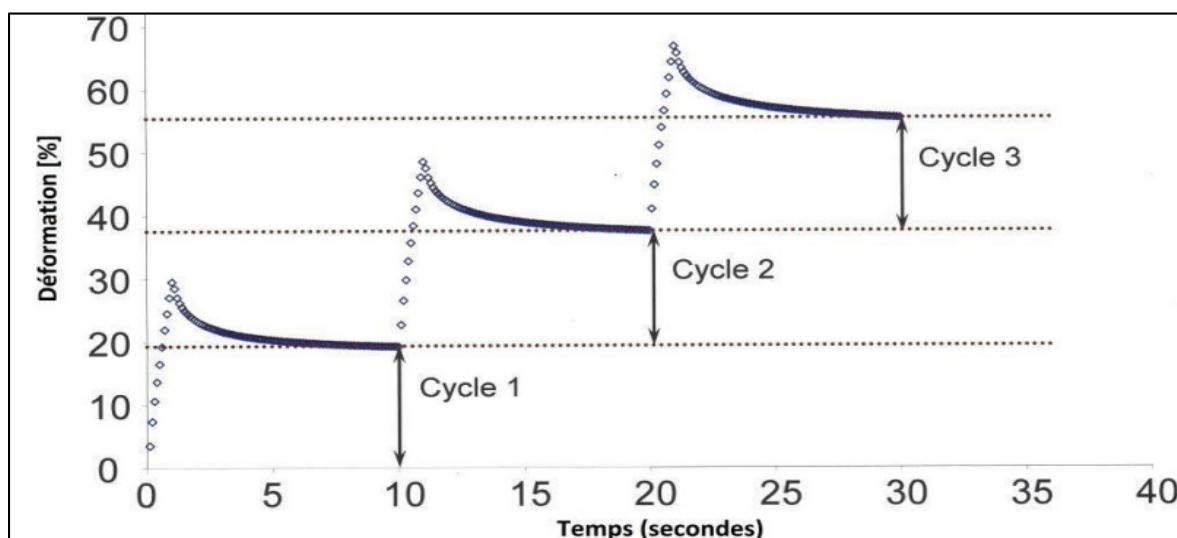


Figure 1.19 Représentation graphique des résultats des 3 premiers cycles du MSCR test
Adaptée de l'Asphalt Institute (2011, p. 117)

Le comportement rhéologique du bitume lors des essais MSCR est significativement différent du comportement observé lors des essais DSR. Dans le système d'élaboration du grade de performance PG, le facteur d'orniérage à hautes températures, « $G^*/\sin \delta$ », est mesuré pour des oscillations de déformations sur le bitume à de faibles intensités de contraintes. De par cette faible contrainte, la température haute du PG ne représente pas adéquatement l'habileté des bitumes à résister à l'orniérage (Asphalt Institute, 2011). Les essais MSCR mettent en pratique des contraintes de grande intensité (3,2 kPa) à hautes températures, ce qui représente plus fidèlement ce qui peut se passer sur la chaussée pour les périodes les plus chaudes de l'année.

Deux paramètres sont déterminés par les essais MSCR : le rapport entre la déformation de cisaillement non-recouvrable et la contrainte de cisaillement appliquée, nommé J_{nr} ; et le pourcentage de recouvrance. La Figure 1.20 représente le calcul du pourcentage de recouvrance. Le paramètre J_{nr} présenterait d'après les études une meilleure corrélation avec la résistance à l'orniérage que le facteur d'orniérage « $G^*/\sin \delta$ » (Asphalt Institute, 2011).

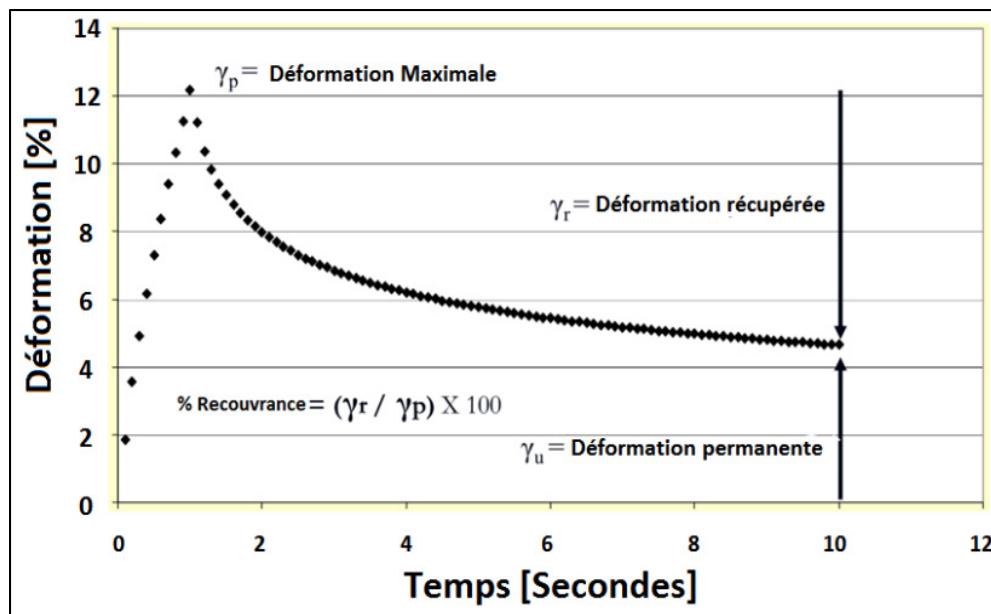


Figure 1.20 Calcul du pourcentage de recouvrance du MSCR Test
Adaptée de l'Asphalt Institute (2011, p. 118)

1.6 Méthodes d'analyse chimique du bitume

Comme mentionné précédemment dans la revue de la littérature, le bitume est un mélange variable d'origine naturelle, constitué d'une multitude de composants chimiques. La composition variable du bitume impacte ses performances, et donc celles de l'enrobé fabriqué à l'aide de ce bitume. Les bitumes se doivent d'être caractérisés chimiquement afin d'être utilisés efficacement.

1.6.1 La diffraction SARA

Le bitume est un mélange complexe contenant de nombreux composés chimiques organiques différents. Un mélange est correctement défini si la nature de chacun de ses constituants est connue. A cause de la diversité et du nombre important de composants présents dans le bitume, déterminer l'exakte composition du bitume est presque impossible. Cependant, il est possible de décomposer le bitume par « fractions ». Ce système d'analyse du bitume par fractions est bien détaillé dans la littérature, et plusieurs diffractions sont possibles :

- PONA (Paraffines, Oléfines, Maltènes et Aromatiques),
- PNA (Paraffines, Naphtènes and Aromatiques),
- PIONA (Paraffines, Iso-paraffines, Oléfines, Naphtènes and Aromatiques),
- SARA (Saturés, Aromatiques, Résines and Asphaltènes).

La séparation des fractions par diffraction « SARA » est particulièrement indiquée pour l'analyse des fractions lourdes du pétrole ainsi que pour le bitume, qui possèdent une grande teneur en aromatiques, en résines, et en asphaltènes. Le bitume possédant une structure colloïdale constituée de particules d'asphaltènes dispersées dans une phase de maltènes, elle-même composés de 3 fractions : résines, aromatiques et saturés; ce protocole de fractionnement est parfaitement approprié.

Ces méthodes de diffraction sont basées sur la solubilité de composés contenus dans le bitume pour un solvant donné, pendant que le reste des composants restent insolubles dans ce même solvant. Dans le cas du fractionnement SARA, les asphaltènes sont insolubles dans l'iso-octane, alors que les maltènes sont eux solubles dans ce solvant. Les maltènes viendront ensuite être séparés par chromatographie liquide à l'aide de divers solvants. La figure 1.21 présente schématiquement le principe de fractionnement SARA.

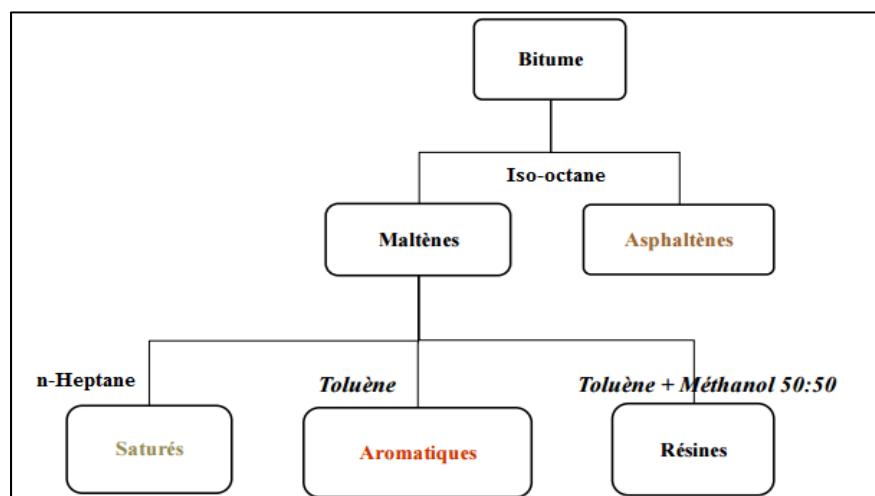


Figure 1.21 Schéma du fractionnement SARA

Cette méthode de fractionnement SARA, régie par la norme ASTM D4124 - « Standard Test Method for Separation of Asphalt into four Fraction », se réalise alors en deux étapes distinctes. Dans un premier temps, le bitume est dissout dans de l'iso-octane par chauffage à reflux pendant 4 heures. Une filtration type « Buchner » est réalisée à l'aide d'un filtre en borosilicate pour séparer la partie solubilisée dans l'iso-octane (qui contient les maltènes) de la partie restée insoluble (contenant les asphaltènes).

Dans un second temps, les différentes fractions des maltènes sont séparées par chromatographie liquide sur colonne d'alumine. Cette étape se base sur la différence entre l'affinité des molécules de chaque fraction avec la phase stationnaire polaire contenue dans la colonne, et l'affinité avec les divers solvants polaires employés. Après chaque fractionnement, l'alumine doit être changée et activée à 200°C pour une durée de 24 heures.

1.6.2 La spectroscopie infrarouge FTIR

La spectroscopie infrarouge est un moyen d'analyse permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans les molécules d'un échantillon. Cette méthode est très répandue dans l'industrie ainsi que dans les laboratoires de recherche car c'est une technique simple et efficace. C'est la technique de spectroscopie appliquée la plus sollicitée. La partie du spectre électromagnétique employée par cette spectroscopie est celle du rayonnement infrarouge moyen, soit allant de 4000 à 450 cm⁻¹.

La spectroscopie infrarouge est basée sur le phénomène de résonances des liaisons moléculaires, sollicitées à une fréquence spécifique appelée « fréquence de résonance ». En d'autres termes, cette méthode analyse les vibrations et les mouvements de molécules en fonction de la longueur d'onde (et donc de la fréquence) du rayonnement transmis à ces molécules. Les fréquences de résonances des molécules sont liées à la masse atomique de leurs terminaisons ainsi que leur force de liaison. Ainsi, une certaine fréquence de résonance peut être associée à une liaison particulière. Ceci permet de relier une longueur d'onde du spectre infrarouge à une liaison ou groupement chimique spécifique, comme le montre la Figure 1.22 pour différents groupements présents dans le bitume. La spectroscopie est ainsi un excellent moyen de caractérisation des groupements chimiques.

Functional group	Formula	Absorption wavenumbers (cm ⁻¹)
Carbonyls	C=O	1740-1690 (stretch)
Aromatic and Heteroaromatic rings	 ; 	1600 (C=C ring stretch), 900-600 (fingerprint region, C-H bend)
Sulphoxides	S=O	1055-1030 (stretch)
Methyl (aliphatic)	CH ₃	2962, 2872 (stretch), 1450, 1380 (bend)
Methylene (aliphatic)	CH ₂	2926, 2853 (stretch), 1465, 720 (bend)

Figure 1.22 Longueurs d'ondes du spectre infrarouge associées aux groupements fonctionnels du bitume

Tirée de Robert Karlsson et Ulf Isacsson (2003, p. 161)

Bien que la spectroscopie infrarouge soit couramment utilisée, l'interprétation des spectres infrarouge pour identifier les groupements fonctionnels contenus dans les bitumes est ardue, car il peut y avoir plusieurs sources d'interférences. Par exemple, le chevauchement de différentes bandes d'absorptions, le décalage d'un pic du à la formation d'un dimère, ou la structure géométrique du pic caractéristique d'un groupement fonctionnel étudié et de son entourage peuvent être sources d'interférences.

1.6.2.1 Spectres infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie employée lors de cette étude est celle dite à « Transformée de Fourier » (ou FTIR pour « Fourier Transform Infrared Spectroscopy »). Cette spectroscopie ne se base pas sur l'enregistrement de quantités d'énergie absorbées lorsque la longueur d'onde du rayonnement infrarouge varie (principe du monochromateur), mais sur le rayonnement infrarouge passant au travers d'un interféromètre. Le signal reçu par le spectromètre est alors nommé « interférogramme ». Après traitement de l'interférogramme par une transformée de Fourier, le spectre obtenu est le même que celui obtenu par spectroscopie conventionnelle. Cependant, l'avantage de la spectroscopie FTIR est que la mesure du spectre est plus rapide, car l'information à toutes les fréquences est collectée de façon simultanée. L'obtention d'un spectre infrarouge FTIR prendra environ deux minutes, au lieu de trente minutes pour une méthode conventionnelle. Ce gain de temps permet alors la réalisation de multiples balayages, permettant une meilleure sensibilité du spectre.

1.6.2.2 Spectre infrarouge pour analyse du bitume

La spectroscopie infrarouge est la méthode de caractérisation communément employée afin d'analyser la composition chimique d'un bitume, ou comparer plusieurs bitumes entre eux. Cette méthode sert aussi pour la détection d'impuretés, et pour étudier l'impact de l'ajout de polymères. La spectroscopie, dans le cadre de ce projet, sert à évaluer la variation des produits d'oxydation. De nombreuses études disponibles dans la littérature ont montré l'efficacité de la spectroscopie FTIR pour suivre l'évolution de composés spécifiques lors de vieillissement de bitumes (Nivitha et al. 2016, Feng et Al., 2015, Karlsson et al. 2003, Edwards et al. 2005).

Dans la plupart des études, l'évolution des composés carbonyles et sulfoxydes est observée sur les spectres infrarouge avant et après traitement de vieillissement (Nivitha et al. 2016). En plus de ces deux composés, d'autres indices tels que l'aromaticité et l'aliphaticité ainsi que les longues chaines carbonées (Nivitha et al. 2016) sont aussi observées.

Les pics prédominants sur le spectre infrarouge d'un bitume sont bien définis dans la littérature. Les deux pics les plus importants sont visibles dans l'intervalle de longueurs d'ondes 3000-2800 cm⁻¹. Ces pics correspondent aux étirements asymétriques et symétriques des liaisons C-H dans les groupes CH₂ et CH₃. La Figure 1.23 montre les différentes vibrations moléculaires possibles.

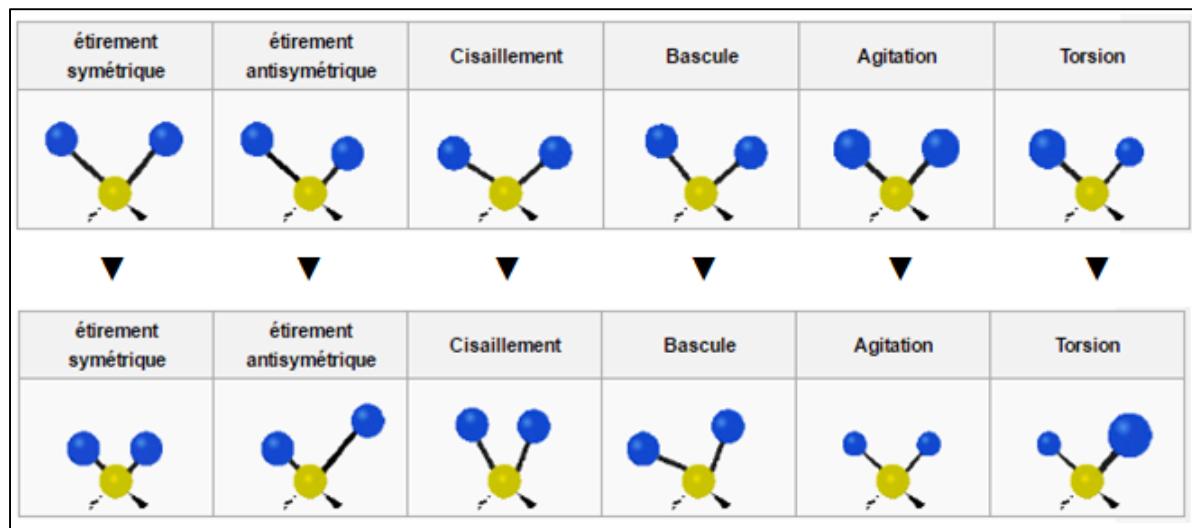


Figure 1.23 Différentes vibrations moléculaires possibles
Adaptée de Wikipédia (2016)

La vibration de flexion du même groupe fonctionnel CH₂ et CH₃, aussi nommé groupement aliphatique, a été observée aux alentours des longueurs d'ondes 1459 cm⁻¹ et 1376 cm⁻¹. Ces pics représentent les flexions asymétriques et symétriques des groupements CH₃ (Silverstein et al. 1991). La prédominance de ces quatre pics est prévisible du fait que le bitume est composé d'hydrocarbures contenant environ 81% de masse totale de carbone et 10% en d'hydrogène. Un autre se situe à la longueur d'onde 721 cm⁻¹. Celui-ci représente la présence de molécules avec une chaîne carbonée contenant 4 atomes de carbones ou plus dans

l'échantillon. Les autres pics caractéristiques du bitume sont les pics correspondant aux groupements aromatiques, situés aux longueurs d'ondes 1600 cm^{-1} (qui représente la vibration des liaisons C-C dans les cycles aromatiques), 866 cm^{-1} et 814 cm^{-1} .

Les pics caractéristiques du vieillissement sont définis dans la littérature comme le pic carbonyle, visible sur les spectres à la longueur d'onde 1700 cm^{-1} et représentant la vibration des liaisons C=O; et le pic sulphoxyde visible à la longueur d'onde 1032 cm^{-1} et représentant la vibration des liaisons S=O (Nivitha et al. 2016, Feng et Al., 2015). Les valeurs des indices carbonyles et sulphonydes doivent en théorie augmenter graduellement avec l'exposition aux protocoles de vieillissement. Le dernier pic visible sur le spectre est celui à la longueur d'onde 2729 cm^{-1} représentant les vibrations des groupements aldéhydes (C=O en extrémité de chaînes carbonées).

Le but de l'étude par spectroscopie FTIR est d'observer l'évolution des différents groupements fonctionnels contenus dans les bitumes exposés à différents traitements de vieillissement. Au plus l'indice d'un groupement donné augmente, au plus la quantité de liaisons caractéristiques de ce groupement est présente dans l'échantillon. Afin d'observer ces évolutions, les pics correspondants aux groupements carbonyles, sulphonydes, aldéhydes, aliphatiques, aromatiques et longues chaînes doivent être considérés comme des indices. Pour le calcul de ces indices, l'aire du pic considéré est dans un premier temps déterminé. Ensuite, la formule de calcul des indices est choisie afin de rendre compte de l'évolution du pic par rapport au reste du spectre. Le calcul de ces indices varie selon les études (Nivitha et al. 2016, Feng et al. 2015) dépendamment du fait que l'on prenne en compte ou non les pics entre 3000 et 2800 cm^{-1} , comme le montre les Figures 1.24 et 1.25. De plus, même si les positions de chaque pic caractéristique sont bien définies et reliées de façon concise aux différents groupements fonctionnels contenus dans le bitume (Silverstein et al. 1991), les bornes limites pour la détermination des aires de chaque pic varient selon les études.

	Index
Aliphaticity	$A_{1350-1510}/\sum A$
Aromaticity	$A_{1535-1625}/\sum A$
Carbonyl	$A_{1678-1725}/\sum A$
Sulphoxide	$A_{1010-1043}/\sum A$
Long chain	$A_{715-733}/\sum A$
$\sum A = A_{1350-1510} + A_{1535-1625} + A_{1678-1725} + A_{1010-1043} + A_{715-733}$	

Figure 1.24 Calcul des indices selon Nivitha et al.

Tirée de Nivitha et al. (2016, p. 571)

Carbonyl index:	
$I_{C=O} = A_{1699}/\sum A$	(1)
Sulphoxide index:	
$I_{S=O} = A_{1032}/\sum A$	(2)
$\sum A = A_{2924} + A_{2852} + A_{2729} + A_{1699} + A_{1601}$	
$+ A_{1462} + A_{1377} + A_{1032} + A_{866} + A_{814} + A_{723}$	
	(3)
where, A is the area of each spectral band.	
Branched aliphatic index (I_B):	
$I_B = A_{1377}/(A_{1462} + A_{1377} + A_{723})$	(4)
Aromatic index:	
$I_{Ar} = A_{1601}/\sum A$	(5)

Figure 1.25 Calcul des indices selon Feng et al.

Adaptée de Feng et al. (2015, p. 1383 et 1385)

1.6.3 Analyse thermogravimétrique et analyse enthalpique différentielle (TGA/DSC)

Quand les matériaux subissent une augmentation importante de leur température, ils subissent divers changements, tel que le changement d'état. Plusieurs méthodes ont été développées afin d'observer ces changements. Parmi celles-ci, l'analyse enthalpique différentielle (DSC pour « Differential Scanning Calorimetry ») et l'analyse thermogravimétrique (TGA pour « Thermo Gravimetric Analysis ») permettent d'étudier les propriétés thermiques en fonction de la température, ou encore les températures de changements d'état. Ces techniques d'analyse thermique sont basées sur la mesure des variations de l'énergie thermique et de masse d'un échantillon à caractériser, par rapport à celles subies par un corps inerte au cours d'une variation contrôlée de température. L'appareillage employé pour ces méthodes de caractérisation chimique est représenté schématiquement par la figure 1.26.

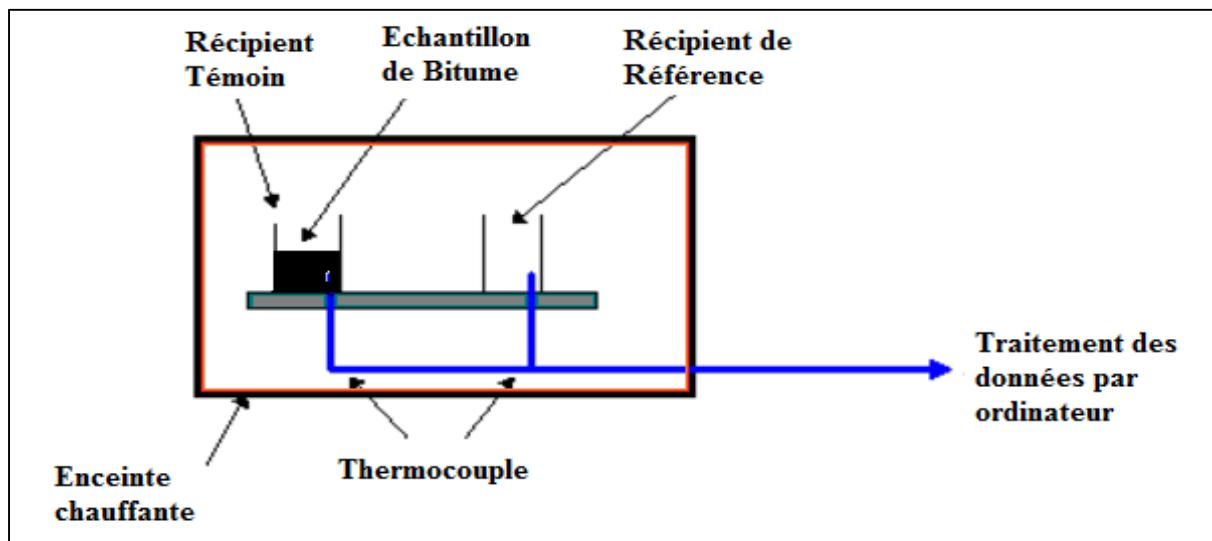


Figure 1.26 Schéma de l'appareillage du TGA/DSC

L'analyse enthalpique différentielle est aussi appelée « calorimétrie différentielle à balayage ». Elle permet une analyse quantitative des transitions énergétiques. Cette méthode d'analyse consiste à mesurer le flux thermique nécessaire pour maintenir un échantillon ainsi qu'un témoin à une température identique en imposant une rampe de température.

L'analyse thermogravimétrique est, quant à elle, une technique mesurant la variation de masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une montée de température, sous atmosphère contrôlée. Cette variation peut être une perte de masse (émission de vapeur) ou un gain de masse (fixation de gaz, oxydation...).

Les mesures réalisées pendant les essais TGA/DSC forment des thermogrammes, représentant la variation de la masse de l'échantillon ainsi que l'évolution du flux thermique en fonction de la température.

1.7 Méthodes de vieillissement du bitume

Le bitume est un matériau qui voit ses propriétés s'altérer avec le temps. Autrement dit, le bitume perd de son élasticité, caractéristique liée au fait de pouvoir revenir à son état initial après avoir subi une déformation, et vient « durcir » au plus la durée de service de l'enrobé augmente. En des termes plus pratiques, l'enrobé bitumineux devient ainsi plus résistant à l'ornièrage, mais plus sensible à la fissuration thermique (Lelièvre, 1994). Ces mécanismes du vieillissement doivent être compris et caractérisés en laboratoire avant toute conception de chaussée.

Il existe plusieurs facteurs de vieillissement du bitume : l'oxydation des molécules contenues dans le bitume, la dégradation de ces mêmes molécules par les rayonnements ultraviolets, l'absorption des huiles par les particules minérales, ainsi que l'évaporation des fractions les plus volatiles du bitume. Le facteur principal demeure l'oxydation du bitume, et c'est ce facteur de vieillissement qui sera considéré au cours de cette étude. Le phénomène de vieillissement par oxydation s'accélère avec l'augmentation de la température. Les études ont montré qu'au-delà de 100 °C, l'oxydation double pour chaque tranche de 10 °C.

1.7.1 Protocole de vieillissement à court terme « Thin-Film Oven Test » (TFOT)

La procédure « Thin-film Oven Test » est réglementée par les normes AASHTO T 179 et ASTM D 1754: « Effects of Heat and Air on Asphalt Materials (Thin-Film Oven Test) ». Elle

consiste tout d'abord à verser 50 grammes de bitume chauffé dans une cuvette circulaire et plate possédant un diamètre de 140 mm et une hauteur de 10 mm. La couche de bitume ainsi déposée possède une épaisseur approximative de 3 mm. Cet essai permet d'avoir accès à la perte de masse de l'échantillon, dès lors que la cuve est pesée avant et après la procédure de vieillissement. Afin d'avoir une quantité de bitume vieilli supérieure à 50 grammes, il est possible d'utiliser plusieurs cuvettes à la fois.

La procédure de vieillissement consiste à placer les cuvettes de bitume dans un four muni d'un support rotatif. Un tel dispositif est représenté par la Figure 1.27. Le four expose le bitume à une température de 163°C pendant une durée de 5 heures. Le support rotatif tourne à une vitesse de 5 à 6 rotations par minute. Une fois les 5 heures achevées, les cuvettes sont refroidies à température ambiante avant d'être pesées pour déterminer la perte de masse des échantillons. Le bitume est ensuite récupéré pour subir d'autres tests.

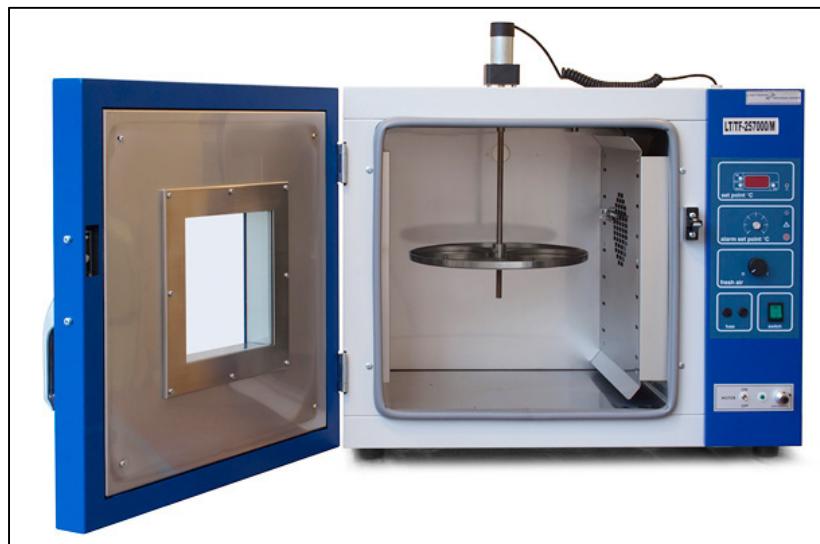


Figure 1.27 Appareillage du TFOT

1.7.2 Protocole de vieillissement à court terme « Rolling Thin-Film Oven Test » (RTFO)

La procédure « Rolling Thin-Film Oven Test » ou RTFO sert à simuler le vieillissement induit au bitume lors de la fabrication et la mise en place de l'enrobé sur la chaussée. Ce protocole

de vieillissement remplace le « Thin Film Oven Test », car celui-ci est plus abouti. Le protocole RTFO présente l'avantage d'exposer le bitume à la chaleur ainsi qu'à un flux d'air sec, couplés à un mouvement de rotation perpétuel. Ainsi, toute formation de croute en surface du bitume est évitée, ce qui permet de ne pas corrompre la simulation du vieillissement par oxydation. Aussi, le protocole RTFO présente un autre avantage par rapport au TFOT : celui de la durée du protocole. La durée du vieillissement par RTFO est de 85 minutes, temps beaucoup plus cours que les cinq heures requises pour le TFOT.

La procédure standard, réglementée par la norme ASTM D 2872 ou AASHTO T 240, consiste à placer un bitume non-vieilli dans une bouteille cylindrique en verre, comme présentée à la Figure 1.28. Ces bouteilles, au nombre de huit pour notre appareil, sont ensuite placées dans un four chauffant à 163°C (ou 325°F) équipé d'un support rotatif et d'une buse pour l'arrivée d'air. Cet appareillage est mis en exergue à la Figure 1.29.



Figure 1.28 Bouteilles du protocole RTFO (vide, avant le test et après le test)

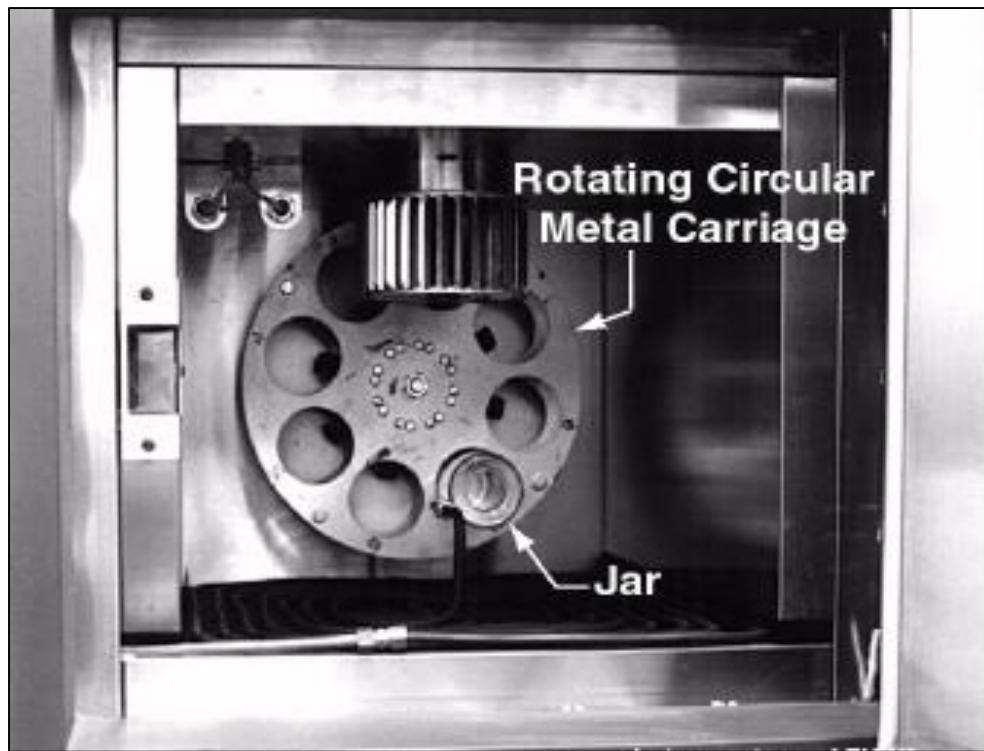


Figure 1.29 Appareillage du protocole RTFO

Le protocole RTFO simule le vieillissement « à court terme », ce qui signifie qu'il est une étape obligatoire pour tout autre test, qu'il soit relatif à des propriétés rhéologiques du bitume (DSR, BBR, MSCR Test), ou relatif au protocole de simulation du vieillissement à long terme (PAV). Le protocole RTFO fournit une information sur la perte de masse des fractions volatiles du bitume. Cette perte de masse est reliée à la notion de vieillissement des enrobés bitumineux mis en place sur la chaussée.

1.7.3 Protocole de vieillissement à long terme «Pressure Aging Vessel » (PAV)

Dès la mise en place des enrobés bitumineux, et ceux tout au long de la durée de vie de la chaussée, des fissures et défauts dues au vieillissement du bitume apparaissent. Il est donc nécessaire d'observer, en amont de la construction, le comportement des bitumes subissant le vieillissement par oxydation à long terme.

Le protocole « Pressure Aging Vessel » ou PAV sert à simuler en laboratoire le vieillissement à long terme des bitumes. Ce protocole a été développé afin de simuler le vieillissement des enrobés pour un équivalent de 5 à 10 ans de mise en service. Le bitume utilisé pour ce protocole doit être préalablement conditionné au RTFO, car la simulation du vieillissement à long terme doit prendre en compte le vieillissement à court terme.

La procédure standard, réglementée par la norme ASTM D6521 ou AASHTO R 28, consiste à placer 50 grammes de bitume conditionné au RTFO dans des assiettes d'acier inoxydable, comme présenté à la Figure 1.30. Plusieurs assiettes sont alors placées dans une enceinte chauffée à 110°C sous une pression d'air sec de 2,10 MPa, et ceux pendant une durée de 20 heures. Le temps total de traitement est d'environ 22 heures, car l'essai ne démarre qu'une fois que la température et la pression de l'enceinte soient atteintes.



Figure 1.30 Assiette du protocole PAV

CHAPITRE 2

PROGRAMME DE RECHERCHE ET MÉTHODE D'ESSAI

Ce chapitre vise à expliquer la démarche expérimentale et la méthodologie employée en vue d'évaluer l'impact de la composition chimique du brut sur l'évolution des caractéristiques mécaniques et chimiques de deux bitumes d'origines pétrolières différentes soumis aux mêmes protocoles de vieillissement. Dans le cadre de ce projet de recherche, seul le vieillissement par oxydation a été étudié. Les autres facteurs du vieillissement du bitume (UV, radiations...) n'ont pas été considérés lors de cette étude. Ce choix a été fait afin de limiter la durée et la quantité de travail du projet.

L'inconvénient principal de ce projet est qu'il est très difficile de caractériser précisément le pétrole source. Ceci s'explique, comme vu précédemment dans la revue de littérature, que le pétrole est un mélange extrêmement complexe de molécules d'origine naturelle, et qu'il est impossible de toutes les isoler. Aussi, la modification chimique d'un brut n'est pas accessible pour ce projet. Afin de considérer la variabilité chimique du brut, deux bitumes extraits de deux bruts différents ont été mis à disposition par l'entreprise SUNCOR. Ces bitumes ont été sélectionnés parce qu'ils possèdent des grades de performances similaires. En d'autres termes, leur module complexe ainsi que leur rigidité à l'état non-vieilli sont censés être dans la même plage de valeurs. Cependant, ces bitumes provenant de sources différentes, leur composition chimique ne sera pas la même.

La revue de littérature est riche d'informations relatives au fait que la composition chimique du bitume influence sur les propriétés des bitumes. Le fait que les caractéristiques initiales d'un bitume soient impactées par son pétrole brut n'est plus à démontrer. Le point de réflexion principal de ce projet est de rechercher pour deux bitumes, exposés à des protocoles de vieillissement par oxydation similaires et possédant un grade de performance similaire (et donc des performances à l'origine qui se ressemblent d'après le système de classification des bitumes actuel), des évolutions de caractéristiques rhéologiques et chimiques différentes. En

d'autres termes, la question à laquelle cette recherche tente de répondre est : la composition chimique du bitume (et donc du pétrole brut utilisé en amont) est-elle un facteur d'évolution des caractéristiques rhéologiques et chimiques du bitume ?

Pour cette étude deux bitumes possédant un grade de performance PG 58-28, mais provenant de deux pétroles bruts différents, ont été utilisés. Ces bitumes, fournis par l'entreprise Suncor, seront nommés tout au long de l'étude « A » et « B », car aucune information sur l'origine des bruts n'a été dévoilée par le fournisseur. Les propriétés de ces deux bitumes seront détaillées lors de la caractérisation rhéologique des bitumes.

Le projet se subdivise alors en quatre axes principaux : En premier lieu, il a été nécessaire de vieillir ces deux bitumes avec des protocoles de vieillissement similaires. Ensuite, dans un second temps, l'évolution des caractéristiques rhéologiques des deux bitumes vieillis a été évaluée. Alors, ces mêmes bitumes obtenus suites au protocole de vieillissement ont été caractérisés chimiquement, pour voir l'évolution de leur composition chimique. Enfin, une recherche de corrélations entre les deux caractérisations a été accomplie.

2.1 Phase I : Vieillissement des bitumes

Afin de vieillir les bitumes par oxydation, les procédures normalisées pour les protocoles RTFO (ASTM D2872 ou AASHTO T 240) et PAV (ASTM D6521 AASHTO R 28) ont été employées. Cependant, pour obtenir de plus nombreux « états de vieillissements », des protocoles de vieillissement aux durées non-conventionnelles ont été réalisées, et cela pour les deux méthodes. Les bitumes ont donc été exposés à sept procédures de vieillissement différentes : sans vieillissement, exposés au protocole RTFO pour des durées de 85, 150, et 300 minutes, et exposés au protocole PAV à une température de 110°C pour des durées de 20, 30 et 40 heures avec traitement au RTFO préalable de 85 minutes, comme le résume la Figure 2.1.

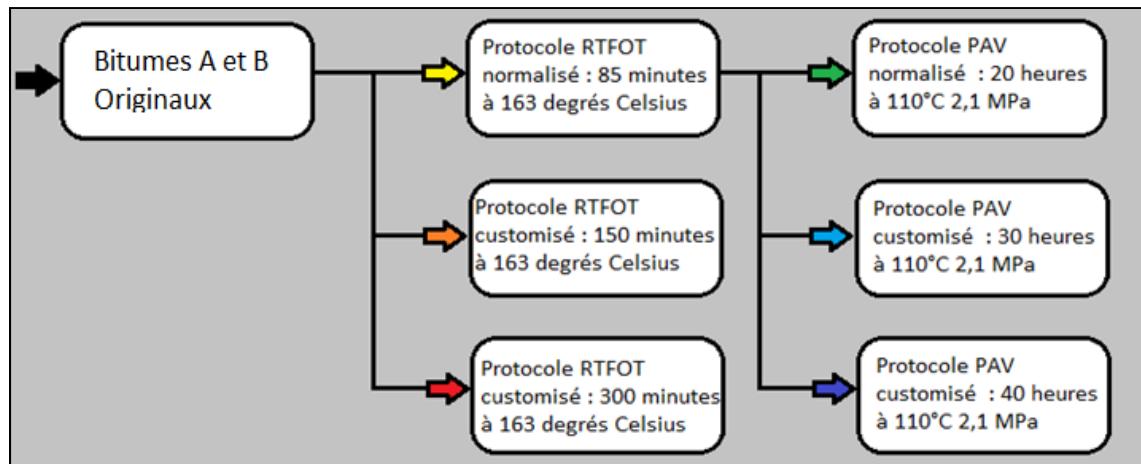


Figure 2.1 Protocoles de vieillissement par oxydation employés pendant le projet

Le code couleur utilisé à la Figure 2.1, à savoir « Noir » pour le bitume d'origine, « Jaune Orange et Rouge » respectivement pour les vieillissements RTFO 85 minutes, 150 minutes et 300 minutes, et « Vert, Bleu et Bleu foncé » respectivement pour les vieillissement PAV 20 heures, 30 heures et 40 heures; sera repris tout au long de ce mémoire. Dès lors qu'une représentation graphique portera sur les résultats des différents états de vieillissement, ces couleurs seront systématiquement employées afin d'améliorer la visibilité des résultats.

Pour l'analyse des résultats de l'ensemble des méthodes de caractérisations du projet, il est important de noter qu'il n'y a aucune équivalence entre un protocole RTFO customisé (temps de traitement 150 et 300 minutes) et un autre protocole PAV customisé (temps de traitement 30 et 40 heures). La comparaison des différents résultats peut donc se faire entre l'état d'origine du bitume et les résultats des essais normalisés, mais aussi au sein d'un même type de vieillissement.

2.2 Phase 2 : Caractérisation rhéologique des différents états du bitume

Une fois les deux bitumes vieillis selon les procédures prévues, une caractérisation rhéologique de tous les états de bitumes obtenus a été réalisée. Pour cela, plusieurs méthodes d'essais ont été sélectionnées afin de caractériser les bitumes selon plusieurs conditions de température.

En premier lieu, une caractérisation des bitumes à températures moyennes et hautes a été effectuée à l'aide d'un rhéomètre à cisaillement dynamique, ou « Dynamic Shear Rheometer » (DSR). Cette méthode d'essais permet d'obtenir les modules complexes et les angles de phases des bitumes, et ceux pour un large panel de conditions de températures et de fréquences de sollicitation. Bien que standardisée, l'utilisation de cette méthode a nécessité un questionnement préalable concernant les contraintes maximales à appliquer lors des essais afin de rester dans le domaine de viscoélasticité linéaire du bitume. Une étude préliminaire à ce sujet a alors été accomplie afin de répondre à cette interrogation.

Ensuite, une caractérisation des bitumes à températures basses a été menée grâce à un autre rhéomètre nommé « Rhéomètre à flexion de poutres » ou « Bending Beam Rheometer » (BBR). Cette méthode d'essais permet d'obtenir le module de rigidité de fluage d'un bitume ainsi que son taux de fluage.

Ces deux méthodes caractérisent le bitume dans le domaine linéaire. La viscoélasticité du bitume est alors linéaire. La méthode du « Multiple Stress Creep Recovery » (MSCR), a donc été envisagée lors de l'élaboration du programme expérimentale afin de réaliser des essais hors de ce domaine de linéarité. Cependant, ce test n'a pas pu être réalisé par manque de logiciel approprié (ordinateur non compatible avec le logiciel commandé). De plus, la méthode d'essais « Extended BBR » a également été envisagée, mais le protocole de test requiert une chambre climatique pouvant maintenir une température stable et précise pendant une longue période de temps. Cet équipement n'étant pas à disposition lors du projet, cette méthode a été écartée du plan d'expérience.

2.3 Phase 3 : Caractérisation chimique des différents états du bitume

Une fois la caractérisation rhéologique accomplie, ce projet de recherche a nécessité une caractérisation chimique des deux bitumes. La première méthode proposée a été celle de la séparation des fractions des bitumes par diffraction de type SARA, et la quantification de ces fractions. Cependant, une analyse des besoins en matériel et en solvants nécessaires à la

séparation des 14 états de bitumes à montrer une impossibilité de réaliser l'essai. En effet, la méthode d'essais standardisée par la norme ASTM D4124 - « *Standard Test Method for Separation of Asphalt into four Fraction* » implique la préparation manuelle d'une colonne de diffraction en alumine pour chaque bitume testé. Cette préparation manuelle est laborieuse et source de variation importante des résultats, par le biais de formation de chemins préférentiels pour le passage du solvant dans la colonne de diffraction. L'équipement nécessaire pour outrepasser cette préparation de colonnes n'étant pas accessible lors du projet, cette méthode n'a pas été réalisée.

La spectroscopie infrarouge a alors été sélectionnée afin d'analyser les bitumes. Le spectromètre employé pour ce projet est de type « Réflectance Totale Atténuee » ou ATR. Ceci permet de se libérer de la contrainte de l'emploi d'un solvant pour analyser les bitumes. Cette méthode de caractérisation chimique a été sectionnée car elle permet d'observer les changements moléculaires des bitumes dus à l'oxydation, à travers les variations des spectres infrarouge FTIR. Bien que cette technique soit aisée à utiliser, l'interprétation des spectres pour mettre en évidence l'effet de l'oxydation est relativement complexe, de par le manque de normalisation de la méthode d'essais pour l'application du bitume. Il a donc été primordial de statuer sur la méthode d'analyse des spectres, tels que la nature des pics à considérer, la valeur des bornes d'intégration des aires des pics ou encore la formule de calcul des indices des différents groupements.

D'autres méthodes d'essais ont été utilisées, telles que l'analyse thermogravimétrique (TGA), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ainsi que l'analyse des gaz issus de ces essais thermiques ou « *Evolved Gaz Analysis* » (EGA). Ces méthodes, employées dans d'autres domaines comme l'analyse chimiques des polymères, ne sont pas encore standardisées pour l'analyse des bitumes. Concernant les essais TGA/DSC, aucune norme n'indique le protocole à suivre, ni les paramètres à choisir, ni la façon d'analyser les résultats. De plus, La méthode d'essais EGA n'a jamais été utilisée sur des bitumes. Lors de ce projet, ces méthodes ont présenté des problèmes importants de répétabilité en termes de résultats obtenus, et n'ont pas permis une analyse pertinente des bitumes. Ce problème de répétabilité, principalement lié au

caractère innovant de la méthode et au manque de norme pour ces essais, sera précisé dans la suite de ce mémoire.

En plus de la spectroscopie infrarouge, de l'analyse thermogravimétrique et des essais EGA, la méthode de séparation du bitume par diffraction SARA a été envisagée lors de l'élaboration du plan d'expérience du projet. Cependant, cet essai requiert soit la production manuelle de phase stationnaire (colonne de verre remplie manuellement de poudre d'alumine), soit un appareillage couteux non disponible lors du projet. La conception de colonne d'alumine étant difficile à réaliser et onéreuse, il a été décidé de ne pas réaliser l'essai.

2.4 Phase 4 : recherche de corrélations entre les deux caractérisations

La réponse à la problématique du projet a ensuite nécessité une recherche de corrélations entre les résultats obtenus lors des deux caractérisations des bitumes. Le nombre de paramètres de comparaisons issus de ces caractérisations étant assez important, une sélection des critères d'observations a dû être faite en amont de cette recherche.

CHAPITRE 3

CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DES BITUMES

La caractérisation rhéologique des bitumes a été effectuée dès le début du projet, suite au vieillissement des bitumes. Ce chapitre présentera les différentes méthodes de tests pratiqués sur les divers états des bitumes présentés dans la section 2.1. Tout d'abord, il sera exposé les résultats des essais de détermination de module complexe en cisaillement réalisés à l'aide d'un rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) pour les températures hautes et moyennes. Par la suite, il sera évoqué la caractérisation des propriétés à basses températures établie à l'aide d'un rhéomètre à flexion de poutre (BBR). Dans cette partie du mémoire, le module complexe G^* et ces deux composantes élastiques G' et visqueuses G'' seront toujours des modules en cisaillement.

3.1 Essais de détermination du module en cisaillement complexe (DSR)

Le bitume est un matériau viscoélastique, ce qui signifie qu'il possède à la fois des comportements visqueux ou élastique, et ceux dépendamment de la température et à la fréquence de sollicitation à laquelle le bitume est contraint. Ce changement de comportement mécanique du bitume s'observe par sa variation du module complexe et de l'angle de phase des bitumes, en fonction de la température et de la fréquence de sollicitation. Ces deux paramètres sont déterminés à l'aide d'essais DSR, conformément à la norme ASTM D7175 ou AASHTO T 315.

3.1.1 Description de l'équipement

Le rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) employé tout au long de ce projet de recherche est de la marque « BOHLIN » et de modèle « CVO 50 ». La température de l'appareil est contrôlée à l'aide d'un thermostat à eau de marque « NESLAB » et de modèle « RTE -111 ». Ce thermostat permet de pratiquer des essais pour des températures supérieures à 0°C et

inférieures à 100°C. Cet appareillage est représenté par la Figure 3.1. Le logiciel d'acquisition de données du DSR est le logiciel « BOHLIN SOFTWARE v06.51 ».



Figure 3.1 Rhéomètre à cisaillement dynamique (à droite)
et thermostat à eau (à gauche)

Le thermostat doit être calibré avant chaque utilisation car la température indiquée diffère de la température réelle. Le calibrage se fait à l'aide d'une cellule de calibrage ohmique reliée à un multimètre. Il a été préconisé de réaliser au début de chaque session d'essais un calibrage initial de la température. Cependant, la température affichée par le thermostat et la température réelle diverge de façon systématique dès lors que le réglage de température vient à être modifié. Pour cette raison, le calibrage a été réalisé à chaque changement de température, et non pas au début de chaque session d'essais.

3.1.2 Préparation des échantillons

Deux dimensions de plaques ont été utilisées : un diamètre de 25 mm ou un diamètre de 8mm. Les plaques possédant un diamètre de 25 mm sont utilisées pour caractériser des bitumes non-

vieillis, et vieillis par RTFO pour simuler le vieillissement à court terme. Ce diamètre de plaque est donc approprié aux bitumes les moins rigides. Le diamètre de 8 mm est utilisé pour tester les bitumes les plus rigides, comme les bitumes vieillis au PAV.

Les échantillons traités avec les plaques d'un diamètre de 25 mm possèdent une épaisseur de 1,000 mm +/- 0,001 mm, contre 2,000 mm pour les plaques d'un diamètre de 8 mm (Asphalt Institute 2007 et 2011). Ces différentes plaques sont illustrées à la Figure 3.2.



Figure 3.2 Plaques et moules du DSR

Afin de placer les échantillons entre ces deux plaques, des pastilles de bitume sont préalablement préparées en dehors de la machine. Il a été utilisé pour cela des moules en polymère de la dimension de la pastille de bitume désirée pour le test, comme représentés à la Figure 3.2. La pastille est alors collée sur la plaque supérieure de la machine, quand celle-ci se trouve éloignée de la plaque fixe inférieure. Une fois la plaque supérieure placée à 50 µm de plus que l'épaisseur voulue (soit 1,050 mm ou 2,050 mm), le bitume superflu est extrudé à l'aide d'une spatule chauffée. La plaque supérieure est ensuite descendue à la hauteur souhaitée pour réaliser l'essai (soit 1,000 mm ou 2,000 mm). Cette procédure donne des bords bombés à l'échantillon, pour éviter l'effet de bord lors des essais.

3.1.3 Programme expérimental

Les essais DSR réalisés sont des essais de type « balayage en fréquence ou *frequency sweep* », ce qui consiste à faire varier la fréquence de sollicitation tout en gardant la température et la contrainte fixes tout au long du test. Ce type d'essai est conforme à la norme ASTM D7175 ou AASHTO T 315.

Pour une température et une contrainte fixes, trois balayages en fréquence sont effectués pour un même essai, pour vérifier en cours de test que le bitume ne subit pas de déformations permanentes, et donc que la valeur du module baisse en cours de test. Le résultat obtenu est donc une « isotherme » du bitume, et représente le module complexe en cisaillement du bitume, en fonction de la fréquence de sollicitation.

3.1.3.1 Choix des domaines de températures et fréquences

Dans l'optique d'observer le comportement viscoélastique des bitumes, qui varie en fonction de la température et de la fréquence de sollicitation, il a été initialement déterminé que les essais devaient être réalisés dans les domaines de fréquences et de températures les plus larges possible. Autrement dit, les essais devaient être accomplis dans le domaine des fréquences entre 0,01 et 100 Hz. Concernant les températures, il a été initialement choisi 5°C, 15°C, 25°C, 35°C, 45°C et 60°C. Ce choix de températures s'explique par le fait que le thermostat du DSR utilise de l'eau comme réfrigérant (il est donc impossible de descendre sous les 0°C à l'état liquide) et que le bitume possède un PG de 58-28. Pour la détermination du grade de performance, les essais sont réalisés à des températures atteignant les 64°C pour un bitume de PG 58-28. De ce fait, tester le bitume à 70°C n'est pas nécessaire.

Suite aux premiers essais, il a été observé deux limites qui ont remis en cause le choix des domaines de fréquences et de températures :

- Les résultats obtenus en termes de module complexe et d'angle de phase semblent varier entre les trois répétitions d'un même essai (même température et même fréquence) dès lors que la fréquence dépasse environ 15 Hz.
- Des difficultés de stabilisation de la température et de placement de l'échantillon sur la machine ont été rencontrées pour les températures de 5°C et 15°C, ce qui s'explique par le fait que le bain soit régulé à l'eau. L'épaisseur d'échantillon de 1000µm est difficilement atteignable lorsque l'appareil vient descendre la plaque supérieure pour ces deux températures.

Les domaines ont donc été revus afin de permettre une réalisation des tests plus aisée, et réduire la variabilité des résultats au sein d'un même essai :

- Fréquences choisies : 0,01 à 15 Hz,
- Températures choisies : 25, 35, 45 et 60°C.

Pour pouvoir tracer la courbe maîtresse d'un bitume, il faut obtenir au moins deux points, présents sur deux isothermes différentes, possédant des valeurs de module identiques ou proches. Ce couple de points permet la translation en fréquence d'une isotherme sur l'autre par le principe d'équivalence temps-température. Afin d'avoir sur deux isothermes une valeur de module quasi-identique, il est préférable d'utiliser un grand nombre de fréquences pendant les balayages afin d'avoir un maximum de points de comparaison.

Malheureusement, plus le nombre de points est élevé, plus la durée des essais est longue. Comme sept protocoles de vieillissement par oxydation ont été élaborés pour ce projet, et ceux pour chacun des deux bitumes fournis, des essais DSR doivent être accompli pour 14 états de bitumes différents. Comme 4 isothermes sont à obtenir pour chaque état de bitume, le nombre total d'isothermes est alors de 56 isothermes. Il a donc fallu choisir un nombre « raisonnable » de fréquences.

Pour le choix des fréquences, plusieurs critères ont été pris en compte, comme la nécessité de choisir les points sur une échelle logarithmique, et la nécessité d'obtenir les points de fréquences 0,01Hz, 0,1Hz, 1Hz et 10Hz. La Figure 3.3 met en avant les fréquences choisies. Le nombre de fréquences entre 0,01 et 0,1Hz est faible de par le fait que le temps d'acquisition des modules pour ces fréquences est beaucoup plus long que pour des fréquences plus élevées. Pour des fréquences supérieures à 14,29 Hz, des soucis de variabilité des résultats obtenus ont été observés. Il a été obtenu un nombre de 28 fréquences. Les valeurs présentes dans les cellules grisées ont été retenues pour la réalisation des essais.

0,01	0,04924	0,2425	1,195	5,882	30
0,01194	0,05879	0,2896	1,429	7,143	37,5
0,01425	0,07018	0,3456	1,705	8,571	42,86
0,01701	0,08378	0,4127	2,041	10	50
0,02031	0,1	0,04926	2,439	12	60
0,02425	0,1194	0,5882	2,913	14,29	75
0,02894	0,1425	0,7026	3,488	17,65	100
0,03455	0,1702	0,838	4,167	21,43	
0,04125	0,2031	1	5	25	

Figure 3.3 Fréquences de sollicitation (en Hz) choisies pour les essais DSR

3.1.4 Essais préliminaires pour déterminer le domaine de linéarité

Les essais DSR pour déterminer le module complexe des bitumes sont des essais non-destructifs du bitume. En d'autres termes, toutes les contraintes appliquées aux bitumes entraînent uniquement des déformations recouvrables. Pour se faire, les essais doivent rester dans le domaine de contraintes de « linéarité », ce qui va imposer une limite maximale de contrainte à employer.

Cependant, plus la contrainte appliquée au bitume est élevée, plus la valeur du module complexe obtenue est fiable. Plus la contrainte est forte, plus les valeurs de déformations sont élevées, ce qui réduit l'impact de la précision du DSR sur le calcul du module. Il est donc

impératif de déterminer au préalable la contrainte maximale qu'il est possible d'appliquer aux différents états de bitumes, tout en restant dans le domaine de linéarité du bitume.

Comme le comportement viscoélastique du bitume est induit par sa température, la contrainte maximale applicable au bitume est à déterminer au préalable pour chaque température. Aussi, cette contrainte limite est à déterminer pour plusieurs valeurs de fréquences de sollicitation pour les mêmes raisons.

L'essai préliminaire consiste à faire varier la contrainte de sollicitation en maintenant la fréquence et la température constante. En d'autres termes, cela consiste à réaliser un « balayage en contrainte ». Il est obtenu comme résultats des valeurs de module complexe (ainsi que module élastique, visqueux, et angle de phase) stables tant que la contrainte se trouve dans le domaine de linéarité, et qui vient décroître dès lors que les contraintes sont trop élevées

La limite de perte du module complexe acceptable, pour que la contrainte soit considérée dans le domaine de linéarité, a été choisie à 5%. Ainsi, pour un bitume possédant un module complexe de 100 kPa (valeur fictive), la contrainte maximale à utiliser est celle pour laquelle le DSR calcul un module complexe de 95 kPa.

Des essais ont été réalisés pour chaque bitume, pour chaque température (25, 35, 45 et 60 °C) et pour trois fréquences : 0,1Hz, 1,59Hz et 10 Hz. La contrainte minimale de 100 Pa est imposée par la norme ASTM D7175 ou AASHTO T 315. La contrainte maximale des essais a été fixée suite aux premiers essais. Les résultats issus d'un de ces essais sont représentés par le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Données issues de l'essai préliminaire « Bitume A Original 25°C 1,59 Hz »

Time '(s)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus (Pa)	Complex Viscosity (Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain (ε)
2,3	64,5	1,92E+05	8,28E+04	1,73E+05	1,92E+04	1,00E+02	5,21E-04
5,3	63,8	1,87E+05	8,23E+04	1,67E+05	1,86E+04	3,02E+02	1,62E-03
8,2	63,2	1,87E+05	8,43E+04	1,67E+05	1,87E+04	5,04E+02	2,70E-03
11,1	63,5	1,89E+05	8,42E+04	1,69E+05	1,88E+04	7,06E+02	3,74E-03
14,1	63,4	1,88E+05	8,39E+04	1,68E+05	1,87E+04	9,08E+02	4,84E-03
17	63,3	1,87E+05	8,42E+04	1,67E+05	1,87E+04	1,11E+03	5,93E-03
20	63,4	1,88E+05	8,43E+04	1,68E+05	1,88E+04	1,31E+03	6,98E-03
22,9	63,4	1,88E+05	8,41E+04	1,68E+05	1,87E+04	1,51E+03	8,06E-03
25,8	63,4	1,88E+05	8,41E+04	1,68E+05	1,87E+04	1,72E+03	9,14E-03
28,8	63,5	1,88E+05	8,39E+04	1,68E+05	1,87E+04	1,92E+03	1,02E-02
31,7	63,4	1,88E+05	8,41E+04	1,68E+05	1,87E+04	2,12E+03	1,13E-02
34,6	63,5	1,87E+05	8,38E+04	1,68E+05	1,87E+04	2,32E+03	1,24E-02
37,6	63,5	1,88E+05	8,38E+04	1,68E+05	1,87E+04	2,52E+03	1,35E-02
40,5	63,4	1,88E+05	8,40E+04	1,68E+05	1,87E+04	2,73E+03	1,45E-02
43,5	63,5	1,87E+05	8,36E+04	1,68E+05	1,87E+04	2,93E+03	1,56E-02
46,4	63,4	1,87E+05	8,39E+04	1,68E+05	1,87E+04	3,13E+03	1,67E-02
49,3	63,5	1,87E+05	8,37E+04	1,68E+05	1,87E+04	3,33E+03	1,78E-02
52,3	63,5	1,87E+05	8,37E+04	1,68E+05	1,87E+04	3,53E+03	1,89E-02
55,2	63,5	1,87E+05	8,36E+04	1,68E+05	1,87E+04	3,74E+03	2,00E-02
58,1	63,5	1,87E+05	8,36E+04	1,67E+05	1,87E+04	3,94E+03	2,10E-02
61,1	63,6	1,87E+05	8,32E+04	1,67E+05	1,86E+04	4,14E+03	2,22E-02
64	63,5	1,87E+05	8,33E+04	1,67E+05	1,86E+04	4,34E+03	2,32E-02
66,9	63,6	1,87E+05	8,31E+04	1,67E+05	1,86E+04	4,55E+03	2,43E-02
69,9	63,5	1,87E+05	8,34E+04	1,67E+05	1,86E+04	4,75E+03	2,54E-02
72,8	63,6	1,86E+05	8,30E+04	1,67E+05	1,86E+04	4,95E+03	2,65E-02
75,8	63,7	1,86E+05	8,27E+04	1,67E+05	1,86E+04	5,15E+03	2,76E-02
78,7	63,5	1,86E+05	8,31E+04	1,67E+05	1,86E+04	5,35E+03	2,87E-02
81,6	63,6	1,86E+05	8,29E+04	1,67E+05	1,86E+04	5,56E+03	2,98E-02
84,6	63,6	1,86E+05	8,27E+04	1,67E+05	1,86E+04	5,76E+03	3,09E-02
87,4	63,6	1,86E+05	8,27E+04	1,67E+05	1,86E+04	5,96E+03	3,20E-02
90,4	63,5	1,86E+05	8,28E+04	1,66E+05	1,85E+04	6,16E+03	3,31E-02
93,3	63,7	1,86E+05	8,24E+04	1,67E+05	1,85E+04	6,36E+03	3,42E-02
96,3	63,6	1,86E+05	8,26E+04	1,66E+05	1,85E+04	6,57E+03	3,54E-02
99,2	63,7	1,86E+05	8,23E+04	1,66E+05	1,85E+04	6,77E+03	3,65E-02
102,1	63,7	1,85E+05	8,22E+04	1,66E+05	1,85E+04	6,97E+03	3,76E-02
105,1	63,7	1,85E+05	8,21E+04	1,66E+05	1,85E+04	7,17E+03	3,87E-02
108	63,7	1,85E+05	8,20E+04	1,66E+05	1,85E+04	7,37E+03	3,98E-02
110,9	63,8	1,85E+05	8,18E+04	1,66E+05	1,85E+04	7,58E+03	4,09E-02
113,8	63,7	1,85E+05	8,18E+04	1,66E+05	1,84E+04	7,78E+03	4,21E-02
116,7	63,8	1,85E+05	8,17E+04	1,66E+05	1,84E+04	7,98E+03	4,32E-02
119,7	63,8	1,85E+05	8,14E+04	1,66E+05	1,84E+04	8,18E+03	4,43E-02
122,7	63,7	1,85E+05	8,17E+04	1,65E+05	1,84E+04	8,38E+03	4,54E-02
125,6	63,8	1,84E+05	8,15E+04	1,65E+05	1,84E+04	8,59E+03	4,65E-02
128,6	63,9	1,84E+05	8,12E+04	1,65E+05	1,84E+04	8,79E+03	4,77E-02
131,5	63,9	1,84E+05	8,12E+04	1,65E+05	1,84E+04	8,99E+03	4,88E-02
134,4	63,8	1,84E+05	8,13E+04	1,65E+05	1,84E+04	9,19E+03	4,99E-02
137,3	63,9	1,84E+05	8,09E+04	1,65E+05	1,83E+04	9,39E+03	5,11E-02
140,3	63,8	1,84E+05	8,11E+04	1,65E+05	1,83E+04	9,60E+03	5,22E-02
143,2	63,9	1,84E+05	8,08E+04	1,65E+05	1,83E+04	9,80E+03	5,34E-02
146,1	64	1,83E+05	8,05E+04	1,65E+05	1,83E+04	1,00E+04	5,45E-02

Les données sources des résultats de tous les essais préliminaires ne sont pas dans ce rapport par soucis d'espaces, à raison du nombre excessif de 168 essais. Les Tableaux 3.2 et 3.3 résument les résultats obtenus pour ces essais préliminaires.

Tableau 3.2 Résultats des essais préliminaires de domaine de linéarité du bitume A

Bitume A	Valeurs de contraintes maximales pour rester dans le domaine de linéarité (en Pa)					
Température de l'essai	25°C			35°C		
Fréquence de l'essai	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz
Original	5000	10000	10000	1500	5500	8500
RTFO 85 minutes	10000	10000	10000	7500	10000	10000
RTFO 150 minutes	10000	10000	10000	10000	10000	10000
RTFO 300 minutes	10000	10000	10000	10000	10000	10000
PAV 20 Heures	10000	10000	10000	10000	10000	10000
PAV 30 Heures	10000	10000	10000	10000	10000	10000
PAV 40 Heures	10000	10000	10000	10000	10000	10000
Bitume A	Valeurs de contraintes maximales pour rester dans le domaine de linéarité (en Pa)					
Températures de l'essai	45°C			60°C		
Fréquence de l'essai	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz
Original	300	1900	5000	100	300	500
RTFO 85 minutes	600	5000	5000	200	500	500
RTFO 150 minutes	2000	5000	5000	500	500	500
RTFO 300 minutes	5000	5000	5000	500	500	500
PAV 20 Heures	5000	5000	5000	500	500	500
PAV 30 Heures	5000	5000	5000	500	500	500
PAV 40 Heures	5000	5000	5000	500	500	500

Tableau 3.3 Résultats des essais préliminaires de domaine de linéarité du bitume B

Bitume B	Valeurs de contraintes maximales pour rester dans le domaine de linéarité (en Pa)					
Température de l'essai	25°C			35°C		
Fréquence de l'essai	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz
Original	5000	10000	10000	1800	10000	10000
RTFO 85 minutes	10000	10000	10000	7500	10000	10000
RTFO 150 minutes	10000	10000	10000	10000	10000	10000
RTFO 300 minutes	10000	10000	10000	10000	10000	10000
PAV 20 Heures	10000	10000	10000	10000	10000	10000
PAV 30 Heures	10000	10000	10000	10000	10000	10000
PAV 40 Heures	10000	10000	10000	10000	10000	10000
Bitume B	Valeurs de contraintes maximales pour rester dans le domaine de linéarité (en Pa)					
Température de l'essai	45°C			60°C		
Fréquence de l'essai	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz	0,1 Hz	1,59 Hz	10 Hz
Original	300	5000	5000	100	200	500
RTFO 85 minutes	1000	5000	5000	200	300	500
RTFO 150 minutes	2000	5000	5000	300	500	500
RTFO 300 minutes	5000	5000	5000	500	500	500
PAV 20 Heures	5000	5000	5000	500	500	500
PAV 30 Heures	5000	5000	5000	500	500	500
PAV 40 Heures	5000	5000	5000	500	500	500

Plusieurs remarques ont été soulevées pendant cette phase d'essais préliminaires :

- Pour un même bitume testé suivant un même état de vieillissement donné, et une même fréquence, la valeur de la contrainte maximale décroît dès lors que la température augmente.
- Pour un même bitume testé suivant un même état de vieillissement donné et une même température, la valeur de la contrainte maximale à basse fréquence est toujours inférieure à celle à haute fréquence. En d'autres termes, pour savoir la contrainte maximale à appliquer sur un bitume, il faut déterminer celle-ci en basse fréquence.
- A basse température (25°C), l'utilisation de contraintes trop faibles génère un phénomène de bruit : les résultats obtenus en termes de module complexe varient de façon importante. Une augmentation de la contrainte élimine cette variation de résultats, comme il est possible de la voir sur la Figure 3.4.

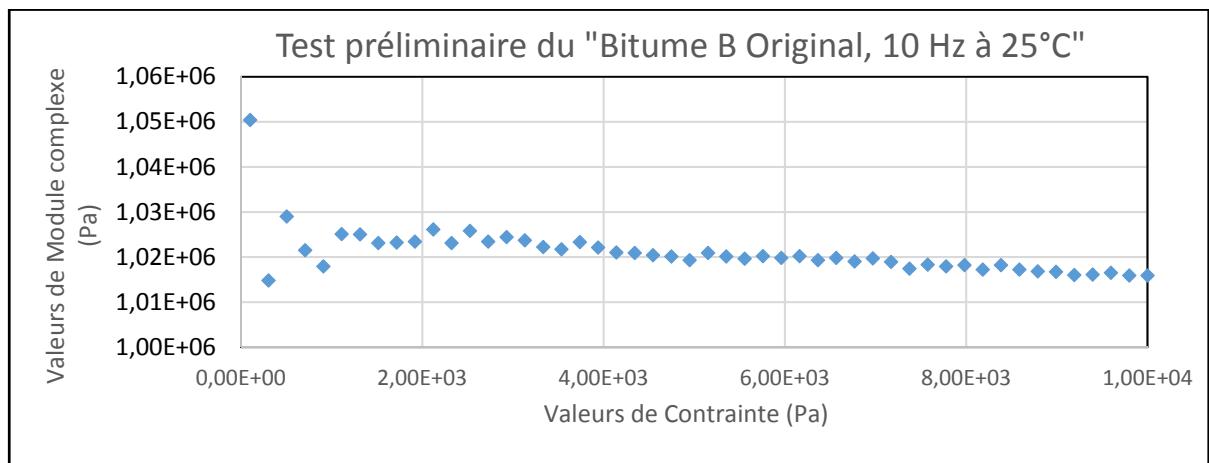


Figure 3.4 Effet de bruit à basses contraintes sur la valeur de la norme de G^* à basse température vu par l'essai préliminaire du Bitume B Original pour 10 Hz à 25°C

- Le phénomène de bruit est plus important dans le domaine des hautes fréquences que dans le domaine des basses fréquences, comme il est possible de le constater en comparant les données des figures 3.4 et 3.5. Ces résultats, obtenus pour le même bitume sous des contraintes et une température identiques mais pour des fréquences différentes, montrent une variation plus importante du module à basse fréquence. Les valeurs de module se stabilisent à hautes contraintes dans les deux cas.

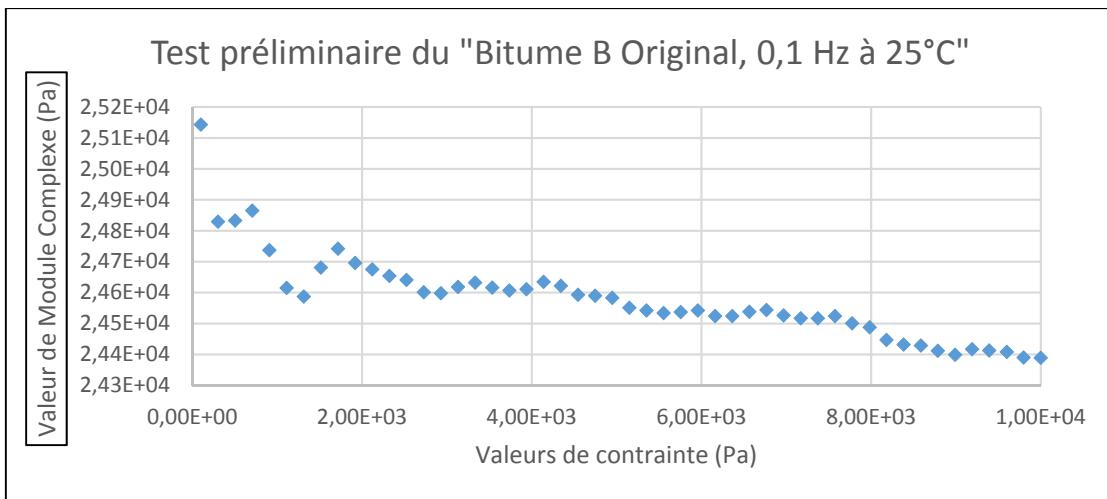


Figure 3.5 Effet de bruit à basses contraintes, température et fréquences

- Pour les températures avoisinant la température haute du grade de performance (60°C), le module complexe varie excessivement avec l'augmentation de la contrainte, comme il est possible de le constater graphiquement sur la figure 3.6.

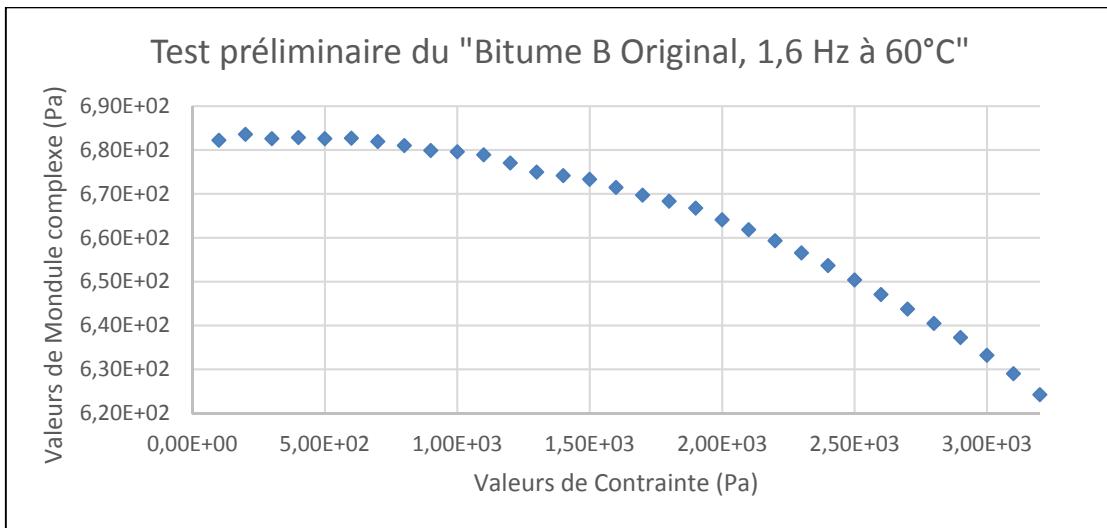


Figure 3.6 Module complexe en fonction de la contrainte à hautes températures

- Hormis le phénomène de bruit en basses contraintes, les valeurs des différents modules et de l'angle de phase sont homogènes au sein du domaine de contrainte linéaire.

Les résultats des essais préliminaires indiquent ainsi un intervalle de valeurs de contrainte à utiliser, plutôt qu'une valeur optimale de contrainte à employer. Lorsque des contraintes trop faibles sont utilisées (100 Pa de contrainte minimale) le phénomène de bruit empêche l'obtention de résultats fiables. La variation des valeurs du module causée par ce phénomène augmente quand la température diminue et quand la fréquence augmente. Il peut être ainsi conclu que le phénomène de bruit augmente quand le module complexe augmente. Lorsque la valeur du module complexe est élevée et que la contrainte est faible, la valeur de la déformation est très petite. Il a été émis comme hypothèse que le bruit serait dû à la précision du DSR en ce qui concerne la détection des faibles déformations. La décision de ne pas pratiquer d'essais avec des contraintes inférieures à 1000 Pa a été prise afin d'endiguer cette effet de bruit. En ce qui concerne la diminution progressive du module complexe à hautes températures, ceci est imputable au fait que les déformations du bitume sont permanentes, car les essais ne sont plus réalisés dans le domaine de linéarité. Le Tableau 3.4 résume les valeurs maximales de contraintes à ne pas dépasser pour rester dans le domaine de linéarité.

Tableau 3.4 Contrainte maximale déterminée par les essais préliminaires

Bitume A	Valeur de contrainte pour linéarité (en Pa)			
Température	25°C	35°C	45°C	60°C
Original	5000	1500	300	100
RTFO 85 minutes	10000	7500	600	100
RTFO 150 minutes	10000	10000	2000	500
RTFO 300 minutes	10000	10000	5000	500
PAV 20 Heures	10000	10000	5000	500
PAV 30 Heures	10000	10000	5000	500
PAV 40 Heures	10000	10000	5000	500
Bitume B	Valeur de contrainte pour linéarité (en Pa)			
Température	25°C			
Original	5000	35°C	45°C	60°C
RTFO 85 minutes	10000	1800	300	100
RTFO 150 minutes	10000	7500	1000	100
RTFO 300 minutes	10000	10000	2000	300
PAV 20 Heures	10000	10000	5000	500
PAV 30 Heures	10000	10000	5000	500
PAV 40 Heures	10000	10000	5000	500

3.1.5 Présentation et discussion des résultats des essais de module complexe

Les contraintes maximales étant déterminées à l'aide des essais préliminaires, il a été possible de déterminer le module complexe et l'angle de phase des différents états de bitume et ceux dans de multiples conditions de températures et de fréquences de sollicitation.

3.1.5.1 Obtentions des isothermes de module complexe en cisaillement et angle de phase

Les essais de module complexe réalisés sur le DSR sont constitués de trois balayages en fréquences, à température et contrainte fixes. Pour cette raison, les données sources issues du logiciel de traitement du DSR se présentent sous la forme de trois tableaux de nature identique. L'un de ces tableaux est représenté par le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 Résultats d'un balayage de l'essai DSR « Bitume A Original » à 25°C et 2500 Pa

Time '(s)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Strain '()
6,1	1,43E+01	56,9	7,88E+05	4,31E+05	6,60E+05	8,78E+03	3,18E-03
12,9	1,20E+01	57,3	7,12E+05	3,84E+05	5,99E+05	9,44E+03	3,52E-03
19,6	1,00E+01	58,0	6,39E+05	3,39E+05	5,41E+05	1,02E+04	3,92E-03
26,4	8,57E+00	58,4	5,83E+05	3,05E+05	4,96E+05	1,08E+04	4,29E-03
33,3	7,14E+00	59,1	5,20E+05	2,67E+05	4,46E+05	1,16E+04	4,82E-03
40	5,88E+00	59,7	4,59E+05	2,32E+05	3,97E+05	1,24E+04	5,45E-03
46,8	5,00E+00	60,1	4,12E+05	2,05E+05	3,57E+05	1,31E+04	6,07E-03
53,6	4,17E+00	60,7	3,65E+05	1,79E+05	3,18E+05	1,39E+04	6,85E-03
60,6	3,49E+00	61,3	3,24E+05	1,56E+05	2,84E+05	1,48E+04	7,72E-03
67,4	2,91E+00	61,7	2,87E+05	1,36E+05	2,52E+05	1,57E+04	8,72E-03
74,3	2,44E+00	62,3	2,53E+05	1,18E+05	2,24E+05	1,65E+04	9,87E-03
81,4	2,04E+00	62,7	2,24E+05	1,03E+05	1,99E+05	1,75E+04	1,12E-02
88,4	1,70E+00	63,2	1,98E+05	8,91E+04	1,76E+05	1,85E+04	1,27E-02
95,5	1,43E+00	63,7	1,74E+05	7,72E+04	1,56E+05	1,94E+04	1,43E-02
102,8	1,20E+00	64,2	1,54E+05	6,69E+04	1,38E+05	2,04E+04	1,63E-02
109,6	1,00E+00	64,6	1,35E+05	5,79E+04	1,22E+05	2,15E+04	1,85E-02
116,5	8,38E-01	65,0	1,19E+05	5,03E+04	1,08E+05	2,26E+04	2,10E-02
123,3	5,88E-01	65,9	9,20E+04	3,76E+04	8,40E+04	2,49E+04	2,72E-02
130,9	4,13E-01	66,7	7,09E+04	2,80E+04	6,51E+04	2,73E+04	3,53E-02
139,5	2,90E-01	67,6	5,43E+04	2,07E+04	5,02E+04	2,99E+04	4,60E-02
149,6	2,03E-01	68,6	4,17E+04	1,52E+04	3,88E+04	3,27E+04	6,00E-02
161,8	1,43E-01	69,6	3,18E+04	1,11E+04	2,98E+04	3,55E+04	7,85E-02
177	1,00E-01	70,6	2,42E+04	8,04E+03	2,28E+04	3,84E+04	1,03E-01
194,1	8,38E-02	71,1	2,10E+04	6,81E+03	1,99E+04	3,99E+04	1,19E-01
219,6	4,92E-02	72,8	1,38E+04	4,08E+03	1,32E+04	4,45E+04	1,81E-01
259,4	2,89E-02	74,7	8,94E+03	2,36E+03	8,63E+03	4,92E+04	2,80E-01
323,5	1,70E-02	76,9	5,69E+03	1,29E+03	5,54E+03	5,33E+04	4,39E-01
428,9	1,00E-02	79,1	3,59E+03	6,78E+02	3,53E+03	5,72E+04	6,96E-01

Dans l'optique d'avoir les valeurs de module complexe qui ne varient pas au sein d'un même essai (sans déformation permanente ni perte permanente de module), une étude préliminaire sur les contraintes a été réalisée, comme présentée dans la partie précédente. Ceci signifie que pour les valeurs de contraintes choisies, les valeurs obtenues lors des trois balayages sont supposées être similaires. Les représentations graphiques de différents modules et angle de phase de ces trois balayages doivent donc se superposer. Les valeurs des différents modules et angle de phase étant les mêmes, les isothermes ont été tracées à l'aide des moyennes des trois balayages, et non à l'aide des données brutes.

Différents essais, pour un même bitume et une même température, ont été conduits selon différentes valeurs de contrainte, afin d'éviter toute possibilité d'être hors du domaine de linéarité. Les résultats des essais aux contraintes les plus élevées ont été utilisés pour le tracé des isothermes, dès lors qu'aucune variation de résultats entre les balayages n'a été observée. Ces valeurs de contraintes sont résumées par le Tableau 3.6.

Tableau 3.6 Contraintes des essais DSR pour chaque température et chaque bitume

Bitume A		25°C	35°C	45°C	60°C
Température					
Original		2500	2500	300	100
RTFO 85 minutes		5000	1500	1000	200
RTFO 150 minutes		5000	5000	1000	200
RTFO 300 minutes		5000	7500	5000	300
PAV 20 Heures		10000	5000	2500	200
PAV 30 Heures		5000	2500	1000	500
PAV 40 Heures		10000	10000	2500	100
Bitume B		25°C	35°C	45°C	60°C
Température					
Original		2500	2500	150	100 (64°C)
RTFO 85 minutes		5000	1500	1000	200
RTFO 150 minutes		5000	5000	1500	300
RTFO 300 minutes		10000	5000	2500	300
PAV 20 Heures		5000	5000	2500	300
PAV 30 Heures		30505	5000	1500	100
PAV 40 Heures		10000	10000	1500	200

Par soucis d'espace, ce rapport ne contient pas les données sources de chaque essai réalisé. Seuls les valeurs moyennes des différents modules et angle de phase déterminées par 3 balayages, pour les contraintes détaillées dans le tableau 3.6, sont présents dans l'annexe I.

Les résultats issus du logiciel de traitement à observer lors de cette étude sont :

- l'angle de phase du bitume δ ,
- le module complexe en cisaillement du bitume G^* ,
- les deux composantes élastique G' et visqueuse G'' du module complexe.

Il est alors obtenu pour chaque bitume et chaque état de vieillissement quatre représentations graphiques, avec pour chaque graphique quatre isothermes représentant les données rhéologiques d'un bitume pour une température donnée. Les Figures 3.7 à 3.10 représentent les différentes isothermes obtenues pour le « Bitume A Original ». Encore une fois, par soucis d'espace, seul ce bitume est présenté au sein de ce rapport, mais l'intégralité des superpositions d'isothermes sont consultables dans l'annexe II.

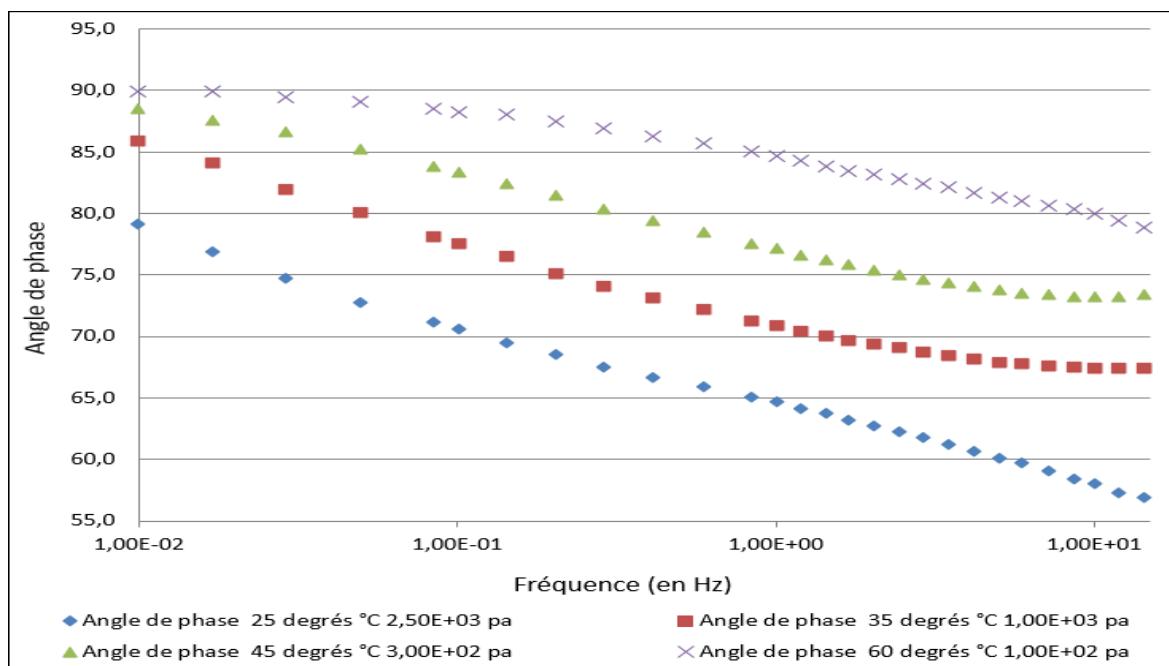
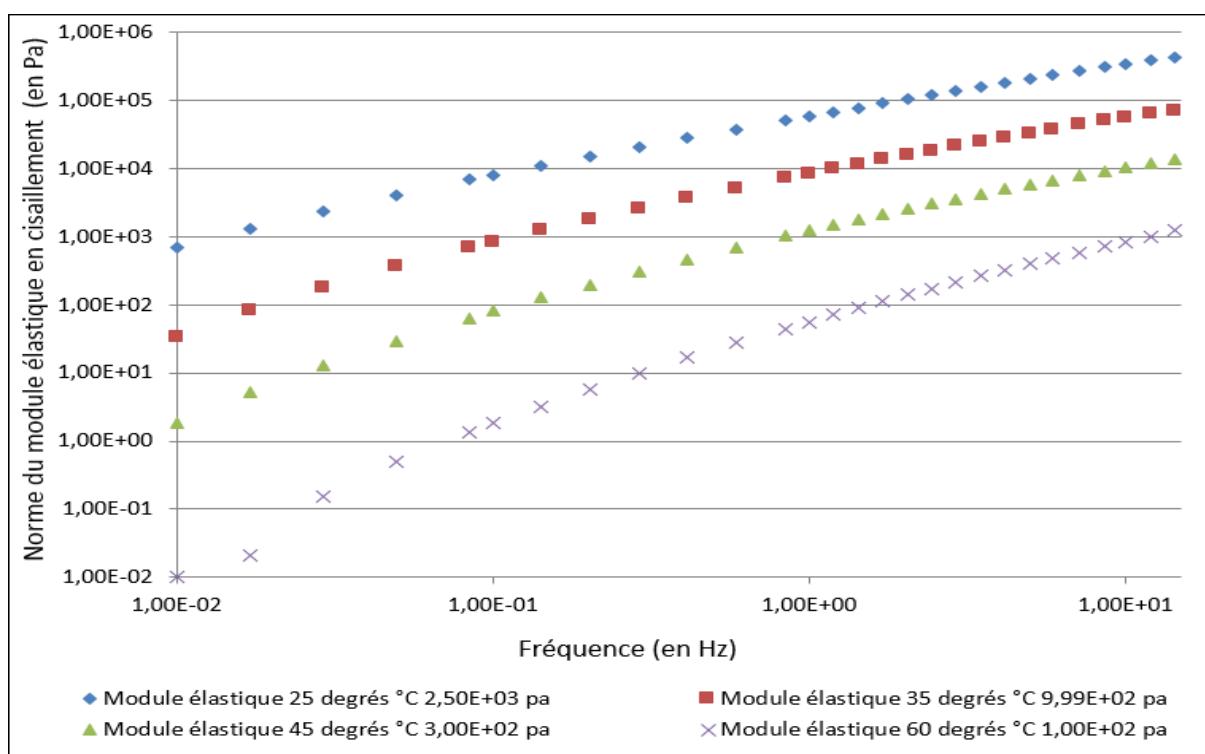
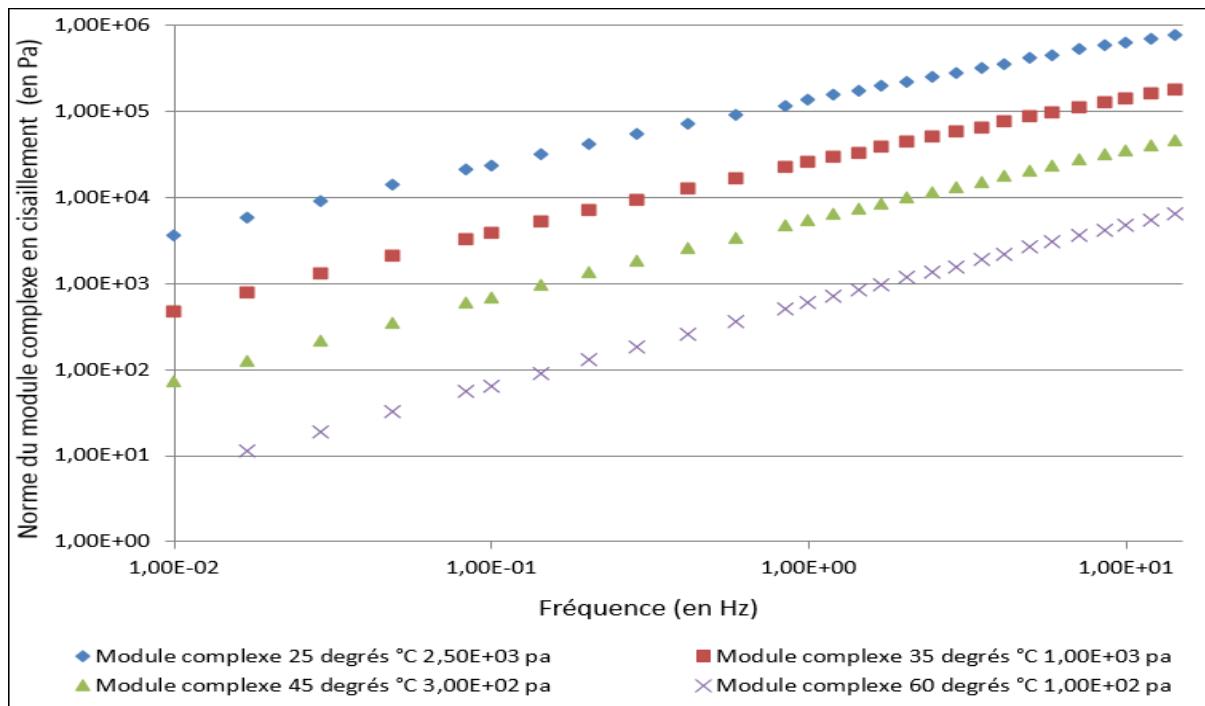


Figure 3.7 Superposition des isothermes de l'angle de phase du « Bitume A Original »



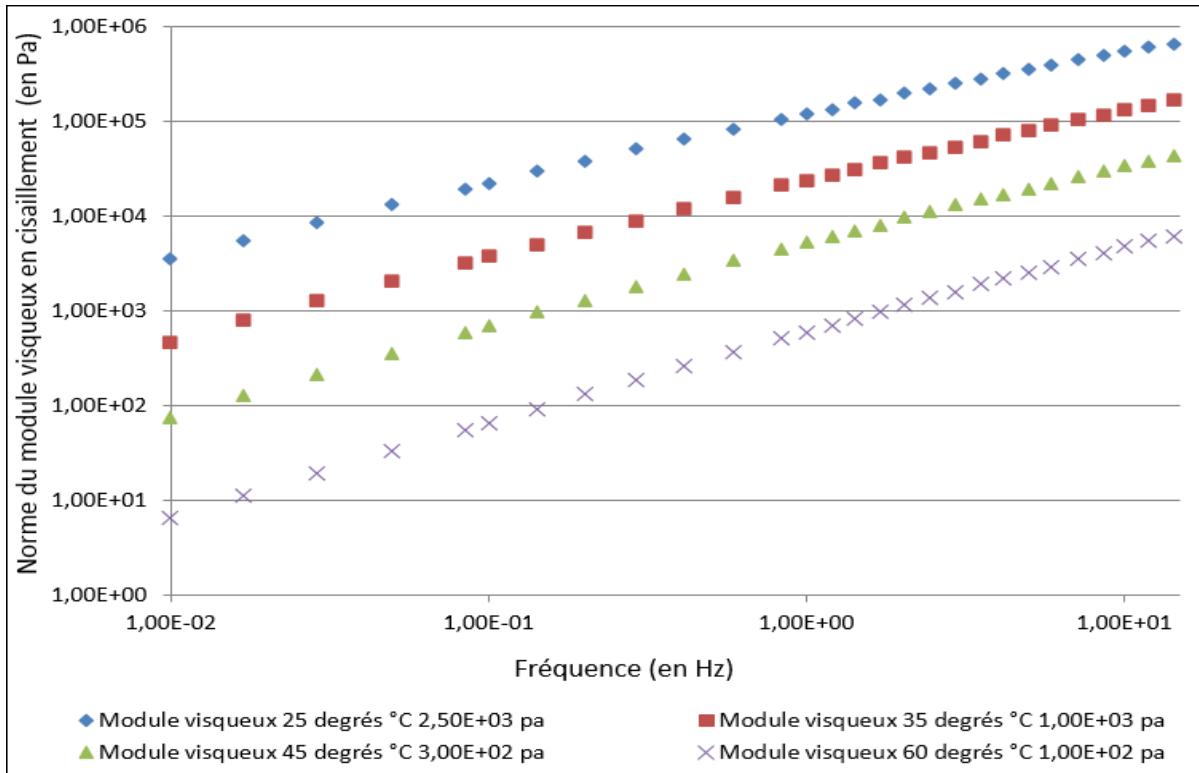


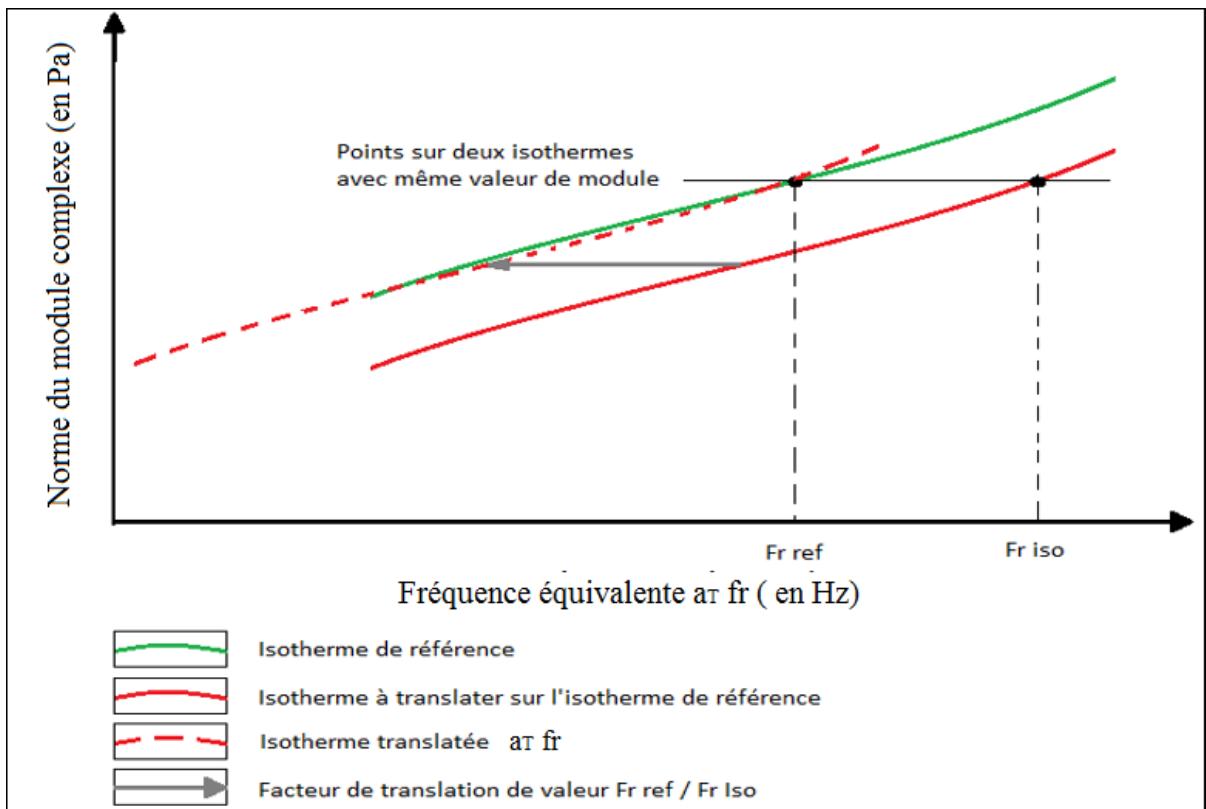
Figure 3.10 Superposition des isothermes de module visqueux du « Bitume A Original »

Comme énoncé au premier chapitre, le bitume est un matériau viscoélastique. Les résultats de ces essais indiquent que le module complexe augmente avec la fréquence de la sollicitation, et diminuent avec l'augmentation de température. L'angle de phase lui diminue avec l'augmentation de fréquence et augmente en même temps que la température. Ce comportement est observé pour chacun des bitumes traités, comme il est possible de le voir à l'annexe II.

3.1.6 Traitement des résultats : obtention de courbes maîtresses

Une fois les courbes isothermes tracées, l'obtention des courbes maîtresses se fait par translations en fréquence des isothermes sur une isotherme de référence. Lors de ce projet, la température de 25°C a été choisie comme référence. Le protocole de translation consiste à choisir un point sur chaque isotherme (celle de référence et celle à translater) possédant les modules le plus proches possible, de noter les abscisses (valeurs de fréquences) de ces deux

points, d'en déduire le coefficient de translation, puis de venir translater l'isotherme selon l'axe des fréquences, comme représenté schématiquement par la figure 3.11. Les nouvelles fréquences associées aux isothermes translatées sont alors appelées « fréquences réduites ».



Les valeurs des coefficients de translation des différentes isothermes sont les mêmes pour le module complexe, ses composantes ainsi que pour l'angle de phase. Le tableau 3.7 récapitule les coefficients de translation de chaque isotherme de chaque bitume.

Tableau 3.7 Récapitulatif des coefficients de translations ($T_{ref} = 25^\circ\text{C}$)

Bitume A	Coefficient de translation a_T			
Température	25°C	35°C	45°C	60°C
Original	1	1,17E-01	1,68E-02	1,40E-03
RTFO 85 minutes	1	8,37E-02	1,20E-02	8,20E-04
RTFO 150 minutes	1	6,98E-02	8,31E-03	4,88E-04
RTFO 300 minutes	1	8,38E-02	6,96E-03	2,86E-04
PAV 20 heures	1	6,86E-02	5,70E-03	3,99E-04
PAV 30 heures	1	5,87E-02	5,73E-03	1,66E-04
PAV 40 heures	1	7,00E-02	5,86E-03	2,42E-04
Bitume B	Coefficient de translation a_T			
Température	25°C	35°C	45°C	60°C
Original	1	1,69E-01	5,90E-02	1,42E-03
RTFO 85 minutes	1	1,00E-01	1,43E-02	1,00E-03
RTFO 150 minutes	1	1,19E-01	2,37E-02	1,16E-03
RTFO 300 minutes	1	N.A.	9,85E-03	5,78E-04
PAV 20 heures	1	9,96E-02	9,96E-03	6,95E-04
PAV 30 heures	1	1,00E-01	1,00E-02	4,87E-04
PAV 40 heures	1	9,78E-02	9,74E-03	5,67E-04

Toujours par soucis d'espace, l'ensemble des courbes maîtresses ne seront pas représentées une par une dans ce rapport, et ne seront pas disposées en annexe, pour la raison que les données sources, les représentations graphiques des isothermes ainsi que les coefficients de translations ont déjà été présentés.

De ce fait, uniquement les résultats du « Bitume A Original » seront représentés seuls dans ce rapport, par les Figures 3.12 et 3.13. Par la suite, l'ensemble des courbes maîtresses des différents états de vieillissement du bitume seront représentées sur le même graphique pour chacun des deux bitumes, dans l'optique d'une comparaison plutôt qu'une simple exposition de résultats.

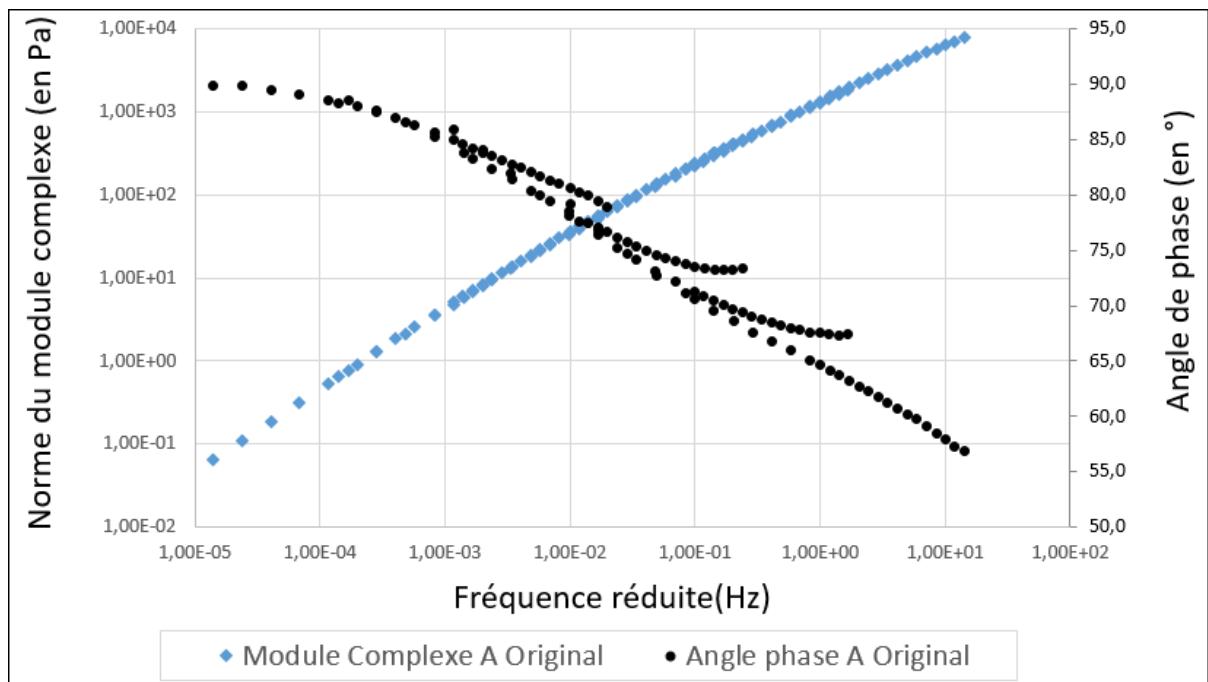


Figure 3.12 Module complexe et angle de phase du « Bitume A Original » à $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$

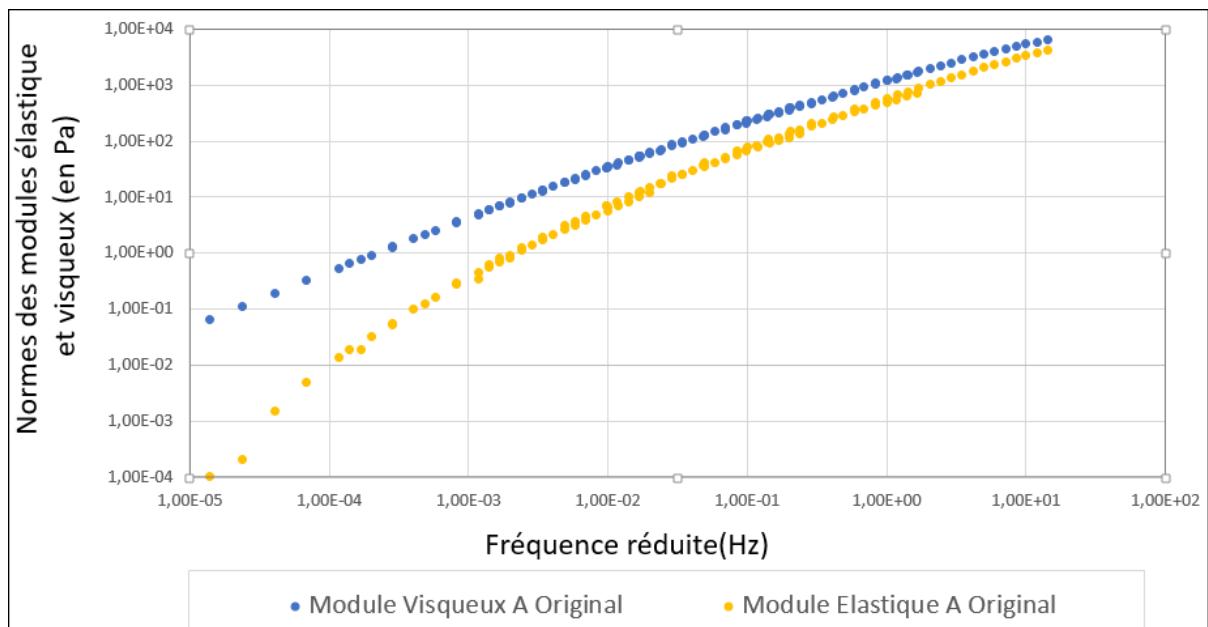


Figure 3.13 Module élastique et module visqueux du « Bitume A Original » à $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$

3.1.7 Analyses des résultats

Les essais DSR ont pour but de caractériser l'évolution du module complexe en cisaillement des bitumes exposés à divers protocoles de vieillissements. Ceci permet en d'autres termes d'appréhender l'affinité de chaque bitume au vieillissement par oxydation, et de voir si les bitumes évoluent différemment en fonction de leur nature chimique. Il est alors intéressant d'étudier en premier lieu l'évolution du module d'un seul bitume dans le but d'observer les conséquences générales sur le comportement rhéologique, dues au vieillissement par oxydation. Puis, de comparer les bitumes entre eux par état de vieillissement, pour statuer sur l'impact de la nature du brut sur le phénomène de vieillissement par oxydation.

3.1.7.1 Étude comparative des courbes maîtresses d'un même bitume

La superposition graphique des courbes maîtresses permet d'observer l'impact du vieillissement sur les caractéristiques rhéologiques du bitume. Ceci permet de comparer le module complexe en cisaillement et l'angle de phase du bitume dans un large spectre de fréquences et températures. Les Figures 3.16 à 3.19 représentent les courbes maîtresses du bitume « A » dans ses sept états de vieillissement. Les mêmes représentations graphiques pour le bitume « B » sont disponibles dans l'annexe III.

Les résultats obtenus montrent tout d'abord qu'avec le vieillissement, le module complexe G^* , le module élastique G' ainsi que le module visqueux G'' augmentent, et que l'angle de phase δ diminue. Cette diminution d'angle de phase induit une augmentation progressive du comportement « solide élastique » d'un bitume et donc un durcissement de celui-ci.

Ensuite, les résultats montrent que la magnitude des changements de modules et d'angle de phase est dépendante des conditions de vieillissement. En d'autres termes, l'amplitude des variations des modules et de l'angle de phase n'est pas la même en fonction de la fréquence et de la température d'essai. Il est en effet visible sur les Figures 3.14 à 3.17 que le module complexe ainsi que ses composantes ont une tendance à varier de façon plus importante dans les domaines des basses fréquences réduites que dans le domaine des hautes fréquences. En ce

qui concerne les angles de phase, il est difficile de statuer sur la tendance des variations en se basant uniquement sur l'analyse graphique des résultats.

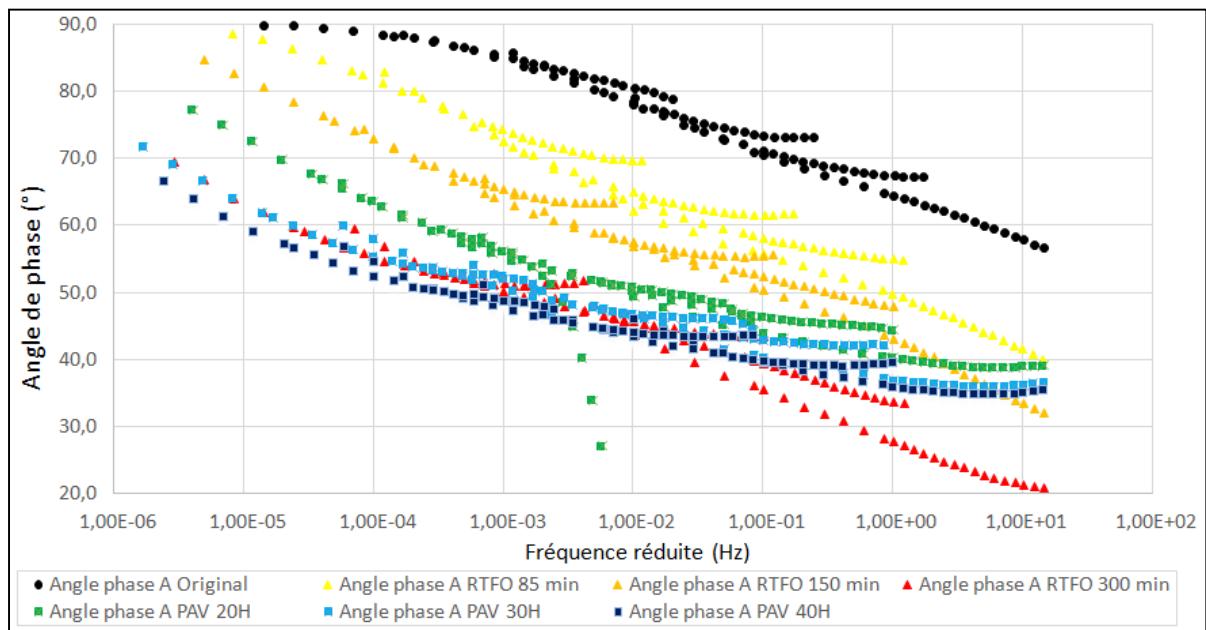


Figure 3.14 Comparatif des angles de phase des différents états du bitume A à $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$

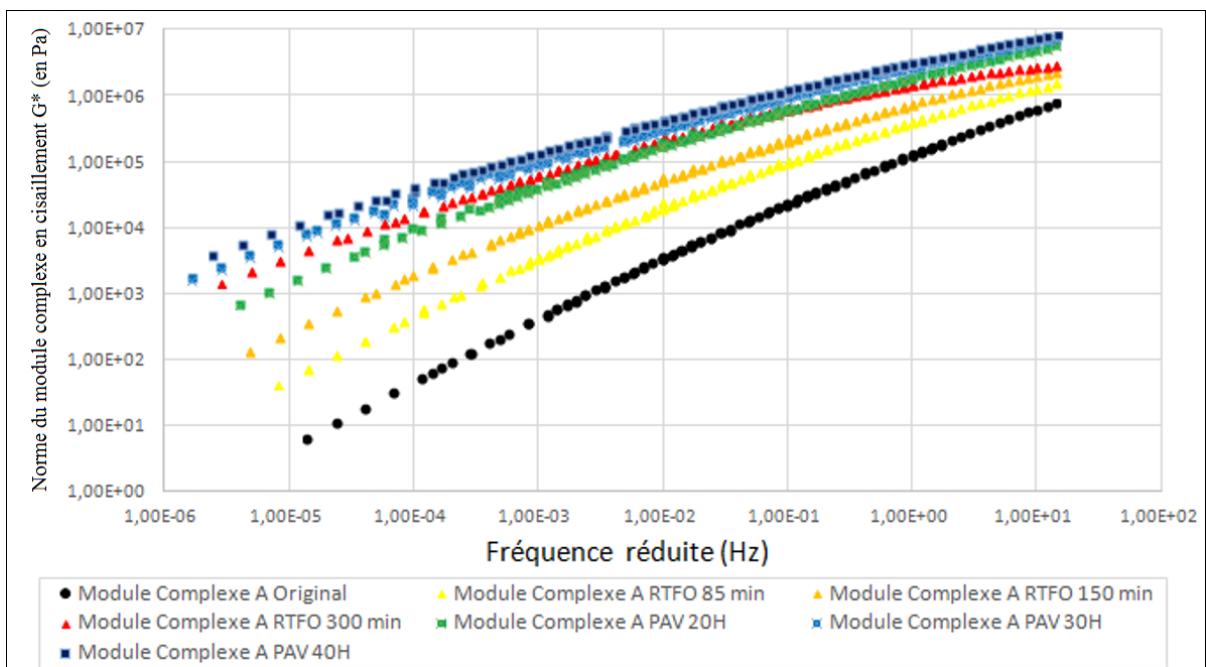


Figure 3.15 Comparatif des modules complexes des différents états du bitume A à $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$

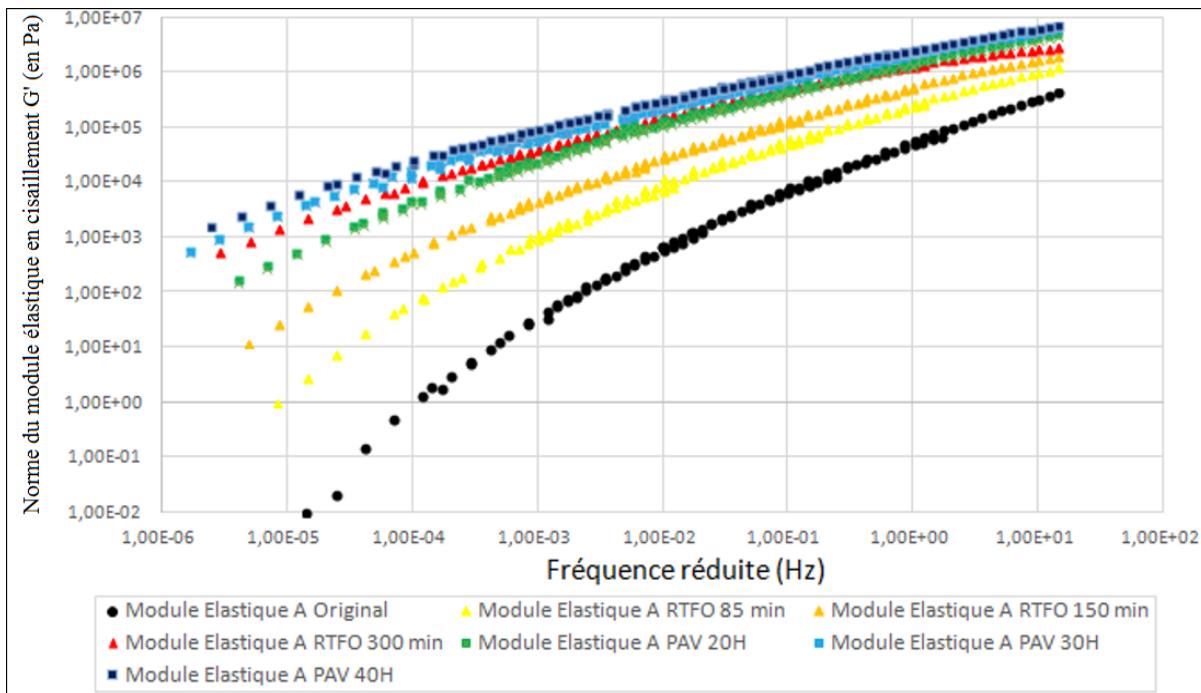


Figure 3.16 Comparatif des modules élastiques des différents états du bitume A à $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$

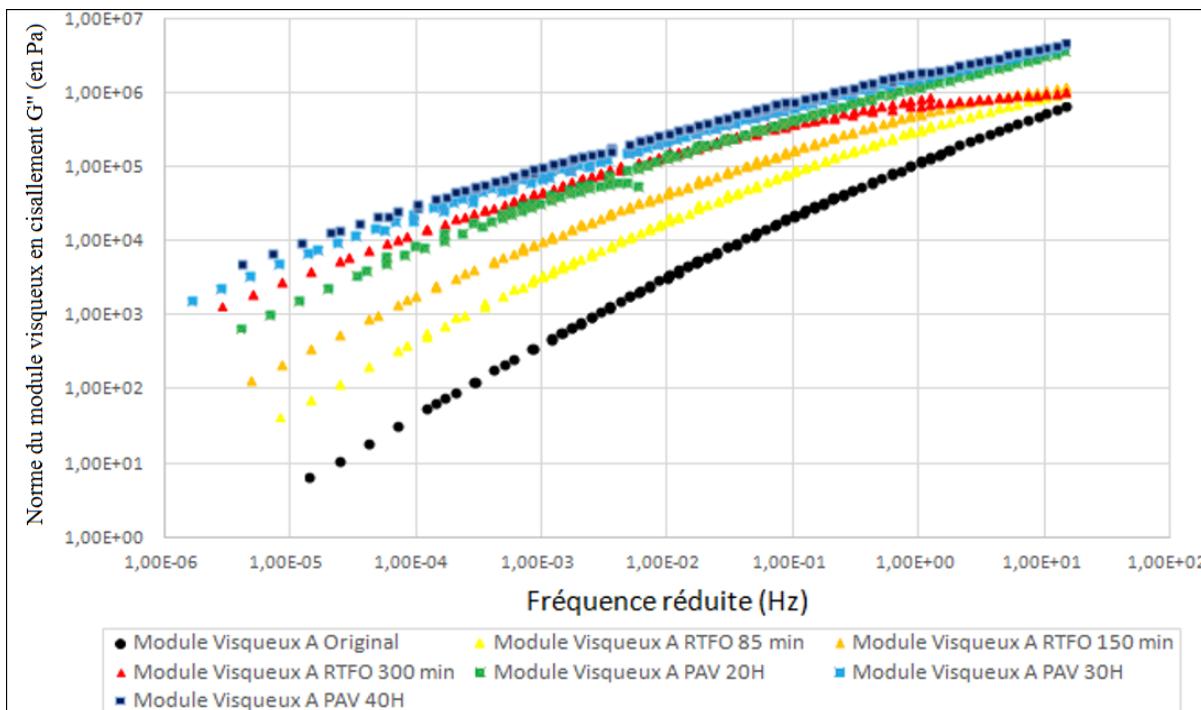


Figure 3.17 Comparatif des modules visqueux des différents états du bitume A à $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$

L'écart de valeur entre l'angle de phase du bitume d'origine et ceux des bitumes vieillis a été choisi comme indicateur de l'impact du vieillissement sur le bitume. Également, les facteurs de variation entre les différents modules du bitume original et ceux des bitumes vieillis ont également été utilisés, et ont été définis par l'équation 3.1 suivante :

$$\text{Facteur de variation} = \frac{G_{\text{vieilli}} - G_{\text{ori}}}{G_{\text{ori}}} \quad (3.1)$$

Où:

G_{vieilli} = Valeur d'un des modules du bitume vieilli par oxydation,
 G_{ori} = Valeur d'un des modules du bitume Original.

Les Tableaux 3.8 et 3.9 résument les écarts d'angle de phase et les facteurs de variation des différents modules, aux fréquences 0,00001Hz, 0,01Hz et 10Hz pour le bitume « A ».

Tableau 3.8 Facteurs de variation du module complexe et écart d'angle de phase du bitume A sous différents états de vieillissement à différentes fréquences réduites à $T_{\text{ref}} = 25^{\circ}\text{C}$

Bitume A							
Fréquence réduite (en Hz)	Angle de phase						
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Ecart de valeur par rapport à l'original (en °)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Ecart de valeur par rapport à l'original (en °)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Ecart de valeur par rapport à l'original (en °)
Original	1,40E-05	89,93	0	79,13	0	57,97	0
RTFO 85 minutes	1,40E-05	87,80	2,13	62,13	17,00	41,63	16,33
RTFO 150 minutes	1,41E-05	80,73	9,20	56,93	22,20	33,63	24,33
RTFO 300 minutes	1,41E-05	62,13	27,80	43,90	35,23	21,50	36,47
PAV 20 Heures	1,15E-05	72,63	17,30	49,47	29,67	39,10	18,87
PAV 30 Heures	1,39E-05	62,07	27,87	46,17	32,97	36,40	21,57
PAV 40 Heures	1,19E-05	59,17	30,77	46,10	33,03	35,17	22,80
Bitume A							
Fréquence réduite (en Hz)	Module complexe						
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original
Original	1,40E-05	6,47E+00	0	3,59E+03	0	6,39E+05	0
RTFO 85 minutes	1,40E-05	7,12E+01	1,00E+01	2,43E+04	5,76E+00	1,33E+06	1,09E+00
RTFO 150 minutes	1,41E-05	3,54E+02	5,37E+01	5,72E+04	1,49E+01	1,99E+06	2,12E+00
RTFO 300 minutes	1,41E-05	4,60E+03	7,10E+02	2,46E+05	6,74E+01	2,71E+06	3,24E+00
PAV 20 Heures	1,15E-05	1,65E+03	2,54E+02	1,94E+05	5,31E+01	4,96E+06	6,76E+00
PAV 30 Heures	1,39E-05	7,77E+03	1,20E+03	3,26E+05	8,97E+01	6,27E+06	8,81E+00
PAV 40 Heures	1,19E-05	1,11E+04	1,72E+03	4,05E+05	1,12E+02	7,31E+06	1,04E+01

Tableau 3.9 Facteurs de variation des modules élastique et visqueux du bitume A sous différents états de vieillissement à différentes fréquences réduites

Bitume A		Module élastique						
Fréquence réduite (en Hz)		1,00E-05		1,00E-02		1,00E+01		
		Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original
Original	1,40E-05	1,01E-02	0	6,78E+02	0	3,39E+05	0	
RTFO 85 minutes	1,40E-05	2,74E+00	2,70E+02	1,14E+04	1,58E+01	9,98E+05	1,94E+00	
RTFO 150 minutes	1,41E-05	5,71E+01	5,63E+03	3,12E+04	4,50E+01	1,66E+06	3,89E+00	
RTFO 300 minutes	1,41E-05	2,15E+03	2,12E+05	1,77E+05	2,60E+02	2,52E+06	6,43E+00	
PAV 20 Heures	1,15E-05	4,94E+02	4,87E+04	1,26E+05	1,85E+02	3,85E+06	1,03E+01	
PAV 30 Heures	1,39E-05	3,64E+03	3,58E+05	2,26E+05	3,32E+02	5,05E+06	1,39E+01	
PAV 40 Heures	1,19E-05	5,73E+03	5,65E+05	2,81E+05	4,13E+02	5,97E+06	1,66E+01	
Bitume A		Module visqueux						
Fréquence réduite (en Hz)		1,00E-05		1,00E-02		1,00E+01		
		Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original
Original	1,40E-05	6,47E+00	0	3,53E+03	0	5,41E+05	0	
RTFO 85 minutes	1,40E-05	7,11E+01	9,99E+00	2,15E+04	5,09E+00	8,86E+05	6,38E-01	
RTFO 150 minutes	1,41E-05	3,49E+02	5,30E+01	4,80E+04	1,26E+01	1,10E+06	1,04E+00	
RTFO 300 minutes	1,41E-05	4,07E+03	6,27E+02	1,70E+05	4,73E+01	9,92E+05	8,34E-01	
PAV 20 Heures	1,15E-05	1,58E+03	2,43E+02	1,48E+05	4,08E+01	3,12E+06	4,77E+00	
PAV 30 Heures	1,39E-05	6,87E+03	1,06E+03	2,35E+05	6,56E+01	3,72E+06	5,87E+00	
PAV 40 Heures	1,19E-05	9,56E+03	1,48E+03	2,92E+05	8,17E+01	4,21E+06	6,78E+00	

Plusieurs remarques peuvent être tirées de ces résultats. Tout d'abord, l'analyse numérique des facteurs de variation pour les fréquences 0,00001 Hz, 0,01 Hz et 10 Hz corrobore l'observation graphique faite sur la magnitude d'évolution des différents modules : plus la fréquence réduite est basse, plus le module varie de façon importante une fois le bitume vieilli. Cela se remarque sur l'ensemble des bitumes, si l'on compare les facteurs de variation d'un même bitume pour les trois fréquences. Aussi, le vieillissement par oxydation aurait un effet moindre sur le module complexe à basse température. Cette remarque s'applique au bitume « A » comme au bitume « B ».

Concernant l'angle de phase, il est difficile de faire un constat aussi général. Cependant, il a été remarqué que l'angle de phase varie le plus pour la fréquence 0,01 Hz, exception faite pour les bitumes RTFO 150 et 300 min, où l'angle de phase varie le plus pour une fréquence de 10 Hz. Il est observé une diminution progressive de l'angle de phase au plus le bitume est exposé longtemps à un même protocole de vieillissement. Comme l'angle de phase est une mesure

réflétant le ratio entre le module élastique et le module visqueux (car $\tan \delta = G'' / G'$), la diminution d'angle implique que le vieillissement par oxydation génère une augmentation plus importante du module élastique que du module visqueux. Malgré une augmentation importante du module élastique, l'augmentation du module complexe pour la fréquence 0,00001 Hz est principalement imputable à la composante visqueuse qui reste supérieure à la composante élastique ($\delta = 59^\circ$ pour l'état le plus vieilli).

D'après Xioahu Lu et Ulf Isacsson (2001), la composante élastique G' du module complexe est dominante (bitume avec comportement majoritaire d'un solide) si l'angle de phase est égal ou inférieur à 15° , car la composante visqueuse G'' est dans cette situation inférieure à 27% de G' et que $G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} \cong G'$. Réciproquement, la composante visqueuse G'' est dominante (bitume avec comportement majoritaire d'un liquide) si l'angle de phase est égal ou supérieur à 75° . Les bitumes utilisés pour cette étude n'atteignent pas la valeur de d'angle de phase de 15° pour les conditions d'essais employées. Les Tableaux 3.10 et 3.11 montrent les effets du vieillissement sur les fréquences réduites associées aux valeurs d'angle de phase 45° et 75° pour le bitume « A » et « B ». La précision des angles déterminés par le DSR est de $0,9 \times 10^{-6}$ radians (Position resolution), soit $5,4 \times 10^{-5}^\circ$. Ceci rend les valeurs du tableau précises pour le choix de nombres significatifs choisis.

Tableau 3.10 Effet du vieillissement sur les fréquences réduites associées aux angles de phase $\delta = 45^\circ$ et $\delta = 75^\circ$ sur le bitume A

Bitume A	Angle de phase minimum (en °)	Fréquence résuites (en Hz)		Angle de phase maximum (en °)
		$\delta = 45^\circ$	$\delta = 75^\circ$	
Original	56,9	-	2,38E-02	89,9
RTFO 85 minutes	40,1	4,17E+00	5,89E-04	88,6
RTFO 150 minutes	32,3	5,88E-01	6,95E-05	84,9
RTFO 300 minutes	21,2	2,03E-02	-	69,7
PAV 20 Heures	39,3	8,38E-02	6,78E-06	77,4
PAV 30 Heures	36,8	2,42E-02	-	71,9
PAV 40 Heures	35,7	4,91E-03	-	66,7

La fréquence réduite associée à l'angle de phase 45° représente la fréquence limite pour laquelle le module élastique devient supérieur au module visqueux. Plus le temps de vieillissement est long, plus les fréquences associées aux angles de phase 45° et 75° diminuent,

indiquant alors que les bitumes se comportent comme des solides pour des températures de plus en plus élevées et des fréquences de plus en plus faibles.

Tableau 3.11 Effet du vieillissement sur les fréquences réduites associées aux angles de phase $\delta = 45^\circ$ et $\delta = 75^\circ$ sur le bitume B

Bitume B	Angle de phase minimum (en °)	Fréquence résuites (en Hz)		Angle de phase maximum (en °)
		$\delta = 45^\circ$	$\delta = 75^\circ$	
Original	59,4	-	5,88E-01	90,0
RTFO 85 minutes	45,3	-	4,13E-02	89,8
RTFO 150 minutes	38,1	5,88E+00	1,98E-02	89,7
RTFO 300 minutes	49,0	-	2,38E-04	86,9
PAV 20 Heures	51,7	-	9,96E-04	88,8
PAV 30 Heures	47,1	-	2,01E-04	86,9
PAV 40 Heures	49,2	-	2,34E-04	86,3

Pour le bitume « B RTFO 300 minutes », l'angle de phase minimum est supérieur à celui du « RTFO 150 minutes », ce qui est contradictoire avec l'effet attendu du vieillissement. Ceci s'explique par le fait que le bitume « B RTFO 300 minutes » fut testé avec les plaques de 8 mm de diamètre (normalement réservées aux bitumes PAV), et non pas avec les plaques de 25 mm de diamètre, utilisées pour le bitume « B RTFO 150 min » ou encore pour le bitume « A RTFO 300 min ». Ce choix de plaques s'explique par le fait que le bitume « B RTFO 300 minutes » était rendu trop dur pour atteindre l'épaisseur d'échantillon souhaitée pour les plaques de 25 mm de diamètre (à savoir 1,000 mm) pour les températures 25°C et 35°C. Il a été observé que les résultats en haute fréquence et basse température (domaine de fréquence réduite où l'angle de phase est le plus bas) ne sont pas les mêmes lorsque les plaques changent. La représentation graphique du bitume « B RTFO 300 min » montre que les résultats en hautes fréquences réduites ne suivent pas la tendance des vieillissements RTFO.

3.1.7.2 Étude comparative des courbes maîtresses des mêmes états de vieillissement entre les deux bitumes

Les deux bitumes possèdent les mêmes tendances en ce qui concerne l'augmentation de leur différents modules, la diminution progressive de leur angle de phase, et le fait que la composante élastique de leur module complexe augmente plus rapidement que leur

composante visqueuse, donnant ainsi un comportement de « solide » plus prononcé au bitume. Cependant, même si les tendances sont les mêmes, la magnitude de l'impact du vieillissement n'est pas la même. L'analyse des données exposées dans les Figures et les Tableaux de la section 3.1.6.1, ainsi que ceux présents en annexe III, mène à ces remarques :

- Initialement, les deux bitumes possèdent un module complexe différent, surtout en basses et hautes fréquences. Cependant, le bitume « A » possède un comportement plus élastique, car il présente un angle de phase jusqu'à 10° inférieur au bitume « B » pour certaines valeurs de fréquences.
- L'augmentation de la norme du module complexe est plus importante pour le bitume « A », pour toutes les fréquences réduites et tous les états de vieillissements, que pour le bitume « B ».
- Le bitume « A » possède un angle de phase minimum inférieur à 45° dès lors qu'il subit un protocole de vieillissement. Ceci signifie que pour certaines fréquences réduites, le bitume est plus élastique que visqueux dès lors que le bitume est vieilli. Le bitume « B » en revanche, ne possède un angle de phase inférieur à 45°C que pour le vieillissement « RTFO 150 minutes ». Comme discuté dans la section 3.1.6.1, il peut être posé comme hypothèse qu'avec un diamètre de plaques de 25 mm, les résultats d'angles de phase du bitume « RTFO 300 minutes » serait inférieur à 38,1°.
- Il peut également être remarqué que l'angle de phase du bitume « B RTFO 85 minutes » est inférieur à celui du « PAV 20 heures ». Ceci est surprenant car le vieillissement « PAV 20 heures » inclus comme préalable le vieillissement « RTFO 85 minutes ». Le Tableau 3.9 pour le bitume « A », et son équivalent pour le bitume « B » situé en annexe III, montrent que les valeurs de chaque module augmentent lors du vieillissement PAV. Il peut être émis comme hypothèse que, pour le bitume « B », le vieillissement « PAV 20 heures » augmenterai plus rapidement la valeur du module visqueux que celle du module élastique, contrairement au bitume « A ».

3.2 Essais de détermination du module de rigidité et taux de fluage à basses températures (BBR)

Les essais DSR précédemment présentés dans la section 3.1 caractérisent le comportement rhéologique du bitume à des températures moyennes et hautes du grade de performance. Ainsi, les résultats obtenus sont utiles pour appréhender les déformations qui seraient liés aux phénomènes d'orniérage et de fatigue, comme présentés dans les sections 1.5.1.3 et 1.5.1.4. En d'autres termes, aucune indication sur le comportement rhéologique du bitume en basses températures n'est obtenue par ces essais. La réalisation des essais BBR sont alors nécessaires pour combler ce manque d'information.

3.2.1 Descriptions de l'équipement

Le rhéomètre à flexion de poutres (BBR) employé pour ce projet de recherche est un BBR de marque « Cannon » et de modèle « TE-BBR ». Cet appareil est composé d'un bain thermostat servant à appliquer une température négative aux échantillons, et d'un support à échantillon permettant de réaliser une flexion à trois points sur les poutres de bitume. Le bain utilisé pour la procédure de BBR contient un liquide qui ne gèle pas aux températures d'essais (celles-ci pouvant potentiellement atteindre les -36°C). Les fluides couramment utilisés sont le méthanol, l'éthanol, l'éthylène glycol ou un mélange de ces précédents solvants. La température est contrôlée à +/- 0,1°C près et doit être calibrée à l'aide d'une sonde thermique avant chaque essai et à chaque changement de température. Cet appareil possède également un système permettant d'appliquer sur les échantillons la charge de fluage souhaitée, ainsi qu'un détecteur de déflection couplé à un ordinateur pour l'acquisition des données, comme il est représenté à la Figure 3.18. Le logiciel d'acquisition des données lié au BBR est le logiciel « BBRw v1.1 ».

Une fois conditionnée thermiquement dans le bain refroidissant du BBR, la poutre de bitume est placée sur le support, et est exposée à une charge de fluage constante d'une valeur de 980 mN pendant quatre minutes. La charge et la déflection de la poutre sont continuellement mesurées pendant l'essai et sont utilisées pour calculer la rigidité de fluage ainsi que le taux de fluage. Le calcul de ces paramètres est réalisé à 8, 15, 30, 60, 120 et 240 secondes et ceux en

utilisant la théorie mécanique des poutres. La Figure 3.19 montre les graphiques des résultats obtenus tout au long de cet essai.

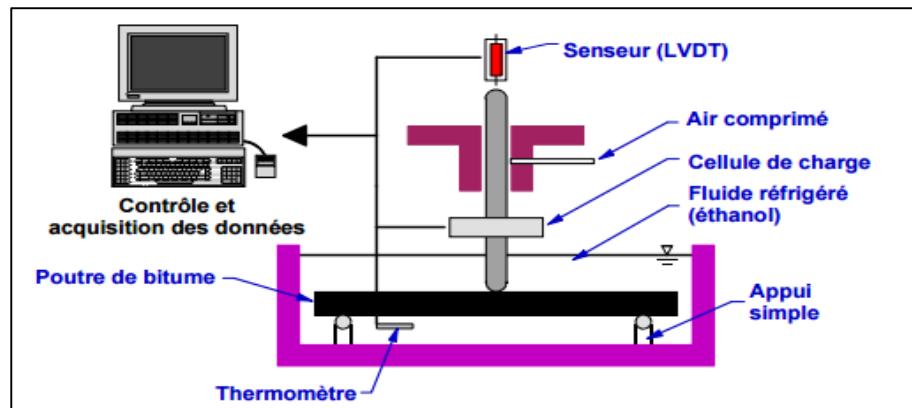


Figure 3.18 Schéma d'un rhéomètre à flexion de poutres (BBR)
Tirée de Guy Tourangeau (2005, p. 10)

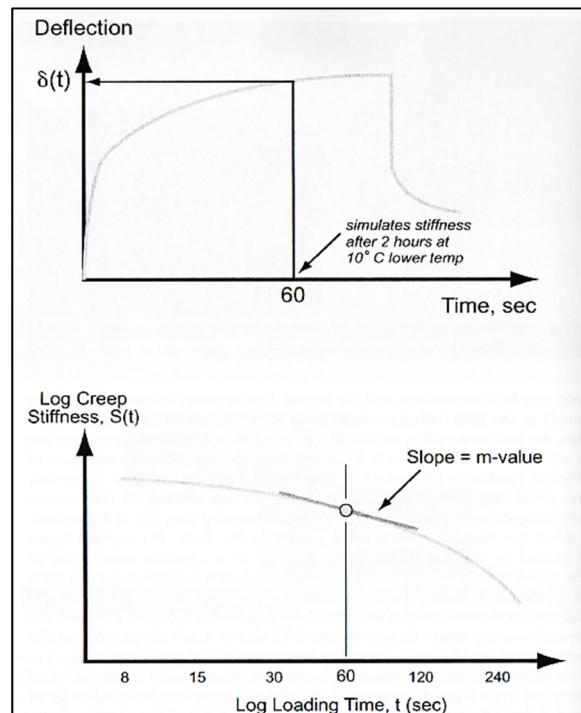


Figure 3.19 Représentaions graphiques des résultats d'un essai BBR
Tirée de l'Asphalt Institute (2011, p. 82)

3.2.2 Préparation des échantillons

Les poutres de bitume utilisées pour les essais BBR sont préparées à l'aide de moules en aluminium rectangulaire. Ces moules sont constitués de 5 poutres en aluminium, recouvertes de film d'acétate. Le tout est solidement maintenu par deux anneaux en caoutchouc. Ces différents composants sont visibles à la Figure 3.20.

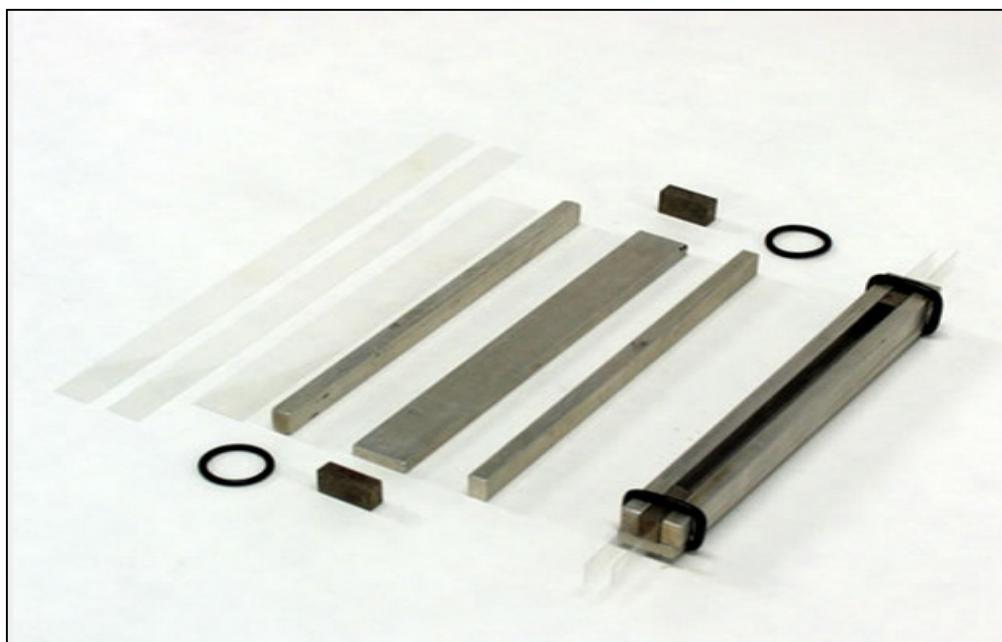


Figure 3.20 Moule d'une poutre de bitume (BBR)

Une couche de graisse est appliquée sur les poutres en aluminium formant la base et les contours de l'échantillon avant d'y placer le film d'acétate. Quant aux deux autres poutres d'aluminium situées aux extrémités du moule (les deux plus petites), leur surface de contact avec le bitume est recouverte avec un mélange composé de talc et de glycérine. Une fois le moule assemblé, le moule est rempli en surplus de bitume préalablement chauffé. Une fois l'échantillon refroidit pendant 45 minutes, le surplus de bitume est extrudé afin d'obtenir une poutre aux bords droits et aux dimensions du moule, soit 6,35 mm x 12,7 mm x 125 mm. Une fois extrudé, l'échantillon repose à température ambiante pendant une heure, puis 10 minutes à température froide afin d'être démoulé. Une fois rapidement démoulée, la poutre de bitume

est placée dans le bain du BBR pendant 60 minutes pour que le bitume soit à la température désirée pour l'essai. Ce temps de repos doit impérativement être respecté afin d'éviter les variations de rigidité dues au changement de température du bitume pendant le test (Asphalt Institute, 2011).

3.2.3 Programme expérimental

Les paramètres que sont, la force de fluage appliquée à la poutre, les dimensions des échantillons, le nombre d'essais par bitume et de choix des températures d'essais sont énoncés par la norme ASTM D6648 « *Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder Using the Bending Beam Rheometer (BBR)* » ou AASHTO T313.

Les deux bitumes à caractériser possédant un grade de performance PG 58-28, les températures d'essais sont -18°C (soit 10 degrés en dessus de la valeur basse du PG) et -24°C (soit 6 degrés de moins que la valeur précédente). Pour chacune des températures, trois poutres sont à tester pour chacun des états de vieillissement des deux bitumes, afin de valider les résultats obtenus. Le plan d'expériences est alors constitué de 42 essais pour chaque bitume, comme représenté dans le Tableau 3.12.

Tableau 3.12 Plan d'expériences de caractérisation par BBR

Bitume A et B	Température 1 : -18°C			Température 2 : -24°C		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Original	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
RTFO 85 minutes	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
RTFO 150 minutes	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
RTFO 300 minutes	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
PAV 20 Heures	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
PAV 30 Heures	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
PAV 40 Heures	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3

3.2.4 Présentation des résultats obtenus

Le logiciel de traitement des données génère pour chaque essai une représentation graphique représentant la mesure de déflection ainsi que celle de la charge de fluage en fonction du temps, à intervalle de 0,5 seconde dès lors que l'essai débute, comme représenté à la Figure 3.21.

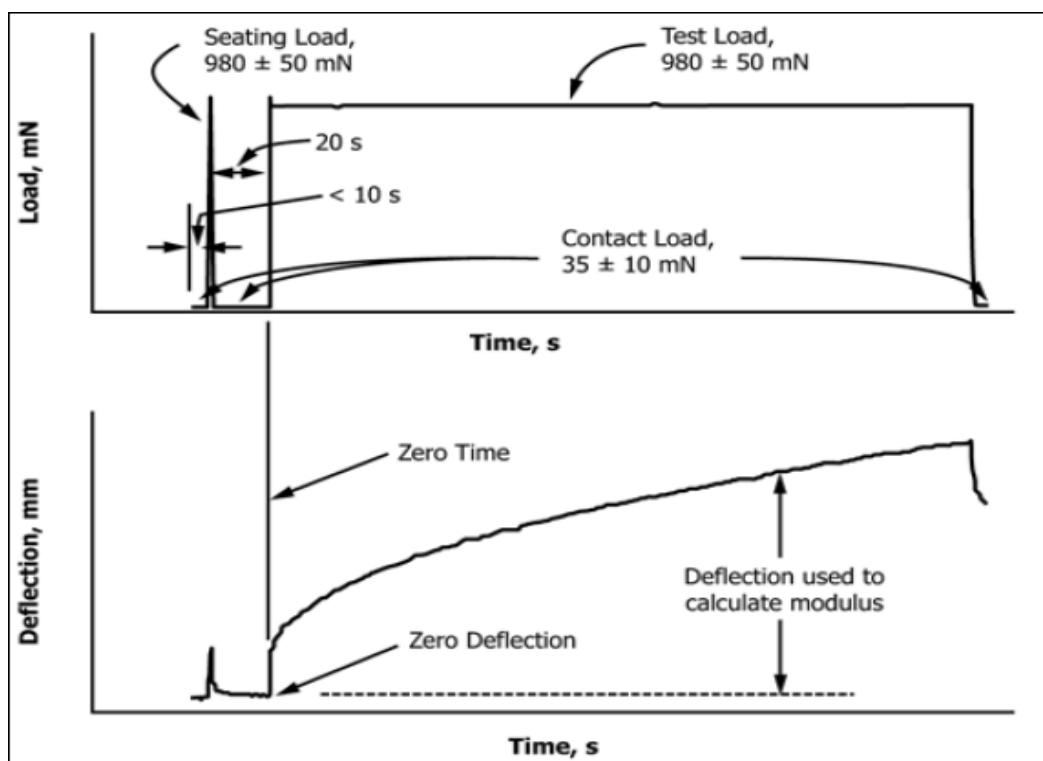


Figure 3.21 Déflexion et charge de fluage des essais BBR en fonction du temps
Tirée de la norme ASTM D6648 (2008, p. 3)

Le module de rigidité de fluage $S(t)$ est alors calculé automatiquement par le logiciel à l'aide de l'équation (1.2) présentée précédemment dans la section 1.5.3. Ce logiciel calcule également les coefficients de régression A, B et C, présentés également dans la section 1.5.3, ainsi que le taux de fluage $m(t)$ à l'aide des équations (1.3) et (1.4). Le calcul de $S(t)$ et $m(t)$ est réalisé pour les valeurs de temps 8, 15, 30, 60, 120 et 240 secondes. Il est alors obtenu pour chaque essai un tableau tel que représenté à la Figure 3.22. Ce sont les valeurs de ces tableaux, et notamment les valeurs calculées pour le temps « t » égal à 60 secondes, qui sont utilisées pour

l'analyse des résultats, et non pas les représentations graphiques. Les tableaux de tous les essais réalisés sur les deux bitumes sont présents dans l'annexe IV.

Project :	Fahd 2016	Target Temp (°C) :	-18,0	Conf Test (GPa) :	199
Operator :	Fah	Min. Temp (°C) :	-18,1	Conf Date :	2016-03-08
Specimen :	dy	Max. Temp (°C) :	-18,0	Force Const (mN/bit) :	0,149
Test Time :	12:46:34	Temp Cal Date :	2016-03-08	Defl Const (μm/bit) :	0,148
Test Date :	2016-03-08	Soak Time (min) :	60,0	Cmpl (μm/N) :	3,93
File Name :	16030801	Beam Width (mm) :	12,70	Cal Date :	2016-03-08
BBR ID :	3233-a1700	Thickness (mm) :	6,35	Software Version :	BBRw 1.1

t Time (s)	P Force (mN)	d Deflection (mm)	Measured Stiffness (MPa)	Estimated Stiffness (MPa)	Difference (%)	m-value
8,0	995	0,756	106	106	0,000	0,370
15,0	995	0,962	83,4	83,5	0,120	0,392
30,0	994	1,272	63	63,1	0,159	0,416
60,0	992	1,705	46,9	46,9	0,000	0,440
120,0	990	2,325	34,3	34,3	0,000	0,465
240,0	987	3,236	24,6	24,6	0,000	0,489

A =	2,33	B =	-0,296	C =	-0,0404	R ² =	0,999994
Force (t=0,0s) =	35	mN	Deflection (t=0,0s) =	0,000	mm		
Force (t=0,5s) =	989	mN	Deflection (t=0,5s) =	0,285	mm		
Max Force Deviation (t=0,5 - 5,0s) =	-2,	+7	mN				
Max Force Deviation (t=5,0 - 240,0s) =	-5,	+5	mN				
Average Force (t=0,5 - 240,0s) =	991	mN					
Maximum Force (t=0,5 - 240,0s) =	998	mN					
Minimum Force (t=0,5 - 240,0s) =	986	mN					

Figure 3.22 Tableau de résultats de l'essai BBR du bitume A Original

La détermination de la température basse du grade de performance se base sur les résultats des essais BBR en termes de module de rigidité $S(t)$ et de taux de fluage $m(t)$ pour un temps « t » égal à 60 secondes. Il a donc été choisi dans le cadre de ce projet d'observer l'évolution de ces deux paramètres pour statuer sur l'effet du vieillissement par oxydation sur les bitumes. Comme précédemment stipulé dans la section 1.5.3, le paramètre $S(60)$ doit avoir une valeur inférieure ou égale à 300 MPa, et le taux de fluage $m(60)$ doit être supérieur ou égal à 0,300. Les Tableaux 3.13 et 3.14 résument les valeurs des deux paramètres $S(60)$ et $m(60)$ pour

l'ensemble des états des deux bitumes. Dès lors que les résultats ne satisfont pas les critères $S(60) \leq 300$ MPa ou $m(60) \geq 0,300$, les résultats sont affichés en rouge.

Tableau 3.13 Module de rigidité S(60) et taux de fluage m(60) du bitume A

Bitume A	Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)					
	Température : -18°C			Température : -24°C		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Original	46,9	50,8	47,6	142,0	146,0	129,0
RTFO 85 minutes	77,8	73,0	79,5	194,0	177,0	182,0
RTFO 150 minutes	111,0	96,0	90,8	205,0	200,0	192,0
RTFO 300 minutes	124	131	128	239	249	276
PAV 20 Heures	111,0	128,0	101,0	222,0	232,0	246,0
PAV 30 Heures	118,0	140,0	133,0	252,0	240,0	251,0
PAV 40 Heures	139,0	137,0	132,0	268,0	260,0	287,0
Bitume A	Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)					
	Température : -18°C			Température : -24°C		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Original	0,441	0,440	0,448	0,374	0,367	0,364
RTFO 85 minutes	0,369	0,367	0,368	0,323	0,323	0,279
RTFO 150 minutes	0,346	0,335	0,340	0,297	0,293	0,299
RTFO 300 minutes	0,291	0,294	0,299	0,265	0,267	0,262
PAV 20 Heures	0,295	0,300	0,294	0,263	0,262	0,258
PAV 30 Heures	0,284	0,278	0,276	0,240	0,251	0,244
PAV 40 Heures	0,261	0,261	0,262	0,240	0,238	0,243

Tableau 3.14 Module de rigidité S(60) et taux de fluage m(60) du bitume B

Bitume B	Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)					
	Température : -18°C			Température : -24°C		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Original	106,0	101,0	97,0	281,0	279,0	295,0
RTFO 85 minutes	139,0	141,0	143,0	371,0	381,0	345,0
RTFO 150 minutes	170,0	178,0	176,0	417,0	410,0	402,0
RTFO 300 minutes	238,0	238,0	231,0	400,0	487,0	478,0
PAV 20 Heures	201,0	211,0	200,0	427,0	421,0	424,0
PAV 30 Heures	234,0	239,0	237,0	473,0	484,0	496,0
PAV 40 Heures	245,0	244,0	238,0	443,0	451,0	436,0
Bitume B	Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)					
	Température : -18°C			Température : -24°C		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Original	0,496	0,487	0,493	0,321	0,363	0,345
RTFO 85 minutes	0,429	0,423	0,419	0,317	0,326	0,338
RTFO 150 minutes	0,385	0,382	0,389	0,307	0,299	0,303
RTFO 300 minutes	0,311	0,318	0,316	0,252	0,262	0,254
PAV 20 Heures	0,335	0,332	0,330	0,267	0,267	0,265
PAV 30 Heures	0,312	0,310	0,312	0,256	0,258	0,249
PAV 40 Heures	0,310	0,315	0,310	0,274	0,274	0,257

3.2.5 Traitement des résultats

Avant toute analyse des résultats, il a été important de s'interroger sur leur validité. La norme ASTM 6648 ou AASHTO T313 qui régit les essais BBR stipule que le coefficient de variation « CV% » entre les mesures du module de rigidité ne doit pas dépasser les 3,2%, et que celui du taux de fluage ne doit pas dépasser les 1,4%. Les Tableaux 3.15 et 3.16 mettent en exergue les coefficients de variation des résultats pour chaque bitume ainsi que l'écart entre la moyenne des trois essais et le résultat de chaque essai. Il est aisément remarquable qu'un grand nombre de résultats ne satisfont pas les exigences de la norme.

Tableau 3.15 Étude de variation des résultats des essais BBR du bitume A

Bitume A		Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)									
		Température : -18°C					Température : -24°C				
		Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
Original	Valeur du module	46,9	50,8	47,6	48,4	4,3	142,0	146,0	129,0	139,0	6,4
	Ecart avec la moyenne	-1,5	2,4	-0,8			3,0	7,0	-10,0		
RTFO 85 minutes	Valeur du module	77,8	73,0	79,5	76,8	4,4	194,0	177,0	182,0	184,3	4,7
	Ecart avec la moyenne	1,0	-3,8	2,7			9,7	-7,3	-2,3		
RTFO 150 minutes	Valeur du module	111,0	96,0	90,8	99,3	10,6	205,0	200,0	192,0	199,0	3,3
	Ecart avec la moyenne	11,7	-3,3	-8,5			6,0	1,0	-7,0		
RTFO 300 minutes	Valeur du module	124	131	128	127,7	2,8	239	249	276	254,7	7,5
	Ecart avec la moyenne	-3,7	3,3	0,3			-15,7	-5,7	21,3		
PAV 20 Heures	Valeur du module	111,0	128,0	101,0	113,3	12,0	222,0	232,0	246,0	233,3	5,2
	Ecart avec la moyenne	-2,3	14,7	-12,3			-11,3	-1,3	12,7		
PAV 30 Heures	Valeur du module	118,0	140,0	133,0	130,3	8,6	252,0	240,0	251,0	247,7	2,7
	Ecart avec la moyenne	-12,3	9,7	2,7			4,3	-7,7	3,3		
PAV 40 Heures	Valeur du module	139,0	137,0	132,0	136,0	2,7	268,0	260,0	287,0	271,7	5,1
	Ecart avec la moyenne	3,0	1,0	-4,0			-3,7	-11,7	15,3		
Bitume A		Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)									
		Température : -18°C					Température : -24°C				
		Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
Original	Valeur du module	0,441	0,440	0,448	0,443	0,984	0,374	0,367	0,364	0,368	1,39
	Ecart avec la moyenne	-0,002	-0,003	0,005			0,006	-0,001	-0,004		
RTFO 85 minutes	Valeur du module	0,369	0,367	0,368	0,368	0,272	0,323	0,323	0,279	0,308	8,24
	Ecart avec la moyenne	0,001	-0,001	0,000			0,015	0,015	-0,029		
RTFO 150 minutes	Valeur du module	0,346	0,335	0,340	0,340	1,618	0,297	0,293	0,299	0,296	1,03
	Ecart avec la moyenne	0,006	-0,005	0,000			0,001	-0,003	0,003		
RTFO 300 minutes	Valeur du module	0,291	0,294	0,299	0,295	1,372	0,265	0,267	0,262	0,265	0,95
	Ecart avec la moyenne	-0,004	-0,001	0,004			0,000	0,002	-0,003		
PAV 20 Heures	Valeur du module	0,295	0,300	0,294	0,296	1,085	0,263	0,262	0,258	0,261	1,01
	Ecart avec la moyenne	-0,001	0,004	-0,002			0,002	0,001	-0,003		
PAV 30 Heures	Valeur du module	0,284	0,278	0,276	0,279	1,490	0,240	0,251	0,244	0,245	2,27
	Ecart avec la moyenne	0,005	-0,001	-0,003			-0,005	0,006	-0,001		
PAV 40 Heures	Valeur du module	0,261	0,261	0,262	0,261	0,221	0,240	0,238	0,243	0,240	1,05
	Ecart avec la moyenne	0,000	0,000	0,001			0,000	-0,002	0,003		

Dès lors que les coefficients de variation sont supérieurs à ceux exigés dans la norme (valeurs indiquées en rouge dans les tableaux), le résultat le plus éloigné de la moyenne est retiré du calcul afin de faire diminuer ce coefficient de variation, comme le montre les résultats obtenus dans le Tableau 3.17.

Tableau 3.16 Étude de variation des résultats des essais BBR du bitume B

Bitume B		Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)									
		Température : -18°C					Température : -24°C				
		Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
Original	Valeur du module	106,0	101,0	97,0	101,3	4,4	281,0	279,0	295,0	285,0	3,1
	Ecart avec la moyenne	4,7	-0,3	-4,3			-4,0	-6,0	10,0		
RTFO 85 minutes	Valeur du module	139,0	141,0	143,0	141,0	1,4	371,0	381,0	345,0	365,7	5,1
	Ecart avec la moyenne	-2,0	0,0	2,0			5,3	15,3	-20,7		
RTFO 150 minutes	Valeur du module	170,0	178,0	176,0	174,7	2,4	417,0	410,0	402,0	409,7	1,8
	Ecart avec la moyenne	-4,7	3,3	1,3			7,3	0,3	-7,7		
RTFO 300 minutes	Valeur du module	238,0	238,0	231,0	235,7	1,7	400,0	487,0	478,0	455,0	10,5
	Ecart avec la moyenne	2,3	2,3	-4,7			-55,0	32,0	23,0		
PAV 20 Heures	Valeur du module	201,0	211,0	200,0	204,0	3,0	427,0	421,0	424,0	424,0	0,7
	Ecart avec la moyenne	-3,0	7,0	-4,0			3,0	-3,0	0,0		
PAV 30 Heures	Valeur du module	234,0	239,0	237,0	236,7	1,1	473,0	484,0	496,0	484,3	2,4
	Ecart avec la moyenne	-2,7	2,3	0,3			-11,3	-0,3	11,7		
PAV 40 Heures	Valeur du module	245,0	244,0	238,0	242,3	1,6	443,0	451,0	436,0	443,3	1,7
	Ecart avec la moyenne	2,7	1,7	-4,3			-0,3	7,7	-7,3		
Bitume B		Taux de fluege à 60 secondes m(60) (sans unité)									
		Température : -18°C					Température : -24°C				
		Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
Original	Valeur du module	0,496	0,487	0,493	0,492	0,93	0,321	0,363	0,345	0,343	6,14
	Ecart avec la moyenne	0,004	-0,005	0,001			-0,022	0,020	0,002		
RTFO 85 minutes	Valeur du module	0,429	0,423	0,419	0,424	1,19	0,317	0,326	0,338	0,327	3,22
	Ecart avec la moyenne	0,005	-0,001	-0,005			-0,010	-0,001	0,011		
RTFO 150 minutes	Valeur du module	0,385	0,382	0,389	0,385	0,91	0,307	0,299	0,303	0,303	1,32
	Ecart avec la moyenne	0,000	-0,003	0,004			0,004	-0,004	0,000		
RTFO 300 minutes	Valeur du module	0,311	0,318	0,316	0,315	1,14	0,252	0,262	0,254	0,256	2,07
	Ecart avec la moyenne	-0,004	0,003	0,001			-0,004	0,006	-0,002		
PAV 20 Heures	Valeur du module	0,335	0,332	0,330	0,332	0,76	0,267	0,267	0,265	0,266	0,43
	Ecart avec la moyenne	0,003	0,000	-0,002			0,001	0,001	-0,001		
PAV 30 Heures	Valeur du module	0,312	0,310	0,312	0,311	0,37	0,256	0,258	0,249	0,254	1,86
	Ecart avec la moyenne	0,001	-0,001	0,001			0,002	0,004	-0,005		
PAV 40 Heures	Valeur du module	0,310	0,315	0,310	0,312	0,93	0,274	0,274	0,257	0,268	3,66
	Ecart avec la moyenne	-0,002	0,003	-0,002			0,006	0,006	-0,011		

Tableau 3.17 Résultats après étude de variation des essais BBR

Bitume A	Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)									
	Température : -18°C					Température : -24°C				
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
Original	46,9		47,6	47,3	1,05	142,0	146,0		144,0	1,96
RTFO 85 minutes	77,8		79,5	78,7	1,53		177,0	182,0	179,5	1,97
RTFO 150 minutes		96,0	90,8	93,4	3,94	205,0	200,0		202,5	1,75
RTFO 300 minutes	124	131	128	127,7	2,75	239	249		244,0	2,90
PAV 20 Heures	111,0		101,0	106,0	6,67	222,0	232,0		227,0	3,12
PAV 30 Heures		140,0	133,0	136,5	3,63	252,0	240,0	251,0	247,7	2,69
PAV 40 Heures	139,0	137,0	132,0	136,0	2,65	268,0	260,0		264,0	2,14
Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)										
Bitume A	Température : -18°C					Température : -24°C				
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
	0,441	0,440	0,448	0,443	0,98	0,374	0,367	0,364	0,368	1,39
Original	0,369	0,367	0,368	0,368	0,27	0,323	0,323		0,323	0,00
RTFO 85 minutes		0,335	0,340	0,338	1,05	0,297	0,293	0,299	0,296	1,03
RTFO 150 minutes	0,291	0,294	0,299	0,295	1,37	0,265	0,267	0,262	0,265	0,95
RTFO 300 minutes	0,295	0,300	0,294	0,296	1,08	0,263	0,262	0,258	0,261	1,01
PAV 20 Heures		0,278	0,276	0,277	0,51	0,240		0,244	0,242	1,17
PAV 30 Heures	0,261	0,261	0,262	0,261	0,22	0,240	0,238	0,243	0,240	1,05
Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)										
Bitume B	Température : -18°C					Température : -24°C				
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
		101,0	97,0	99,0	2,86	281,0	279,0	295,0	285,0	3,06
Original	139,0	141,0	143,0	141,0	1,42	371,0	381,0		376,0	1,88
RTFO 85 minutes	170,0	178,0	176,0	174,7	2,38	417,0	410,0	402,0	409,7	1,83
RTFO 150 minutes	238,0	238,0	231,0	235,7	1,71		487,0	478,0	482,5	1,32
RTFO 300 minutes	201,0	211,0	200,0	204,0	2,98	427,0	421,0	424,0	424,0	0,71
PAV 20 Heures	234,0	239,0	237,0	236,7	1,06	473,0	484,0	496,0	484,3	2,38
PAV 30 Heures	245,0	244,0	238,0	242,3	1,56	443,0	451,0	436,0	443,3	1,69
Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)										
Bitume B	Température : -18°C					Température : -24°C				
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Moyenne	CV (%)
	0,496	0,487	0,493	0,492	0,93		0,363	0,345	0,354	3,60
Original	0,429	0,423	0,419	0,424	1,19	0,317	0,326		0,322	1,98
RTFO 85 minutes	0,385	0,382	0,389	0,385	0,91	0,307	0,299	0,303	0,303	1,32
RTFO 150 minutes	0,311	0,318	0,316	0,315	1,14	0,252		0,254	0,253	0,56
RTFO 300 minutes	0,335	0,332	0,330	0,332	0,76	0,267	0,267	0,265	0,266	0,43
PAV 20 Heures	0,312	0,310	0,312	0,311	0,37	0,256	0,258		0,257	0,55
PAV 30 Heures	0,310	0,315	0,310	0,312	0,93	0,274	0,274		0,274	0,00

La suppression des résultats les plus éloignés des moyennes a diminué l'ensemble des coefficients de variation. La quasi-totalité des coefficients sont alors acceptables d'après les critères de la norme en vigueur pour les essais BBR. Seuls les coefficients de variation du

paramètre S(60) des bitumes « A RTFO 300 min », « A PAV 20H » et « A PAV 30H » ainsi que ceux du paramètre m(60) des bitumes « B Original » et « B RTFO 85 min » ne respectent pas le barème indiqué par la norme. Ceci indique que pour ces bitumes, la répétabilité des essais n'est pas idéale. Les valeurs moyennes des résultats conservées sont résumées par le Tableau 3.18. Dès lors que les résultats ne satisfont pas les critères $S(60) \leq 300$ MPa ou $m(60) \leq 0,300$, ils sont affichés en rouge. L'analyse des résultats se basera sur ce tableau.

Tableau 3.18 Moyennes des paramètres S(60) et m(60) après étude de variation

	Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)				Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)			
	Bitume A		Bitume B		Bitume A		Bitume B	
	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C
Original	47,3	144,0	99,0	285,0	0,443	0,368	0,492	0,354
RTFO 85 minutes	78,7	179,5	141,0	376,0	0,368	0,323	0,424	0,322
RTFO 150 minutes	93,4	202,5	174,7	409,7	0,338	0,296	0,385	0,303
RTFO 300 minutes	127,7	244,0	235,7	482,5	0,295	0,265	0,315	0,253
PAV 20 Heures	106,0	227,0	204,0	424,0	0,296	0,261	0,332	0,266
PAV 30 Heures	136,5	247,7	236,7	484,3	0,277	0,242	0,311	0,257
PAV 40 Heures	136,0	264,0	242,3	443,3	0,261	0,240	0,312	0,274

3.2.6 Analyse des résultats obtenus

Plusieurs constats peuvent être tirés des résultats des essais BBR. Tout d'abord, le module de rigidité et le taux de fluage des deux bitumes non-vieillis sont différents. Ainsi, même s'ils possèdent le même grade de performance, leurs comportements rhéologiques à basses températures sont radicalement différents. Le bitume « A » possède un module de rigidité et un taux de fluage moins élevés que celui du bitume « B ». Comme discuté dans la section 1.5.3, cela signifie qu'un enrobé contenant le bitume « A » subit moins de contraintes thermiques dues à la contraction thermique du bitume. Cependant, le bitume « A » possède une capacité à se relaxer moindre que le bitume « B ». Les deux bitumes n'ont donc initialement pas le même comportement rhéologique en condition de températures froides.

Ensuite, ces deux bitumes possèdent un grade de performance PG 58-28. Pour cette raison, les valeurs de modules de rigidité S(60) et les taux de fluage m(60) pour les essais à -18°C doivent satisfaire les exigences du grade de performance, soit $S(60) \leq 300$ MPa et $m(60) \geq 0,300$. Or,

le bitume « A » possède un taux de fluage $m(60)$ inférieur à 0,300 dès lors qu'il est vieilli au PAV, qui simule le vieillissement à long terme du bitume. En ce qui concerne le bitume « B », les deux critères sont respectés quel que soit le vieillissement subi pour une température de -18°C. En considérant que le non-respect des exigences du grade de performance soit un motif d'exclusion, il pourrait être conclu que le bitume « B » serait un choix plus judicieux pour la manufacture d'enrobé que le bitume « A », à condition que la température ne soit pas inférieure à -28°C, même si le bitume « B » possède un module de rigidité plus élevé que le bitume « A ». Cependant, le bitume « B » présente un taux de fluage $m(60)$ non conforme à la norme pour un vieillissement moindre que pour celui du bitume « A » pour les essais conduits à une température de -24°C. Ce qui implique que si la température de l'enrobé atteint les -34°C, le bitume « B » risque de fissurer avant le bitume « A ». Les deux bitumes n'ont donc pas le même paramètre limitant concernant le respect de la norme en vigueur pour la température basse du grade de performance.

Également, les caractéristiques des deux bitumes semblent avoir la même tendance d'évolution. Plus les bitumes sont exposés au vieillissement, plus la valeur de leur module de rigidité augmente, et plus le taux de fluage diminue. Ceci indique que l'oxydation du bitume augmente les contraintes thermiques au sein des enrobés pour une même contraction thermique, et que la capacité de relaxation des bitumes est réduite. Cependant, même si la tendance à l'augmentation du module de rigidité $S(60)$ et à la diminution du taux de fluage $m(60)$ sont les mêmes pour les deux bitumes, les facteurs de variation définis par le quotient entre les valeurs des bitumes non-vieillis et ceux vieillis ne sont pas les mêmes. Ces facteurs, sont résumés par le Tableau 3.19. Lorsqu'un bitume est oxydé, son module de rigidité augmente et son taux de fluage diminue. Ainsi, plus les facteurs du paramètre $S(60)$ sont élevés et plus les indices du paramètre $m(60)$ sont faibles, plus le bitume est affecté par le vieillissement par oxydation. Ces facteurs semblent alors montrer que le bitume « A » voit ses caractéristiques évoluer plus rapidement que celles du bitume « B ». Cela indique que le bitume « A » aurait une affinité plus importante avec l'oxydation que le bitume « B ». Cette remarque coïncide avec celle émise lors de l'analyse des essais de modules complexes.

Tableau 3.19 Facteurs de variation du module de rigidité et du taux de fluage des deux bitumes

	Facteurs de variation par rapport au bitume original							
	Module de rigidité à 60 secondes S(60) (en MPa)				Taux de fluage à 60 secondes m(60) (sans unité)			
	Bitume A		Bitume B		Bitume A		Bitume B	
	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C
Original	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
RTFO 85 minutes	1,66	1,25	1,42	1,32	0,83	0,88	0,86	0,91
RTFO 150 minutes	1,98	1,41	1,76	1,44	0,76	0,80	0,78	0,86
RTFO 300 minutes	2,70	1,69	2,38	1,69	0,67	0,72	0,64	0,71
PAV 20 Heures	2,24	1,58	2,06	1,49	0,67	0,71	0,68	0,75
PAV 30 Heures	2,89	1,72	2,39	1,70	0,63	0,66	0,63	0,73
PAV 40 Heures	2,88	1,83	2,45	1,56	0,59	0,65	0,63	0,77

3.3 Conclusion sur la caractérisation rhéologique

Bien que les deux bitumes soient définis selon le même grade de performance « PG 58-28 », leurs caractéristiques rhéologiques initiales ne sont pas les mêmes, notamment leur module de rigidité et leur taux de fluage à basses températures. Le bitume « A » présente d'après les essais un comportement plus élastique à moyennes et hautes températures, moins rigide à basses températures et possédant une capacité moindre à la relaxation que le bitume « B ».

La caractérisation des deux bitumes basée sur les essais de modules complexes à températures moyennes et hautes (DSR) ainsi que ceux de modules de rigidité et taux de fluage à températures basses (BBR) indiquent que le vieillissement par oxydation n'impacte pas les deux bitumes de la même façon. Les facteurs de variation établis pour les résultats des essais DSR ont notamment montré que l'augmentation de la norme du module complexe est plus importante pour le bitume « A » pour toutes les fréquences et tous les états de vieillissements que pour le bitume « B ». Ils montrent aussi que le bitume « A » devient beaucoup plus rapidement élastique, de par la diminution plus rapide de son angle de phase, que le bitume « B ». Ces mêmes facteurs établis pour les résultats de essais BBR ont également exhibé une augmentation du module de rigidité et une diminution du taux de fluage plus rapide pour le bitume « A » que le bitume « B ». Dans d'autres termes, le bitume « A » semble vieillir plus rapidement que le bitume « B » d'un point de vue rhéologique.

CHAPITRE 4

CARACTÉRISATION CHIMIQUE DES BITUMES

La caractérisation rhéologique présentée dans le chapitre 3 a permis de montrer que l'impact du vieillissement par oxydation est différent sur les deux bitumes, même si ceux-ci possèdent le même grade de performance. Afin d'évaluer le rôle de la composition chimique du brut sur l'évolution des caractéristiques des bitumes, ou encore la façon dont les bitumes réagissent au vieillissement, une caractérisation chimique des différents états des bitumes est envisagée.

Ce présent chapitre va donc porter sur les résultats issus des différentes méthodes de caractérisation chimique envisagées, que sont la caractérisation par spectroscopie infrarouge FTIR, l'analyse thermique par essais TGA/DSC, ainsi que l'analyse des dégagements gazeux issus des essais TGA par spectroscopie infrarouge (EGA).

4.1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge type FTIR

La spectroscopie infrarouge est une méthode de caractérisation chimique souvent employée lors d'analyses de changement de composition chimique de bitumes (Nivitha et al. 2016, Feng et al. 2015, Karlsson et al. 2003, Edwards et al. 2005). Plusieurs études ont montré l'efficacité de la spectroscopie infrarouge pour cette application. Cette méthode a donc été envisagée afin de caractériser les bitumes de ce projet.

4.1.1 Description de l'équipement

Le spectromètre employé tout au long de cette étape du projet est un spectromètre de marque « Perkin Elmer » et de modèle « Spectrum Two ». Les différents spectres infrarouges ont été établis sur une plage de longueurs d'ondes de 450 à 4000 cm^{-1} , avec une résolution de $0,5\text{ cm}^{-1}$, et avec un nombre de balayages égal à 4 pour chaque spectre.

Le spectromètre « Spectrum Two » utilise la technique dite de la « réflectance totale atténuée » (ATR). Le principe de la spectroscopie ATR est de faire subir au faisceau optique plusieurs réflexions entre l'échantillon de bitume et la surface de la cellule. Cette technique est donc basée sur le principe optique de la réflectance. La profondeur de pénétration du faisceau optique est de l'ordre du μm . La spectroscopie ATR est idéale pour l'analyse des bitumes, car elle permet d'analyser par infrarouge les solides, les liquides et les poudres. Les échantillons sont testables sans dissolution préalable, à condition qu'ils se collent parfaitement à la surface du spectromètre et ne créent pas de vide. Cette condition est réalisée à l'aide d'un bras venant appuyer sur l'échantillon, comme il est possible de voir à la Figure 4.1.



Figure 4.1 Spectromètre « Spectrum Two » de marque Perkin Elmer

4.1.2 Préparation des échantillons

La spectroscopie ATR permet de tester les bitumes sans les solubiliser. L'étape d'échantillonnage est donc relativement simple, et consiste à déposer un échantillon de bitume solide sur la surface du spectromètre. La surface de la cellule du spectromètre étant en diamant et entourée d'une surface d'inox, il est aisément de retirer l'échantillon en utilisant un solvant adéquat, à savoir du D-Limonène. Une fois l'échantillon solubilisé et retiré de la surface en diamant, le D-Limonène est retiré à l'aide de méthanol, qui s'évapore à l'air libre.

Le spectromètre n'étant pas à proximité des enceintes de chauffe du bitume, les échantillons n'ont pas pu être déposés à l'état liquide à chaud. L'échantillonnage consiste donc à chauffer une spatule en acier, et de venir prélever un échantillon d'une masse suffisante (moins d'un gramme) afin de le placer sur le spectromètre. Il a été remarqué pendant l'analyse des premiers résultats que l'exposition du bitume à une spatule chauffée de manière excessive pouvait provoquer, pour plusieurs plages de longueurs d'ondes, des variations de valeurs de transmittance et ceux pour un même bitume. Une attention particulière a ainsi été portée sur le fait de chauffer suffisamment la spatule pour permettre l'extrusion des échantillons, tout en réduisant au maximum la température de la spatule.

4.1.3 Programme expérimental

Comme le bitume possède une structure chimique hétérogène, et que la pénétration du faisceau lumineux ne dépasse pas les premiers micromètres de l'échantillon, il a été envisagé de réaliser plusieurs essais pour chacun des bitumes. Le nombre initial de 4 échantillons pour chaque état de bitumes a été choisi afin de limiter l'impact de l'hétérogénéité de la structure chimique sur les résultats obtenus. Ceci portant le nombre d'essais à 56 pour les 14 états de bitumes.

Les paramètres de résolution de spectre, de nombres de balayages réalisés par le spectromètre pour chaque spectre, ainsi que la plage de longueurs d'ondes n'ont pas été utilisés comme des variables pour cette étape du projet, et sont restés tels que définis dans la section 4.1.1.

4.1.4 Présentation des résultats obtenus

Le logiciel de traitement du spectromètre nommé « Spectrum » expose les résultats des essais sous deux formes : un tableur présentant une série de couples de données « Longueur d'onde – Transmittance » et ceux pour chaque longueur d'onde comprise entre 450 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 0,5 cm^{-1} ; ainsi qu'une représentation graphique du spectre. La Figure 4.2 illustre le spectre infrarouge en transmittance du « Bitume A Original » issu de Spectrum. Les axes des différents spectres infrarouges ne sont pas clairement lisibles dans ce rapport, du fait que la police des axes soit imposée par le logiciel Spectrum. Les différents spectres infrarouges

seront donc présentés dans ce rapport dans une optique comparative et non d'analyse. L'analyse portera sur les valeurs issues du logiciel, présentées dans des tableaux.

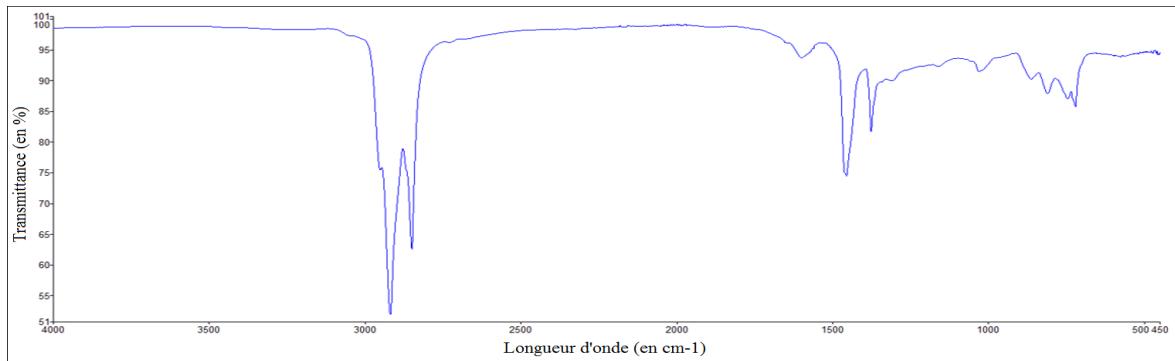


Figure 4.2 Spectre infrarouge en transmittance du « Bitume A Original »

De par le nombre important d'essais réalisés et de par le fait que le nombre de couples par spectre est beaucoup trop important, les tableaux issus de Spectrum ne sont pas présentés. Aussi, les représentations graphiques des spectres se ressemblant beaucoup, disposer les spectres un par un dans le rapport ou en annexe ne ferait pas non plus de sens, car la comparaison graphique des spectres serait trop ardue. La totalité des spectres pour les différents états d'un même bitume sera alors affichée sur la même représentation, comme visible à la Figure 4.3 pour le bitume « A », ainsi qu'à la Figure 4.4 pour le bitume « B ». Les couleurs des courbes des différents états de bitume respectent le code couleur indiqué dans la section 2.1.1.

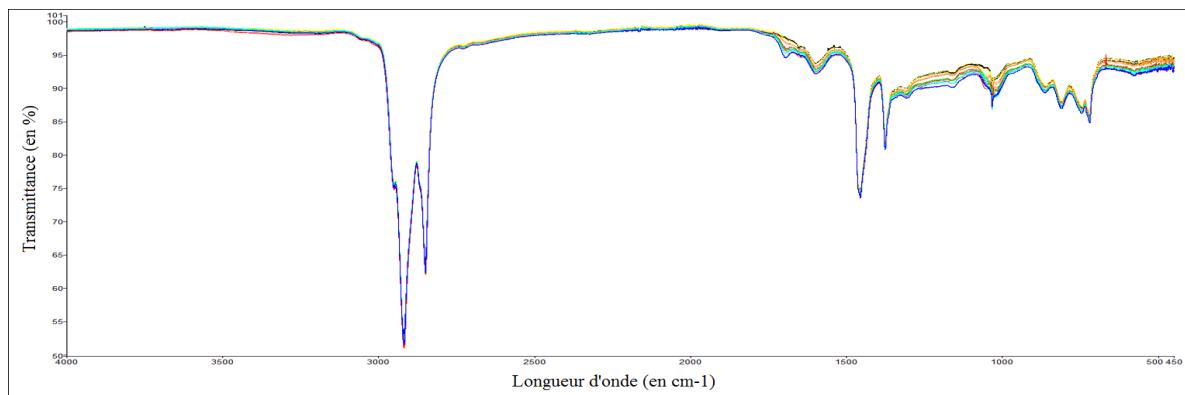


Figure 4.3 Spectres infrarouge en transmittance des sept états du bitume A

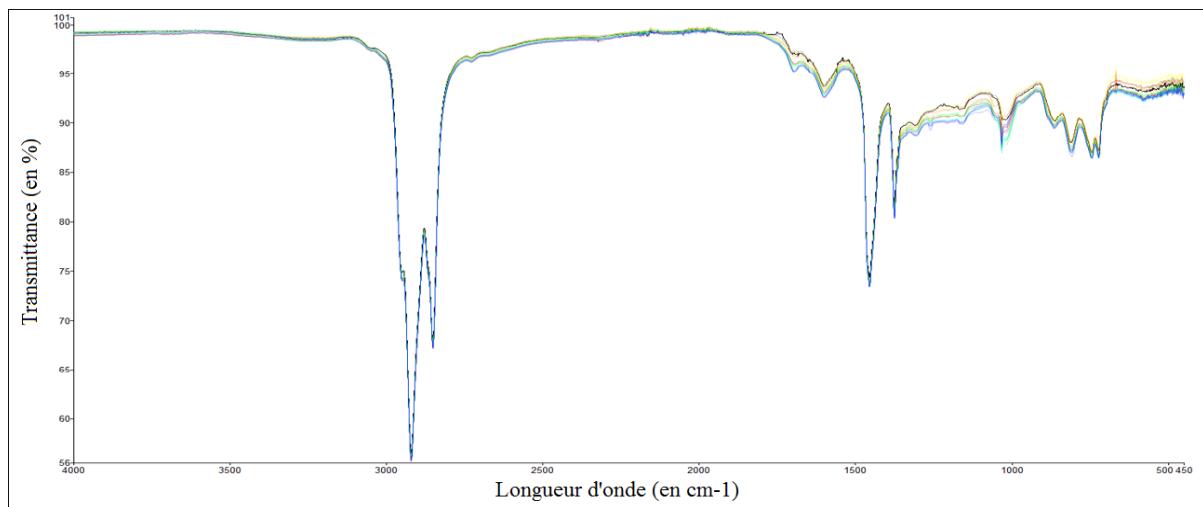


Figure 4.4 Spectres infrarouge en transmittance des sept états du bitume B

Il est assez ardu d’appréhender l’effet du vieillissement par oxydation sur les bitumes en observant les représentations graphiques du spectre entier. Il a été mentionné dans la section 1.6.2.2 que les principaux pics caractéristiques du vieillissement par oxydation sont le pic carbonyle (vers les 1700 cm^{-1}) et le pic sulphoxyde (vers les 1032 cm^{-1}). L’observation de ces deux pics peut mettre en évidence l’impact du vieillissement. Ces pics pour le bitume « A » sont représentés à la Figure 4.5 (pic carbonyle) et à la Figure 4.6 (pic sulphoxyde).

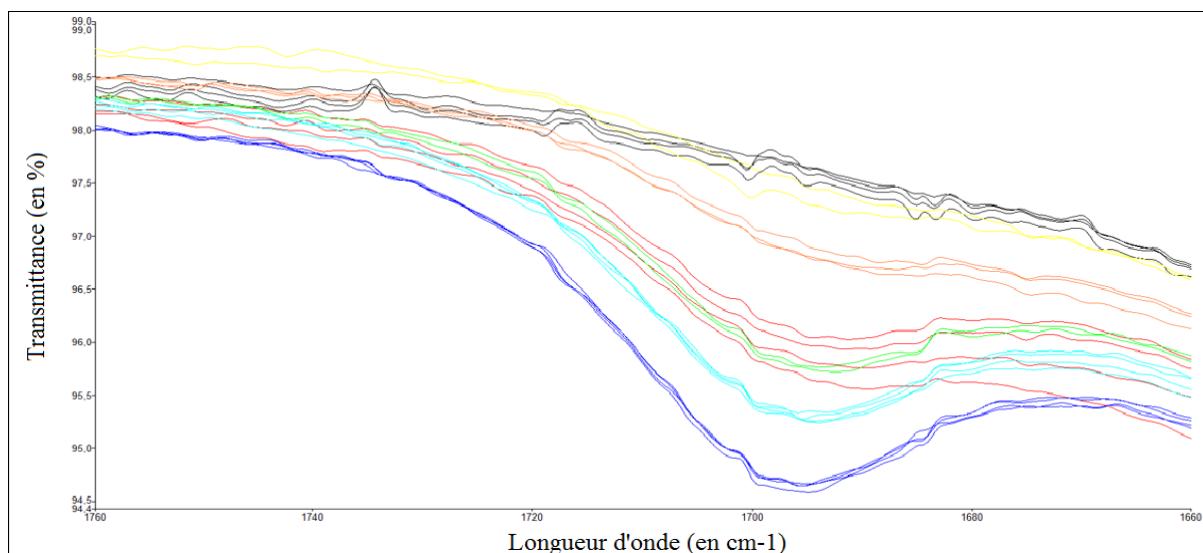


Figure 4.5 Pic carbonyle des différents états du bitume A

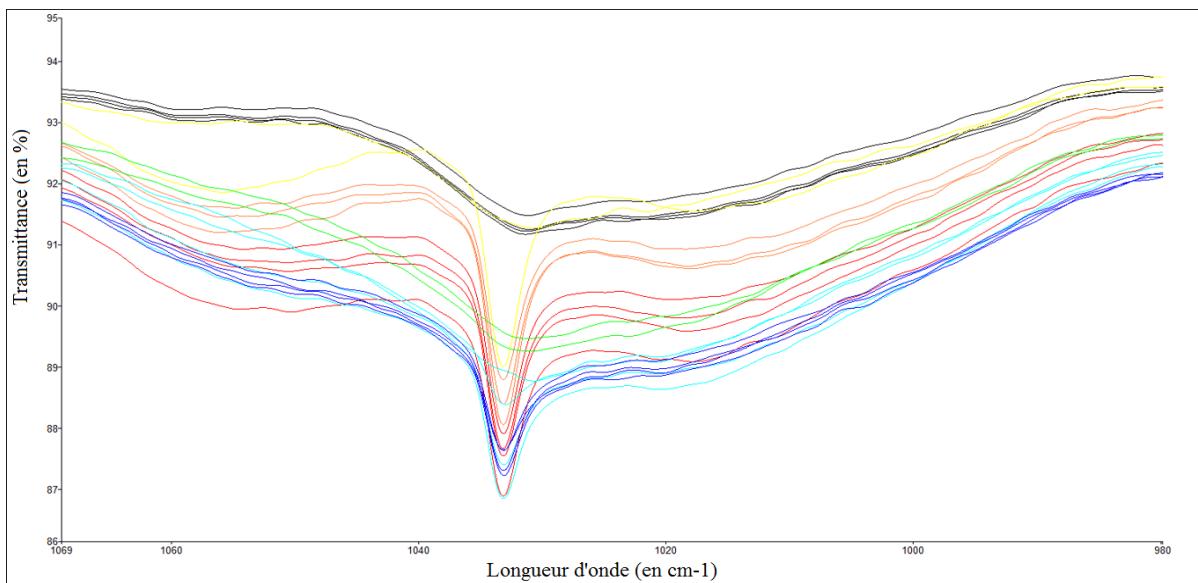


Figure 4.6 Pic sulphoxyde des différents états du bitume A

A première vue, il peut être noté que les différents échantillons testés pour un même bitume ne donnent pas strictement les mêmes spectres, comme il est possible de le voir pour les spectres du bitume « RTFO 300 minutes » (courbes rouges). Il peut cependant être noté que les différents spectres des différents états de bitumes semblent former des groupements plutôt ordonnés. Par exemple, pour le pic carbonyle, toutes les valeurs de transmittance des échantillons des bitumes « PAV 20 heures » se retrouvent supérieures à celle des bitumes « PAV 30 heures », elles-mêmes supérieures aux « PAV 40 heures ». Le constat est moins flagrant pour le pic sulphoxyde, même s'il est possible de retrouver cette formation de « groupe de courbes » pour un même état de bitume.

Les valeurs de transmittance pour les pics carbonyle et sulphoxyde semblent décroître de plus en plus avec le vieillissement. Cette diminution de transmittance s'explique par le fait que plus le vieillissement par oxydation est important, au plus les mécanismes réactionnels d'oxydation induisent la formation de groupements carbonyle et sulphoxyde au sein des molécules contenues dans le bitume. Plus le nombre de groupements augmente, plus le rayonnement infrarouge envoyé par le spectromètre fait vibrer les liaisons C=O et S=O, et plus la transmittance pour les longueurs d'ondes associées à ces groupements diminue. Ainsi, plus la transmittance diminue, plus le vieillissement du bitume est important.

4.1.5 Traitements des résultats

Comme discuté précédemment, les valeurs de transmittance pour les pics caractéristiques du vieillissement diminuent au plus l'oxydation est importante. Néanmoins, il est observable à la Figure 4.6 qui représente le pic sulphoxyde des états du bitume « A » que la géométrie du pic est assez complexe, et qu'il serait difficile de juger de l'état d'oxydation sur la valeur minimale en transmittance d'un pic (donc pour une seule longueur d'onde). Comme indiqué dans la section 1.6.2.2, les différents auteurs de la littérature scientifique mentionnent le fait que l'étude des variations chimiques du bitume se fait par l'analyse des pics, en calculant des indices basés sur l'aire des différents pics. Il a été remarqué pendant ce projet que la littérature n'indiquait pas clairement les paramètres à prendre quant au calcul d'indices, en termes de bornes d'intégration des aires et des formules de calcul d'indices. Cette section fait état des choix pris pour ces paramètres.

4.1.5.1 Discussions sur les pics à considérer et les bornes d'intégration de leur aire

L'analyse de courbes infrarouge FTIR se fait par le biais de calcul d'indices, eux même basés sur l'aire des pics (Nivitha et al. 2016, Feng et al. 2015). Ces indices, contrairement aux valeurs de transmittances minimales des pics, permettent de traduire l'évolution de l'ensemble de la géométrie d'un pic car l'aire totale du pic est considérée. Ils montrent aussi l'évolution du pic par rapport à l'évolution globale du spectre infrarouge, car les indices prennent en compte non seulement l'aire du pic à étudier mais aussi l'aire des autres pics du spectre.

Il se pose alors la question du choix des pics à étudier, ainsi que de la méthode de détermination de l'aire des pics. En effet, bien qu'il soit énoncé dans la littérature une liste précise des pics caractéristiques des bitumes (Nivitha et al. 2016, Feng et Al., 2015), le choix des bornes d'intégration utilisées pour le calcul des aires n'est pas le même pour chaque recherche. De ce fait, il a été nécessaire de statuer sur le choix de ces bornes. Cette décision, assez arbitraire, s'est basée sur la géométrie du spectre. Le choix a été fait de procéder au calcul de l'aire de l'ensemble des pics répertoriés, et non seulement de ceux des groupements carbonyle et sulphoxyde. Le Tableau 4.1 met en exergue le choix des pics à étudier, les groupements qu'ils

représentent, le type de vibration moléculaire induite par le rayonnement infrarouge, ainsi que les bornes choisies pour le calcul des aires.

Tableau 4.1 Bornes d'intégrations et longueurs d'ondes des pics étudiés

Numéro du Pic	Groupement représenté	Type de vibration	Liaison	Longueur d'onde du pic (en cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)
1	Aliphatique (1)	Elongation (stretching) symétrique et antisymétrique	CH ₂ et CH ₃	2919	2766	2998
2	Aldéhyde	Elongation (stretching)	C=O (carbone primaire)	2730	2710	2743
3	Carbonyle	Elongation (stretching)	C=O	1695	1660	1760
4	Aromatique (1)	Elongation (stretching)	C=C (cycles aromatiques)	1600	1544	1639
5	Aliphatique (2)	Rotation plane (rocking) antisymétrique	CH ₂ , CH ₃	1456	1397	1508
6	Aliphatique (3)	Cisaillement (scissoring) symétrique	CH ₃	1376	1350	1391
7	Sulphoxyde	Elongation (stretching)	S=O	1031	1010	1039
8	Aromatique (2)	Déformation hors plan (wagging et twisting)	CH (cycles aromatiques)	863	838	908
9	Aromatique (3)	Déformation hors plan (wagging et twisting)	CH (cycles aromatiques)	811	785	837
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	Rotation hors plan	(CH ₂) _{n≥4}	720	715	733

Au cours de ce projet, il a été constaté que le choix des bornes impactait de façon significative sur les valeurs d'aires et donc les valeurs des indices obtenus. Les valeurs des bornes représentées dans les Tableaux 4.1 sont celles déterminées en fin d'étude.

Afin de calculer l'aire des pics, le logiciel « Spectrum » a été employé, et ceux pour chacun des spectres obtenus pour chaque échantillon. Le logiciel permet de déterminer à la fois l'aire des pics, le couple « longueur d'onde – transmittance minimale » ainsi que la hauteur d'un pic considéré. La Figure 4.7 représente graphiquement la géométrie des dix pics considérés, ainsi que les couples de valeurs « longueur d'onde – transmittance minimale » d'un des spectres obtenus pour un échantillon de bitume « A original ». Pour les mêmes raisons que pour la dimension des axes, les couples de valeurs sont difficilement lisibles. Ces valeurs seront exposées dans le mémoire dans divers tableaux associés à chacun des bitumes.

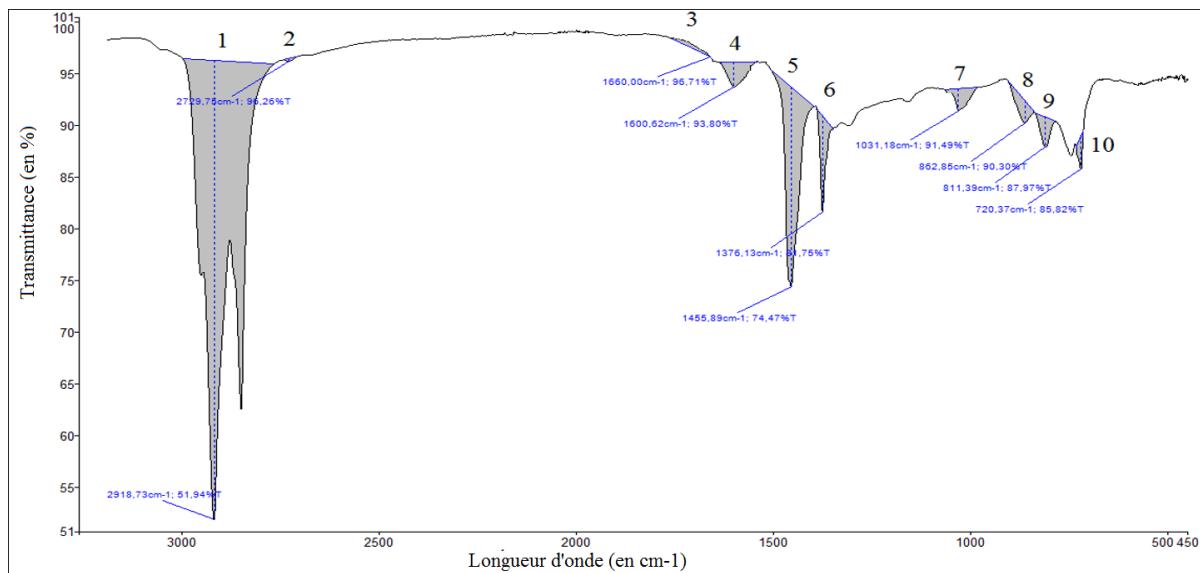


Figure 4.7 Géométrie des pics du spectre infrarouge du bitume « A Original »

Les spectres de tous les échantillons ont donc été sujet au traitement du logiciel afin d'obtenir les informations (aires, hauteurs de pics, transmittances minimales), pour chacun des échantillons. Les valeurs des échantillons d'un même bitume ont ensuite été moyennées. Le Tableau 4.2 représente les résultats obtenus pour le bitume « A original ». L'ensemble des résultats des bitumes « A » et « B » se trouvent en annexe V, de par le nombre important de tableaux.

Tableau 4.2 Résultats des spectres infrarouges FTIR du bitume A Original

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm⁻¹)	Première borne (en cm⁻¹)	Deuxième borne (en cm⁻¹)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2918,70	2766	2998	51,96	-44,41	-3719,305
2	Aldéhyde	2729,98	2710	2743	96,26	-0,26	-4,6025
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,68	0,00	25,6025
4	Aromatique (1)	1599,25	1544	1639	93,78	-2,41	-116,8
5	Aliphatique (2)	1455,75	1397	1508	74,56	-19,20	-712,4125
6	Aliphatique (3)	1376,13	1350	1391	81,74	-9,21	-137,8125
7	Sulphoxyde	1031,24	1010	1039	91,29	-2,23	-87,9425
8	Aromatique (2)	862,89	838	908	90,24	-2,12	-80,8725
9	Aromatique (3)	810,92	785	837	87,94	-2,88	-74,7975
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,56	715	733	85,83	-3,13	-32,215

Les « aires des pics », données dans l'unité «cm⁻¹.%T» par le logiciel, sont négatives du fait que le logiciel considère la hauteur du pic comme négative. Les valeurs des aires des différents états de bitumes sont résumées dans les Tableaux 4.3 (pour le bitume A) et 4.4 (pour le bitume B).

Tableau 4.3 Aires des pics des spectres infrarouges FTIR du bitume A

				Aire des pics du bitume A (unité standard du logiciel)						
Numéro du Pic	Groupement représenté	Première borne (en cm ⁻¹)	Deuxième borne (en cm ⁻¹)	Origine	RTFO 85 minutes	RTFO 150 minutes	RTFO 300 minutes	PAV 20 heures	PAV 30 heures	PAV 40 heures
1	Aliphatique (1)	2766	2998	-3719,31	-3749,53	-3737,32	-3771,23	-3700,92	-3717,13	-3724,99
2	Aldéhyde	2743	2710	-4,60	-4,84	-4,90	-4,78	-4,68	-4,29	-4,43
3	Carbonyle	1760	1660	25,60	21,79	14,62	1,26	-9,46	-21,47	-33,55
4	Aromatique (1)	1639	1544	-116,80	-117,54	-122,93	-127,25	-128,04	-132,17	-135,82
5	Aliphatique (2)	1508	1397	-712,41	-720,18	-721,60	-723,01	-719,42	-717,19	-712,48
6	Aliphatique (3)	1391	1350	-137,81	-136,02	-137,04	-135,90	-136,51	-135,65	-135,27
7	Sulphoxyde	1039	1010	-87,94	-93,25	-119,74	-141,83	-140,97	-167,70	-157,62
8	Aromatique (2)	908	838	-80,87	-80,28	-79,42	-79,82	-73,90	-75,44	-75,74
9	Aromatique (3)	837	785	-74,80	-74,39	-74,30	-72,78	-74,13	-70,78	-69,09
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	733	715	-32,22	-31,74	-30,25	-30,75	-30,63	-31,07	-30,46
ΣA	Somme des aires du spectre	N/A	N/A	-4941,16	-4985,96	-5012,88	-5086,09	-5018,65	-5072,87	-5079,44
ΣA Aliphatiques	Somme des aires des pics aliphatiques	N/A	N/A	-4569,53	-4605,72	-4595,96	-4630,14	-4556,85	-4569,97	-4572,73

Tableau 4.4 Aires des pics des spectres infrarouges FTIR du bitume B

				Aire des pics du bitume B (unité standard du logiciel)						
Numéro du Pic	Groupement représenté	Première borne (en cm ⁻¹)	Deuxième borne (en cm ⁻¹)	Origine	RTFO 85 minutes	RTFO 150 minutes	RTFO 300 minutes	PAV 20 heures	PAV 30 heures	PAV 40 heures
1	Aliphatique (1)	2766	2998	-3585,79	-3664,94	-3652,40	-3629,14	-3613,41	-3620,83	-3645,97
2	Aldéhyde	2743	2710	-4,76	-5,30	-5,07	-4,99	-4,55	-4,43	-4,63
3	Carbonyle	1760	1660	-3,90	-3,42	-6,24	-17,51	-29,31	-38,13	-36,98
4	Aromatique (1)	1639	1544	-125,01	-117,49	-117,02	-116,28	-119,27	-123,86	-125,48
5	Aliphatique (2)	1508	1397	-742,10	-752,94	-751,00	-743,34	-741,72	-744,98	-745,08
6	Aliphatique (3)	1391	1350	-148,58	-153,19	-152,06	-151,08	-150,87	-150,31	-151,07
7	Sulphoxyde	1039	1010	-106,63	-99,57	-119,41	-140,85	-183,48	-167,90	-114,42
8	Aromatique (2)	908	838	-73,44	-79,03	-77,61	-79,13	-73,86	-74,44	-75,29
9	Aromatique (3)	837	785	-71,06	-74,67	-74,82	-76,35	-77,48	-74,68	-77,78
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	733	715	-22,13	-22,90	-22,16	-21,61	-22,38	-22,17	-22,65
ΣA	Somme des aires du spectre	N/A	N/A	-4883,38	-4973,43	-4977,79	-4980,28	-5016,31	-5021,73	-4999,33
ΣA Aliphatiques	Somme des aires des pics aliphatiques	N/A	N/A	-4476,47	-4571,06	-4555,46	-4523,55	-4505,99	-4516,12	-4542,12

4.1.5.2 Discussion sur la formule de calcul des indices

Comme discuté dans la section 1.6.2.2, le but de l'étude des bitumes par spectroscopie FTIR est d'observer comment évoluent les différents groupements fonctionnels contenus dans les bitumes exposés à différents traitements de vieillissement. Afin d'observer ces évolutions, le changement de la géométrie des différents pics étudiés doit être traduit comme un indice. La formule de calcul de ces indices varie selon les études (Nivitha et al. 2016, Feng et al. 2015) dépendamment des pics considérés.

Pendant cette étude, la question du choix de formule de calcul des indices s'est posée, car cette formule reflète la façon dont les résultats vont être interprétés. Les indices servent à quantifier la variation des différents pics des spectres infrarouge lors de vieillissement des bitumes par oxydation. La première hypothèse émise fut que pour le calcul des indices, la formule devait prendre en compte la variation de tous les pics du spectre. Cette méthode est notamment celle employée par Feng et al. comme présenté dans la section 1.6.2.2. Les indices des pics sont alors définis selon l'équation (4.1) suivante :

$$\text{Indice d'un Pic} = \frac{A_{\text{pic}}}{\Sigma A} \quad (4.1)$$

Où:

A_{pic} = Aire du pic,

ΣA = Somme de l'aire de tous les pics du spectre considéré.

Cependant, cette hypothèse induit qu'une variation importante d'un pic quelconque puisse modifier significativement tous les indices. Ceci signifie que même si l'aire d'un pic donné ne change que de façon minime, son indice lui, indexé sur l'intégralité des pics, peut varier de façon significative, ce qui serait un non-sens.

Une étude a donc été réalisée afin de déterminer quels pics sur différents spectres variaient le moins en termes d'aires. L'aire de ces pics servirait de référence, et la valeur de leur aire serait prise comme dénominateur dans la formule de calcul des indices du fait de sa faible variabilité.

Les coefficients de variation des aires des pics entre les différents états de vieillissement sont présentés dans le Tableau 4.5.

Tableau 4.5 Coefficients de Variation des aires des pics des bitume A et B

Numéro du Pic	Groupement représenté	Coefficient de Variation du bitume A (en %)	Coefficient de Variation du bitume B (en %)
1	Aliphatique (1)	-0,626	-0,737
2	Aldéhyde	-4,814	-6,519
3	Carbonyle	-13017,953	-79,774
4	Aromatique (1)	-5,672	-3,328
5	Aliphatique (2)	-0,589	-0,588
6	Aliphatique (3)	-0,643	-0,947
7	Sulphoxyde	-23,669	-24,080
8	Aromatique (2)	-3,600	-3,199
9	Aromatique (3)	-2,980	-3,020
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	-2,306	-1,847
ΣA	Somme des aires du spectre	-1,079	-0,928
ΣA Aliphatiques	Somme des aires des pics aliphatiques	-0,562	-0,705

Pour le bitume « A », l'aire possédant le coefficient de variation le plus faible est la somme des aires des pics aliphatiques. Pour le bitume « B », cette somme d'aires possède le deuxième coefficient le moins élevé. Cette somme d'aires a donc été choisie comme dénominateur pour la formule des indices. Les indices des pics sont alors définis selon l'équation (4.2) suivante :

$$\text{Indice d'un Pic} = \frac{\text{A pic}}{\Sigma A \text{ Aliphatiques}} \quad (4.2)$$

Où:

A pic = Aire du pic,

ΣA Aliphatiques = Somme des aires des trois pics aliphatiques (Pics n°1, n°4 et n°5).

4.1.6 Analyse des résultats

Les décisions discutées dans les sections précédentes ont permis de déterminer les indices des pics des deux bitumes, résumés par les Tableaux 4.6 (bitume « A ») et 4.7 (bitume « B »).

Tableau 4.6 Indices des spectres infrarouges FTIR du bitume A

				Indices des différents états du bitume A (sans unité)							
Numéro du Pic	Groupement représenté	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Origine	RTFO 85 minutes	RTFO 150 minutes	RTFO 300 minutes	PAV 20 heures	PAV 30 heures	PAV 40 heures	
1	Aliphatique (1)	2766	2998	0,81393601	0,81410181	0,81317373	0,81449569	0,81216719	0,8133827	0,81460811	
2	Aldéhyde	2743	2710	0,00100722	0,00104978	0,00106615	0,00103291	0,00102703	0,00093764	0,00096824	
3	Carbonyle	1760	1660	-0,0056029	-0,0047311	-0,0031818	-0,0002711	0,002076	0,00469752	0,00733697	
4	Aromatique (1)	1639	1544	0,02556062	0,02552044	0,02674666	0,02748246	0,02809839	0,02892088	0,02970106	
5	Aliphatique (2)	1508	1397	0,15590498	0,15636643	0,15700807	0,15615257	0,15787568	0,15693492	0,15581001	
6	Aliphatique (3)	1391	1350	0,03015901	0,02953176	0,0298182	0,02935174	0,02995713	0,02968238	0,02958187	
7	Sulphoxyde	1039	1010	0,01924541	0,02024656	0,0260533	0,03063194	0,03093478	0,0366961	0,034469	
8	Aromatique (2)	908	838	0,01769821	0,0174305	0,01728038	0,0172387	0,01621736	0,01650668	0,01656395	
9	Aromatique (3)	837	785	0,01636875	0,01615165	0,01616636	0,01571876	0,01626783	0,01548808	0,01510913	
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	733	715	0,00704996	0,00689035	0,00658259	0,00664181	0,00672066	0,00679764	0,00666122	

Tableau 4.7 Indices des spectres infrarouges FTIR du bitume B

				Indices des différents états du bitume B (sans unité)							
Numéro du Pic	Groupement représenté	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Origine	RTFO 85 minutes	RTFO 150 minutes	RTFO 300 minutes	PAV 20 heures	PAV 30 heures	PAV 40 heures	
1	Aliphatique (1)	2766	2998	0,80103162	0,80177027	0,8017633	0,80227624	0,80191101	0,8017566	0,80270205	
2	Aldéhyde	2743	2710	0,00106334	0,00115947	0,00111295	0,00110312	0,00100921	0,00098038	0,00101825	
3	Carbonyle	1760	1660	0,00087122	0,00074819	0,00136905	0,00387159	0,00650523	0,0084431	0,00814158	
4	Aromatique (1)	1639	1544	0,02792494	0,02570301	0,02568784	0,02570621	0,02646864	0,02742567	0,02762535	
5	Aliphatique (2)	1508	1397	0,16577813	0,16471781	0,16485773	0,16432595	0,16460802	0,16495982	0,16403812	
6	Aliphatique (3)	1391	1350	0,03319025	0,03351192	0,03337897	0,03339781	0,03348097	0,03328359	0,03325984	
7	Sulphoxyde	1039	1010	0,02381902	0,0217816	0,02621175	0,03113705	0,040718	0,03717853	0,02519091	
8	Aromatique (2)	908	838	0,01640469	0,01728811	0,01703742	0,0174929	0,01639095	0,01648375	0,01657488	
9	Aromatique (3)	837	785	0,01587302	0,01633538	0,01642423	0,0168776	0,01719377	0,01653578	0,01712363	
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	733	715	0,00494363	0,00500869	0,00486376	0,00477796	0,00496672	0,00490964	0,00498611	

Ces résultats sont assez complexes à analyser sous forme de tableaux. Le but étant de comparer l'évolution des caractéristiques chimiques des deux bitumes soumis aux mêmes protocoles de vieillissement, une représentation graphique pour chacun des indices pour les deux bitumes peut être proposée afin d'observer les changements chimiques au cours du vieillissement.

4.1.6.1 Groupement aliphatique

Les indices calculés pour les différents pics caractéristiques du groupement aliphatique sont représentés graphiquement aux Figures 4.8 (pic de longueurs d'onde $\lambda : 2466-2998 \text{ cm}^{-1}$), 4.9 ($\lambda : 1397-1508 \text{ cm}^{-1}$) et 4.10 ($\lambda : 1350-1391 \text{ cm}^{-1}$). Les représentations graphiques de ces indices montrent une tendance de ceux-ci à conserver une valeur relativement stable au cours du vieillissement, ceci confortant le choix pris quant à la méthode de calcul des indices (basée sur leur faible variation). Les coefficients de variation de ces trois différents indices pour les deux bitumes (visibles dans les Tableaux 4.6 et 4.7) n'excèdent pas la valeur de 1%, ce qui indique que les groupements aliphatiques observent une grande inertie quant au processus de vieillissement par oxydation. Il est cependant à noter que les coefficients de variation du bitume « A » sont toujours plus élevés que les ceux du bitume « B ». Ceci pourrait montrer que les groupements aliphatique du bitume « B » seraient moins impactés que ceux du bitume « A ».

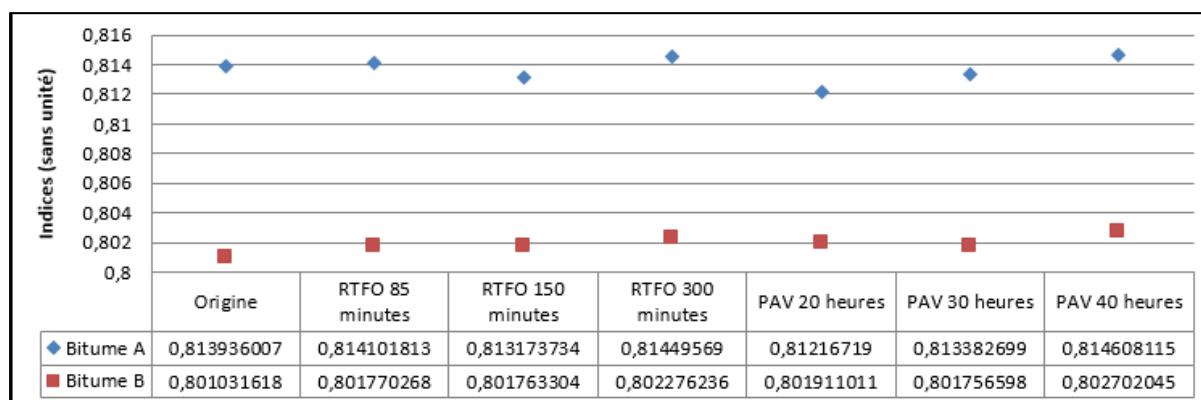
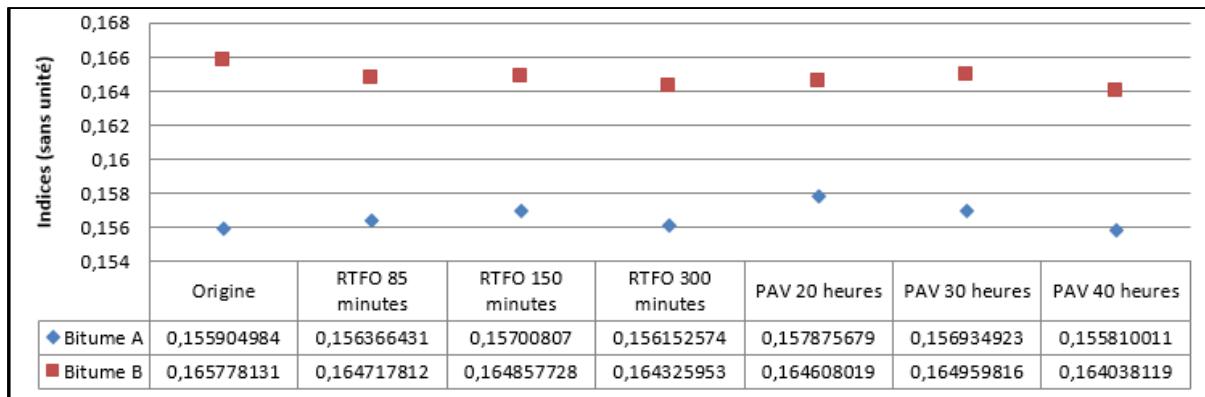
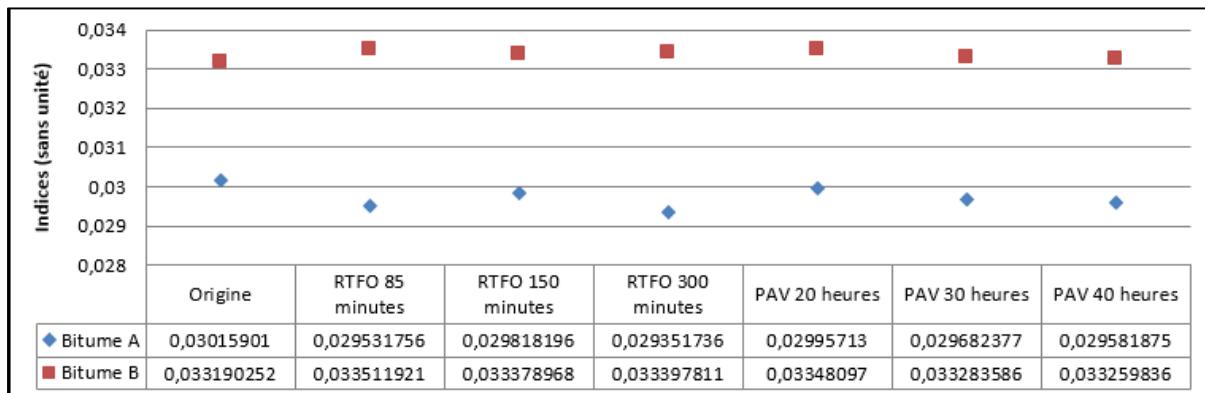


Figure 4.8 Indices du pic « Aliphatique (1) » de longueur d'onde $2766-2998 \text{ cm}^{-1}$

Figure 4.9 Indices du pic « Aliphatique (2) » de longueur d’onde 1397-1508 cm⁻¹Figure 4.10 Indices du pic « Aliphatique (3) » de longueur d’onde 1350-1391 cm⁻¹

Il peut être également remarqué que les valeurs des indices entre les bitumes diffèrent. Le bitume « A » possède un indice « Aliphatique (1) » supérieur à celui du bitume « B », mais possède des indices « Aliphatique (2) et (3) » inférieurs à celui du bitume « B ». D’après Feng et al. (2015), le pic de l’indice « Aliphatique (3) » de cette étude serait lié à la présence d’aliphatiques ramifiés au sein de l’échantillon. Ainsi, il pourrait être énoncé que le bitume « B » posséderait une quantité de chaîne carbonées ramifiées plus importante que le bitume « A ». Plus une chaîne carbonée est ramifiée, et plus les interactions intermoléculaires (liaisons de Van der Waals) sont faibles par rapport à celle d’une chaîne linéaire, induisant que l’énergie à fournir pour vaincre ces liaisons est moindre. Selon ce principe, le bitume « B », possédant un nombre plus élevé de ramifications, observerait des interactions de Van der Waals moins importantes que le bitume « A ». Aussi, selon Feng et al. (2015), l’indice du pic Aliphatique

(3) reflète les changements dans la structure aliphatique du bitume, et que l'augmentation de la valeur de son indice implique la formation de chaînes carbonées ramifiées, notamment due au vieillissement par ultraviolet venant interagir avec les doubles liaisons intramoléculaires des chaînes carbonées. Pour cette étude, les indices varient de façon minime ($CV\% < 1\%$), ce qui tend à indiquer que le phénomène de formation de chaînes ramifiées est faible.

L'indice du pic caractéristique des « longues chaînes carbonées » (nombre de carbones en chaîne supérieur à 4) varie lui de façon plus importante, avec des coefficients de variation pour le bitume « A » égaux à 2,41% et pour le bitume « B » égaux à 1,62 %. Cet indice est représenté par la Figure 4.11. L'indice du bitume « A » tend à la décroissance dès lors que le bitume est oxydé, alors que les valeurs du bitume « B » semblent plus stables au cours du vieillissement. La valeur de l'indice du bitume « A » est cependant supérieure à celle du bitume « B », quelle que soit l'état de vieillissement, ce qui porte à penser que le bitume « A » possède plus de longues chaînes que le bitume « B », et ceux quel que soit l'état de vieillissement du bitume.

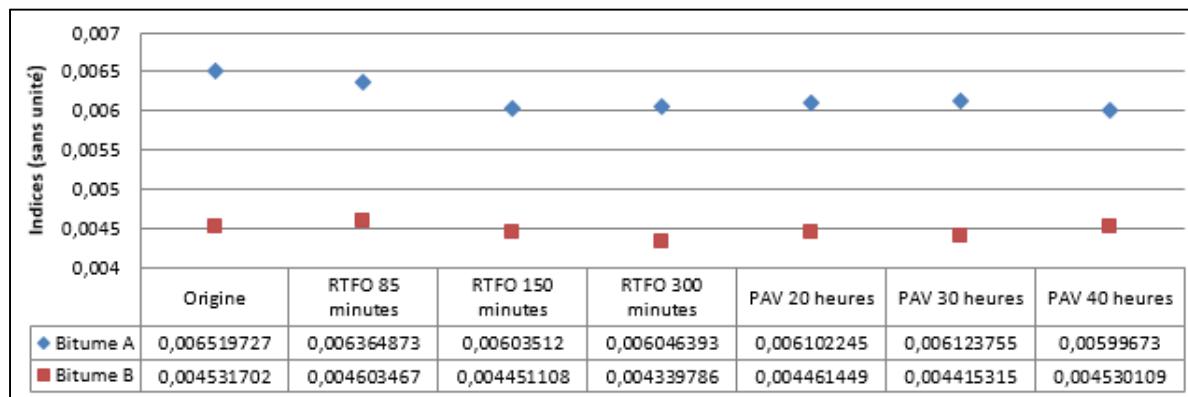


Figure 4.11 Indices du pic « Longues chaînes carbonées » de longueur d'onde $715-733 \text{ cm}^{-1}$

4.1.6.2 Groupement aromatique

Les indices calculés pour les différents pics caractéristiques des groupements aromatiques sont représentés graphiquement par les Figures 4.12 (pic de longueurs d'onde $\lambda : 1544-1639 \text{ cm}^{-1}$), 4.13 ($\lambda : 838-908 \text{ cm}^{-1}$) et 4.14 ($\lambda : 785-837 \text{ cm}^{-1}$). Les Tableaux 4.6 et 4.7 de la section 4.1.6 montrent que les coefficients de variation de ces indices sont plus élevés que ceux du

groupement aliphatique, ce qui signifie que le vieillissement par oxydation aurait un impact plus important sur le phénomène d'aromatisation des chaînes carbonées. Cependant, il est plus ardu, à la vue des représentations graphiques, de statuer sur une tendance de l'évolution des groupements aromatiques.

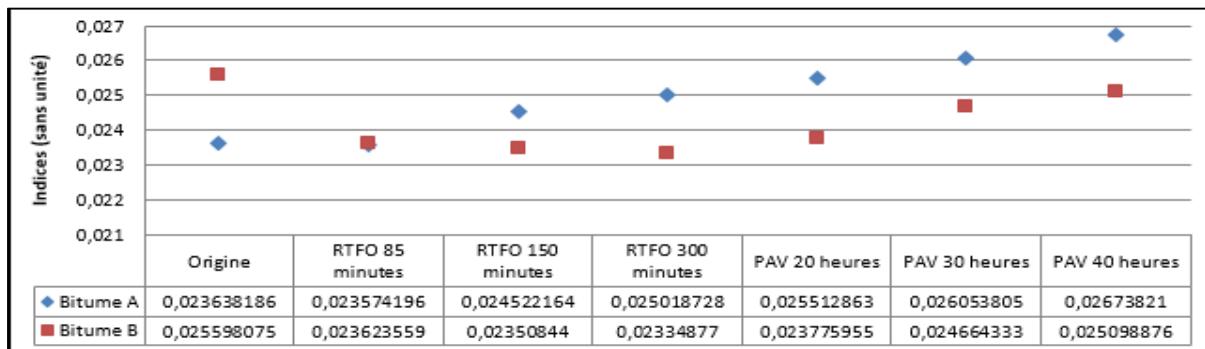


Figure 4.12 Indices du pic « Aromatique (1) » de longueur d'onde 1544-1639 cm⁻¹

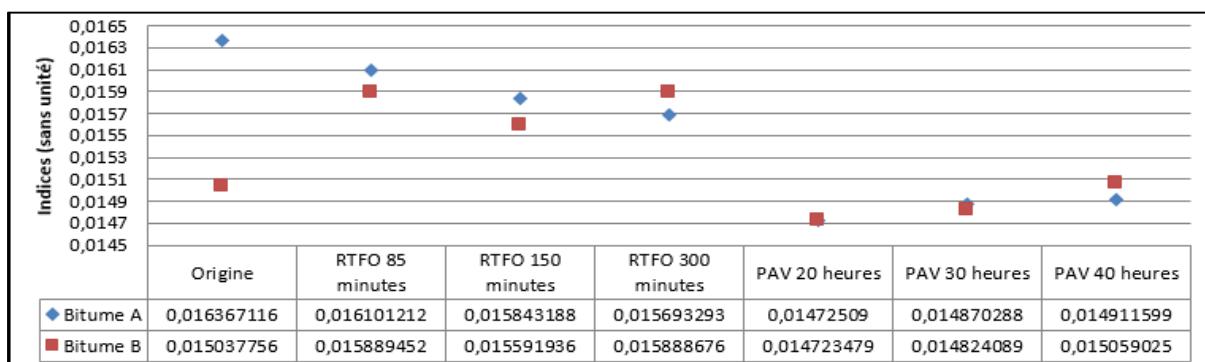


Figure 4.13 Indices du pic « Aromatique (2) » de longueur d'onde 838-908 cm⁻¹

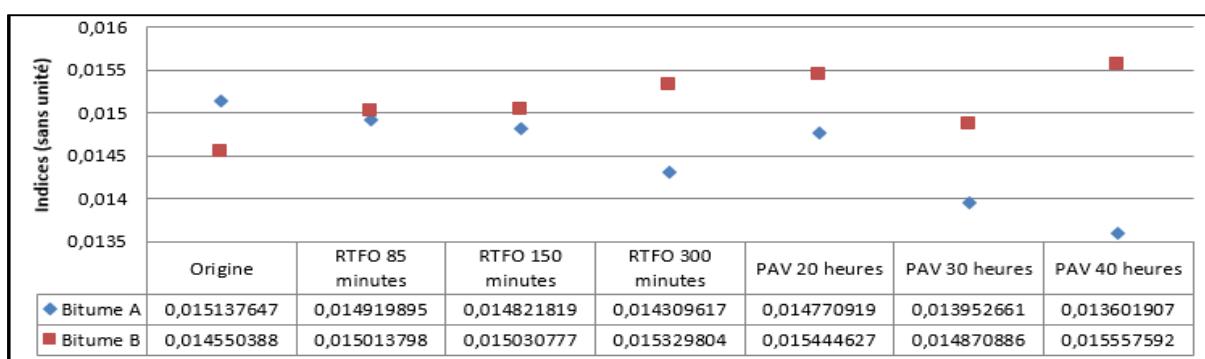


Figure 4.14 Indices du pic « Aromatique (3) » de longueur d'onde 785-837 cm⁻¹

4.1.6.3 Groupements contenant de l'oxygène : Aldéhyde, Carbonyle et sulphoxyde

Trois pics du spectre infrarouge des deux bitumes sont représentatifs de groupements contenant de l'oxygène, à savoir les groupements aldéhydes (liaisons C=O en bout de chaînes carbonées), carbonyles (liaisons C=O) et sulphoxydes (liaisons S=O). Ces liaisons contenant de l'oxygène sont caractéristiques du vieillissement du bitume, comme son nom l'indique, par « oxydation ». Ainsi, au plus l'indice d'un de ces groupement sera élevé, au plus l'oxydation sera prononcée au sein du bitume.

Les indices calculés pour le pic caractéristique du groupement aldéhyde sont représentés graphiquement par la Figure 4.15. Tout d'abord, contrairement aux groupements aliphatique et aromatique, le coefficient de variation du bitume « B » est supérieur à celui du bitume « A ». Aussi, les indices du bitume « B » sont supérieurs à ceux du bitume « A », hormis pour les bitumes « PAV 20 heures » où le constat est inverse. Cela indique une présence d'aldéhyde plus importante dans le bitume « B » que dans le bitume « A ». Il pourrait être ainsi supposé que le bitume « B » soit plus vieilli que le bitume « A », d'après l'indice des aldéhydes.

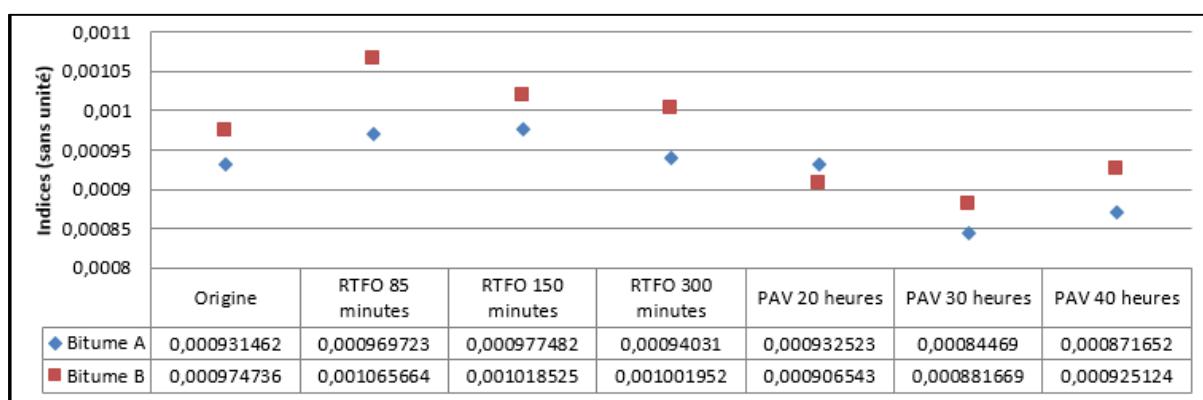


Figure 4.15 Indices du pic « Aldéhyde » de longueur d'onde 2743-2710 cm⁻¹

Cependant, la tendance des résultats entre les états de vieillissements tendent à invalider cette hypothèse. En effet, les deux bitumes semblent posséder un indice supérieur pour les états de vieillissement « RTFO 85 minutes » que celui du vieillissement « RTFO 300 minutes », qui est un protocole de vieillissement plus drastique, du fait que ce soit le même traitement mais

plus long. De plus, les indices des bitumes vieillis au PAV sont inférieurs à ceux des bitumes originaux. Un bitume vieilli à long terme possèderait alors moins de groupements aldéhydes qu'un bitume dans son d'origine. Ainsi, il peut être conclu que l'indice des aldéhydes ne peut être considéré comme un indicateur du vieillissement pour cette étude, même si celui-ci varie avec le vieillissement.

La Figure 4.16 représente les indices calculés pour le pic caractéristique du groupement carbonyle. Comme mentionnée dans la section 1.6.2.2, plusieurs auteurs de la littérature s'accordent sur le fait que l'indice carbonyle est un indice révélateur de l'état du vieillissement du bitume. Les résultats obtenus lors de cette étude semblent valider cet état de fait.

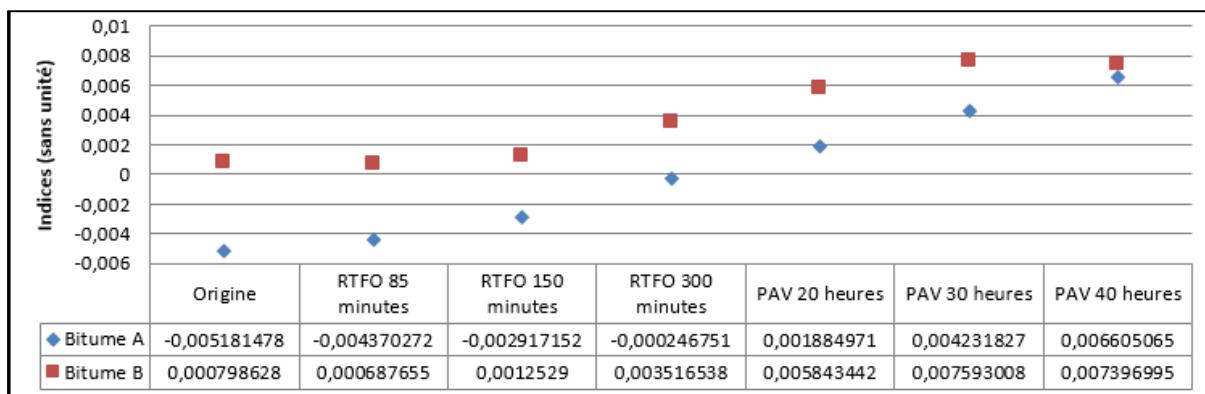


Figure 4.16 Indices du pic « Carbonyle » de longueur d'onde 1660-1760 cm⁻¹

Afin d'analyser correctement les résultats, il est tout d'abord nécessaire de noter que les indices pour ce pic sont parfois négatifs pour le bitume « B ». Ceci peut s'expliquer par le choix arbitraire des bornes d'intégration du pic. Le fait que les valeurs des indices soient négatives rend les coefficients de variation impossible à exploiter. En effet, la valeur du coefficient de variation du bitume « B » est de 10599 %, car la moyenne des indices est proche de 0.

Il serait ici un non-sens de quantifier les liaisons C=O à l'aide des indices obtenus. Effectivement, il ne peut y avoir une « quantité négative » de liaisons. Cependant, même si une quantification des liaisons est impossible avec les indices obtenus, les valeurs des indices restent eux valables, car ils reflètent la variation de position des spectres par rapport au segment

défini par les deux bornes d'intégration utilisées pour le calcul des aires. Les indices comparés entre eux, au sein d'un même bitume, restent un bon indicatif de l'évolution du spectre au fil du vieillissement. La représentation graphique montre alors l'évolution du pic carbonyle plus qu'il ne permet de quantifier les liaisons associées à ce pic.

Les résultats obtenus pour chacun des bitumes montrent que plus le traitement d'oxydation est rude, au plus les indices carbonyles augmentent. Au sein d'un même protocole de vieillissement (RTFO ou PAV), une augmentation du temps de traitement entraîne une augmentation de l'indice (hormis pour le résultat du bitume « B PAV 40 heures »). Les protocoles de vieillissement RTFO et PAV ne peuvent être comparés entre eux en termes de «temps équivalent de vieillissement», car les protocoles « RTFO 150 et 300 minutes » ainsi que les protocoles « PAV 30 heures et 40 heures » ne sont pas des protocoles standards. Cependant, il peut être remarqué que les traitements PAV possèdent un indice supérieur à celui du « RTFO 85 minutes », ce qui est cohérent du fait que ce vieillissement soit préalable aux vieillissements PAV. Il peut alors être conclu que ces indices semblent être un bon indicateur de l'état de vieillissement.

En comparant les résultats des deux bitumes, il peut être observé que l'indice du bitume « A » augmente plus vite que celui du bitume « B ». L'indice du bitume « A » augmente entre l'état d'origine et celui du « PAV 40 heures » d'une valeur de 0,0129, contre 0,0073 pour le bitume « B », ce qui représente une évolution presque deux fois plus importante. Il pourrait donc être conclu de cette observation que le bitume « A » vieillirait de façon beaucoup plus importante que le bitume « B », ce qui concorderait avec l'évolution des comportements rhéologiques.

La figure 4.17 quant à elle représente les indices calculés pour le pic caractéristique du groupement sulphonyde. Selon la littérature, ce pic est également un indicateur du vieillissement. Les résultats obtenus montrent une tendance pour les deux bitumes à l'augmentation de la valeur des indices au plus celui-ci est vieilli. Ce constat se remarque aisément sur les résultats du bitume « A » (hormis pour le bitume « PAV 40 heures »), mais est difficilement observable pour les résultats du bitume « B ». Il peut être notamment

remarqué que le bitume « B Original » possède un indice supérieur au bitume « B RTFO 85 minutes », ce qui n'est pas cohérent si l'on considère que l'indice augmente avec l'oxydation. Aussi, les valeurs des indices du vieillissement PAV du bitume « B » diminuent au plus le traitement est long, ce qui contredit l'hypothèse d'une augmentation d'indice lors d'une oxydation prolongée. Il a été émis comme hypothèse que la complexité géométrique du pic (représenté dans ce rapport pour le bitume « A » à la Figure 4.6 dans la section 4.1.4) liée au choix arbitraire des bornes d'intégration des aires a pu impacter les résultats.

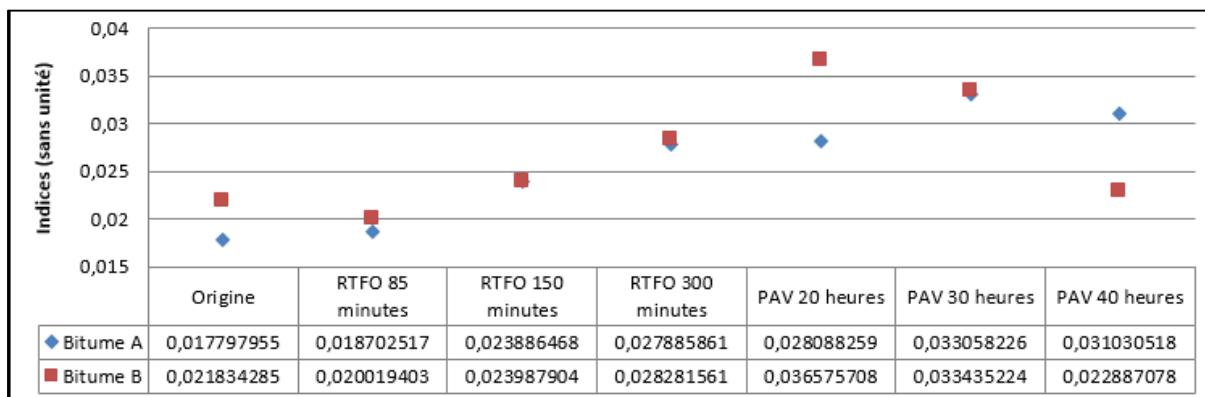


Figure 4.17 Indices du pic « Sulphoxyde » de longueur d'onde 1010-1039 cm^{-1}

La comparaison des indices du pic sulphonyde des deux bitumes ne permet pas d'indiquer qu'un bitume subit plus l'oxydation que l'autre. Même si les résultats des deux bitumes ne sont pas les mêmes pour les états d'origine et les « PAV 20 et 40 heures », les valeurs des indices sont quasiment identiques pour le reste des états de vieillissement, ce qui tend à faire penser que les deux bitumes semblent avoir leur pic sulphonyde qui évolue globalement de la même façon lors du vieillissement.

4.2 Méthodes de caractérisation non-concluantes pendant cette étude

Suite à la méthode d'analyse chimique par spectroscopie infrarouge FTIR, d'autres méthodes ont été employées afin de caractériser de façon plus exhaustive les différents états de bitumes. Ces méthodes, utilisées dans d'autres études contenues dans la littérature, n'ont pas été

concluante dans le cadre de ce projet. Cette section traite donc de ces méthodes d'essais ainsi que des limites rencontrées.

4.2.1 Caractérisation par analyse thermique (TGA/DSC)

La méthode de caractérisation chimique par analyse thermogravimétrie et calorimétrie différentielle à balayage (TGA/DSC) est fréquemment utilisée dans le domaine des bitumes. Cette méthode est la plus souvent employée pour analyser la composition chimique d'un échantillon, à condition que ces constituants se décomposent à différentes plages de températures. Elle peut également être proposée pour déterminer les températures de transition vitreuse des matériaux.

Dans le cadre des bitumes, la méthode d'essai TGA/DSC permet de donner une emprunte chimique du bitume. Comme la nature chimique du bitume est impactée par le vieillissement par oxydation, ces variations de composition sont observables par cette méthode. De par la composition chimique très complexe du bitume, l'analyse des résultats des essais ne donnent pas accès à une liste complète des constituants chimiques qui le composent. Cependant, de nombreuses études (Sonibare et al. 2003, Songhun Yoon et al. 2009 Mouazen et al. 2013) emploient cette méthode pour l'étude chimique de bitumes ou de sables bitumineux lorsqu'une évolution chimique est à démontrer (exposition aux radiations gamma) ou lorsqu'on veut comparer plusieurs bitumes. Cette méthode s'est donc montrée intéressante dans le cadre de ce projet.

4.2.1.1 Équipement et principe

L'appareillage employé pour cette étape du projet est un analyseur thermogravimétrique de marque « Perkin Elmer » et de modèle « STA 8000 », comme représenté à la Figure 4.18. L'analyseur est couplé à un thermostat à eau permettant à celui-ci de refroidir rapidement. Les essais TGA et DSC sont réalisés simultanément par l'appareil. La masse des échantillons a été fixée entre 15 et 25mg, soit la masse d'une goutte de bitume déposée en sortie du four. La plage thermique d'analyse a été fixée de 200 à 600°C, car aucune variation de masse n'est

observée entre la température ambiante de la pièce (environ 20 degrés) et 200°C, et au-delà de 600°C, la perte de masse stagne. Les expériences ont été conduites avec une rampe thermique de 20°C/min, pour un temps de montée en température de 20 minutes.



Figure 4.18 Analyseur thermogravimétrique « STA 8000 »
de marque Perkin Elmer

Le but de l'essai étant d'appréhender les variations de composition chimique des bitumes dues au vieillissement par oxydation, un flux d'azote a été envoyé dans l'enceinte de l'analyseur, à un débit de 19,8 ml/min. Ceci évite tout phénomène d'oxydation parasite généré par l'essai en lui-même. Une fois l'échantillon de bitume placé dans l'analyseur, un temps de repos de 15 minutes a été observé une fois l'enceinte fermée pour permettre de limiter la présence d'oxygène grâce au flux d'azote.

4.2.1.2 Résultats des tests préliminaires et limite de cette méthode

Les premiers essais ont eu pour but de savoir si la méthode était répétable dans les mêmes conditions de rampe de température, de flux d'azote et de masse de bitume. Ainsi, plusieurs essais ont été réalisés sur le même bitume, à savoir le bitume « A original ». Les résultats

obtenus ont montré une grande variabilité, malgré l'attention portée à respecter scrupuleusement le protocole d'essais.

L'hypothèse la plus probable est que cette variabilité soit due à la variation de masses des échantillons. Cette variation de masse s'explique par la méthode d'échantillonnage employée. Le but de l'analyse thermique est d'appréhender les variations de nature chimique du bitume, dues à l'oxydation de celui-ci. Tout comme avec les échantillons des essais FTIR, l'exposition du bitume à une chaleur intense risque de modifier localement la composition chimique du bitume. Ainsi, l'utilisation d'une spatule chauffée pour déposer une quantité relativement contrôlée de bitume est contre-indiquée. De plus, le bitume est une matière collante et pénible à manipuler à température ambiante. Aussi, l'emploi de verreries classiques (comme une pipette graduée ou jaugée) est également contre-indiqué car leur nettoyage est laborieux. Il est de ce fait nécessaire de chauffer le bitume lors de l'échantillonnage.

L'échantillonnage nécessite alors de venir chauffer le bitume dans un bêcher grâce à un four, à une température suffisante pour le fluidifier (130-160°C selon l'état de bitume), puis déposer une goutte de bitume dans les cuves en alumine de l'appareil. Il est impossible par cette méthode d'avoir un contrôle précis de la masse de l'échantillon. Même en déposant une simple goutte, la masse de l'échantillon varie de 15 à 25 mg, ce qui pourrait provoquer la variation des résultats de l'essai.

Les résultats du l'essai variant de façon significative au sein d'un même bitume, la méthode n'a pas permis une caractérisation précise des différents états de bitume.

4.2.2 Caractérisation par analyse des dégagements gazeux (EGA)

Lors d'un essai d'analyse thermique (TGA/DSC), la masse de l'échantillon de bitume placé dans l'enceinte de l'appareil vient diminuer au fil de la montée en température. Cette perte de masse s'explique par une évaporation des fractions les plus légères du bitume. Ces fractions se retrouvent alors sous formes gazeuses et viennent à être relâchées hors de l'enceinte thermique.

Le principe de l'analyse des dégagements gazeux (ou « Evolved gas analysis » (EGA)) consiste à étudier les gaz issus des essais TGA/DSC. Cet essai consiste donc à relier un analyseur thermogravimétrique à un appareillage capable d'analyser un gaz, tel qu'un spectromètre infrarouge FTIR, un spectromètre de masse ou encore un chromatographe en phase gazeuse. Le principe de cette méthode est schématisé à la Figure 4.19. Les premiers essais de cette méthode d'analyse datent de l'année 2004, et au moins 50% des applications de celle-ci concernent les polymères et les composés inorganiques (Materazzi et Al. 2012).

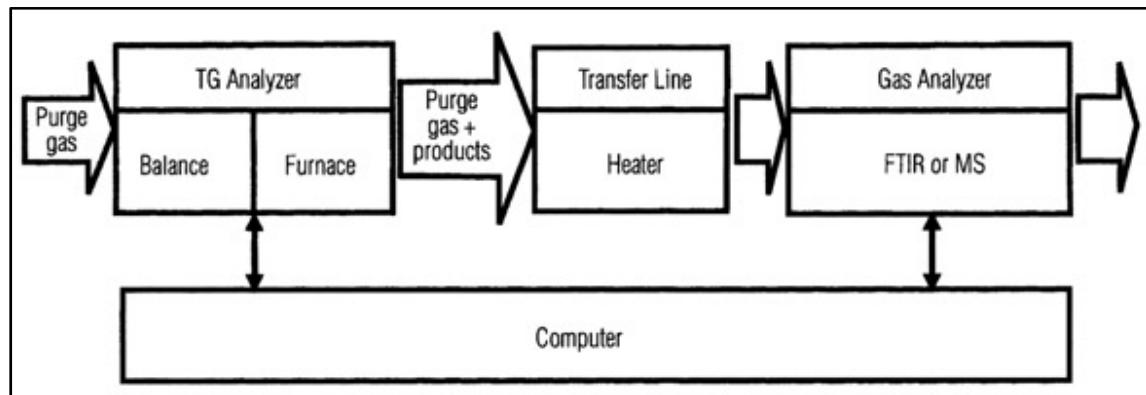


Figure 4.19 Principe de l'analyse des dégagements gazeux (EGA)

Cet essai présente l'intérêt, dans le cas d'échantillons contenant un faible nombre d'espèces chimiques, de pouvoir détecter et identifier les composés présents dans le gaz (Materazzi et Al. 2012). Cette identification des gaz peut permettre la caractérisation de la matière contenue dans l'analyseur TGA, ainsi que les procédés de dégradation (comme la pyrolyse ou l'oxydation).

4.2.2.1 Équipement et principe

L'appareillage de cette méthode est, comme précisé précédemment à la Figure 4.19, constitué de trois composants majeurs : l'analyseur thermogravimétrique, une ligne de transfert et un analyseur de gaz. Pour ce projet, l'analyseur thermogravimétrique est le même que celui des essais TGA/DSC, à savoir un TGA de la marque « Perkin Elmer » et de modèle « STA 8000 ». L'analyseur de gaz est ici un spectromètre infrarouge de marque « Perkin Elmer » et de modèle

« Spectrum Two », comme présenté en section 4.1.1. La ligne de transfert a également été fournie par l'entreprise Perkin Elmer. Cette ligne relie l'analyseur TGA, le spectromètre FTIR ainsi qu'un autre équipement non utilisé dans le cadre du projet, contenant un système d'aspiration des gaz qui évite la libération des gaz dans le laboratoire. Cette ligne de transfert est chauffée à une température réglable, pour éviter le phénomène de condensation des gaz dans la ligne. La température de cette ligne a été fixée à 300°C. Un système d'aspiration également incorporé à la ligne de transfert permet aux gaz de passer d'un appareil à l'autre. L'ensemble du dispositif est présenté à la Figure 4.20. Les essais EGA sont réalisés en parallèle des essais TGA/DSC.



Figure 4.20 Appareillage de l'analyse des dégagements gazeux (EGA)

Les réglages des différents appareils utilisés sont les mêmes que pour les essais précédents. Ainsi, les différents spectres infrarouges ont été établis sur une plage de longueurs d'ondes de 450 à 4000 cm^{-1} , avec une résolution de 0,5 cm^{-1} , avec un nombre de balayages égal à 4 pour chaque spectre. Concernant l'analyseur TGA/DSC, la plage thermique d'analyse a été fixée de 200 à 600°C, pour une rampe thermique de 20°C/min, pour un temps de montée en température de 20 minutes.

Le spectromètre FTIR réalise une prise de données en temps réel en venant établir un spectre toutes les 10,7 secondes (temps minimal d'acquisition lié à la résolution du spectre), ceci donnant un nombre total de spectres infrarouge de 112 spectres pour les 20 minutes d'essais.

4.2.2.2 Visualisation des résultats issus du logiciel « Timebase »

Le logiciel « Timebase » de Perkin Elmer permet la réalisation des 112 spectres infrarouge, ainsi que la visualisation et l'analyse de ceux-ci. Ces multiples spectres sont présentés par le logiciel selon plusieurs représentations différentes. Tout d'abord, les différents spectres sont représentés par une même figure tridimensionnelle permettant d'appréhender l'évolution globale de l'absorption au cours du temps, comme représenté à la Figure 4.21.

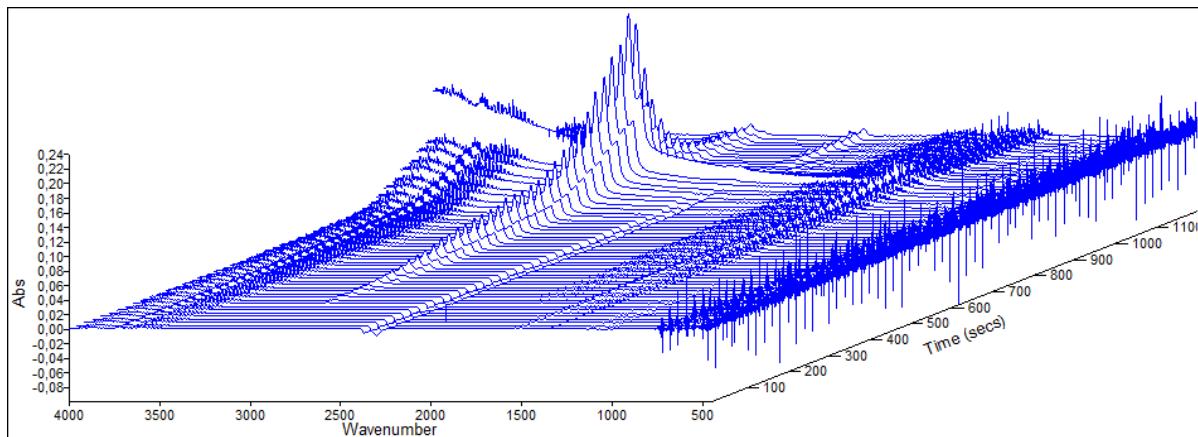


Figure 4.21 Intégralité des spectres infrarouges d'un essai EGA du bitume A Original

Ensuite, le logiciel représente l'absorbance moyenne de chaque spectre en fonction du temps, afin de connaître le moment où l'absorbance est maximale, comme le montré à la Figure 4.22. De plus, il est possible d'analyser chaque spectre individuellement en le sélectionnant en fonction du temps, comme représenté à la Figure 4.23. Les données sont transférables sur le logiciel de traitement « Spectrum » utilisé pendant les essais FTIR présentés dans la section 4.1, afin de déterminer les aires des pics. Enfin, le logiciel donne l'accès à une représentation couleur de l'absorbance en fonction du temps et de la longueur d'onde comme mis en exergue à la Figure 4.24.

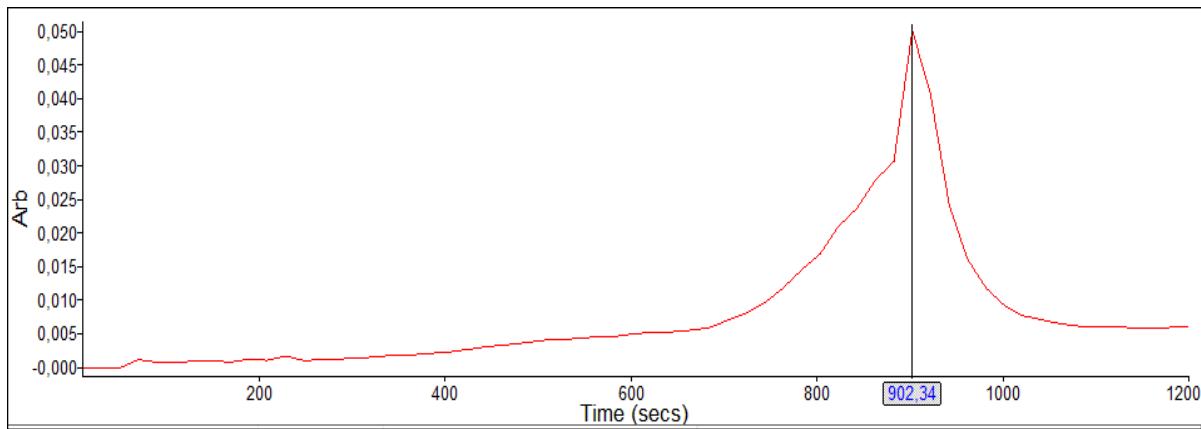


Figure 4.22 Absorbance moyenne de l'essai EGA du bitume A Original en fonction du temps

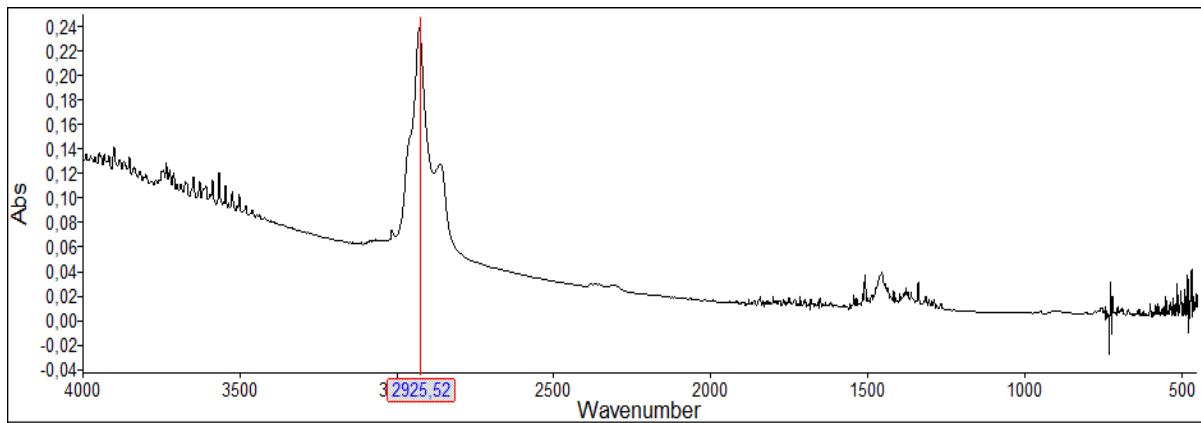


Figure 4.23 Spectre de l'essai EGA du bitume A Original associé au temps 902.34 secondes

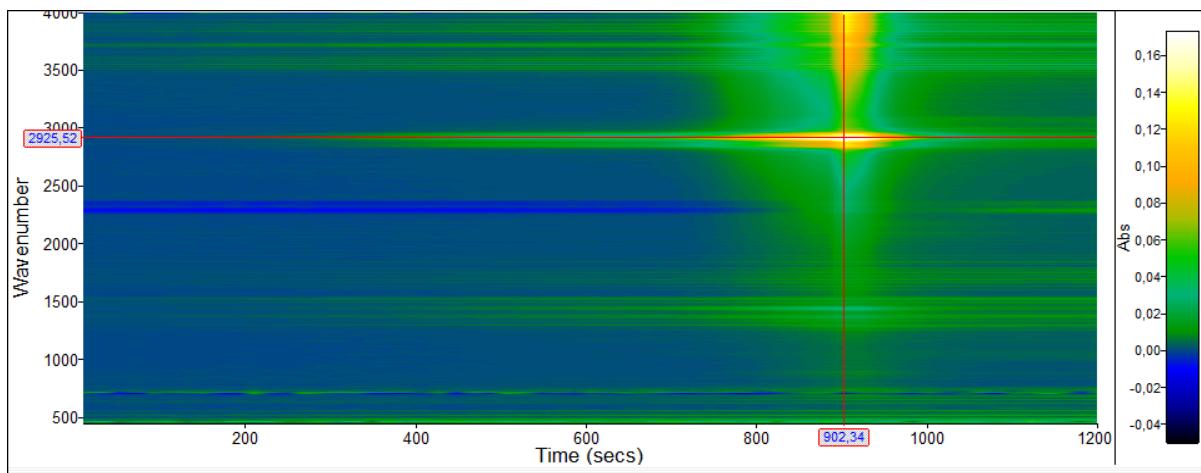


Figure 4.24 Représentation de l'absorbance en fonction du temps et de la longueur d'onde

4.2.2.3 Résultats des tests préliminaires et limite de cette méthode

Cette méthode d'essai a présenté le même problème de répétabilité que l'essai TGA/DSC, et ceux pour les même raisons. Ce manque de répétabilité rend complexe l'étude des variations chimiques des bitumes. L'impossibilité d'être précis sur la masse des échantillons fait varier de façon importante la quantité de gaz émise lors des essais TGA/DSC, ce qui impacte les résultats de l'essai EGA. Ainsi, les paramètres suivant changent lors de chaque essai pour un même bitume:

- Valeur de l'absorbance maximale,
- Temps à laquelle l'absorbance est maximale,
- Nombre de pics d'absorbance maximale (sur le graphique représenté à la Figure 4.23, il est possible d'observer plusieurs maximums locaux).

De plus, malgré le fait que plusieurs études emploient la méthode d'essai EGA utilisant le spectromètre infrarouge pour l'analyse des gaz (Povolo et Al. 2011, Gómez et al. 2014), peu d'études concernent l'analyse du bitume ou autres matériaux bitumineux. Les études concernant les bitumes n'emploient pas de méthode d'EGA par infrarouge, mais utilisent des spectromètres de masses (Zhao et Al. 2012, Martinez Correa 2012). Il est donc complexe d'analyser les résultats, de par le manque d'informations liées à cet essai dans la littérature.

4.3 Conclusion sur la caractérisation chimique

La caractérisation chimique s'est montrée plus laborieuse que la caractérisation rhéologique et ceux pour plusieurs raisons. Premièrement, un manque de normalisation des essais pour les méthodes employées à rendu l'obtention et l'analyse des résultats laborieux. Par exemple, la méthode de détermination des aires et la formule de calcul des indices des pics infrarouges ont été la source de nombreux questionnements, et les décisions prises sont discutables car elles font varier considérablement les résultats obtenus.

Dans un second temps, une difficulté a été notée en ce qui concerne l'échantillonnage en lui-même. Les résultats des essais TGA/DSC et EGA sont forts dépendant de la masse des échantillons. Il faut une variabilité minimale de la masse des échantillons pour obtenir des résultats représentatifs. Cependant, un tel contrôle de la masse des échantillons est difficilement accessible en ce qui concerne le bitume, de par son aspect collant et peu pratique à manipuler. De plus, le fait de chauffer les bitumes afin de les rendre fluides impacte les résultats, car l'on souhaite ici observer les variations chimiques dues à l'oxydation des bitume. Il est donc impossible de jouer sur la fluidité des bitumes pour contrôler la masse des échantillons. Cette difficulté a rendu les résultats des essais TGA/DSC et EGA non exploitables.

Malgré les difficultés rencontrées, la méthode par spectroscopie infrarouge a donné des résultats exploitables. L'étude des différents indices des spectres infrarouges ont montré que les pics carbonyle et sulphoxyde reflètent l'état d'oxydation du bitume, car leur aire augmente conjointement avec l'augmentation de la durée du traitement de vieillissement par oxydation. Ces deux indices seront donc les éléments à corrélérer avec l'évolution des caractéristiques rhéologiques.

CHAPITRE 5

CORRÉLATION ENTRE LES CARACTÉRISATIONS RHÉOLOGIQUE ET CHIMIQUE

Le but premier du projet étant d’appréhender l’impact du vieillissement par oxydation sur les caractéristiques rhéologique et chimique de deux bitumes de même grade de performance et d’origine pétrolière différente. Ce présent chapitre porte sur la recherche de corrélations potentielles entre les propriétés rhéologiques et chimiques présentées dans les deux chapitres précédents. Pour cela, une réflexion sera en premier lieu portée sur le choix des différentes propriétés à utiliser pour rechercher ces corrélations, de par le nombre important de résultats. Ensuite, les liens entre paramètres rhéologiques et chimiques seront recherchés.

5.1 Sélection des critères de corrélations

Pour caractériser rhéologiquement les deux bitumes, des essais DSR et BBR ont été réalisés respectivement pour obtenir des propriétés à hautes/moyennes et basses températures. Les multiples mesures des essais DSR permettent de définir les bitumes selon un large panel de conditions en termes de températures et de fréquences de sollicitation, ce qui a permis de visualiser de façon poussée l’effet de l’oxydation sur le comportement des bitumes. Lors de cette comparaison, les résultats des essais DSR pour les fréquences réduites (à $T_{ref} = 25^{\circ}\text{C}$) 0,00001 Hz, 0,01 Hz et 10 Hz seront utilisés, et non l’ensemble des résultats, pour faciliter l’étude. Les Tableaux 5.1 et 5.2 mettent en avant ces résultats respectivement pour les bitumes A et B.

Les essais BBR fournissent quant à eux un nombre plus restreint de résultats. Le module de rigidité $S(60)$ et le taux de fluage $m(60)$ seront donc utilisés comme critère. Le Tableau 5.3 résume les résultats obtenus lors des différents essais BBR.

Concernant la caractérisation chimique, les indices des spectres infrarouges pourraient tous faire office de critères de corrélations. Cependant, seuls les indices carbonyles et sulfoxydes

présentent des tendances pouvant coïncider avec le phénomène d'oxydation, comme il a été précisé dans la conclusion du chapitre 4. Ces deux critères ont donc été utilisés pour la recherche de corrélations. Pour cette étude, les indices ont été multipliés par un facteur 1000 par soucis de visibilité de l'axe des abscisses des représentations graphiques. Le Tableau 5.4 met en exergue les indices carbonyles et sulphoxydes employés pour cette étape du projet.

Tableau 5.1 Résultats des essais DSR du bitume A ($T_{ref} = 25^{\circ}\text{C}$) utilisés pour la recherche de corrélation

Bitume A		Propriétés réologiques			
Fréquence réduite (en Hz)		1,00E-05			
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module complexe (en Pa)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Valeur du module élastique (en Pa)	Valeur du module visqueux (en Pa)
Original	1,40E-05	6,47E+00	89,93	1,01E-02	6,47E+00
RTFO 85 minutes	1,40E-05	7,12E+01	87,80	2,74E+00	7,11E+01
RTFO 150 minutes	1,41E-05	3,54E+02	80,73	5,71E+01	3,49E+02
RTFO 300 minutes	1,41E-05	4,60E+03	62,13	2,15E+03	4,07E+03
PAV 20 Heures	1,15E-05	1,65E+03	72,63	4,94E+02	1,58E+03
PAV 30 Heures	1,39E-05	7,77E+03	62,07	3,64E+03	6,87E+03
PAV 40 Heures	1,19E-05	1,11E+04	59,17	5,73E+03	9,56E+03
Fréquence réduite (en Hz)		1,00E-02			
	Valeur du module complexe (en Pa)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Valeur du module élastique (en Pa)	Valeur du module visqueux (en Pa)	
Original	3,59E+03	79,13	6,78E+02	3,53E+03	
RTFO 85 minutes	2,43E+04	62,13	1,14E+04	2,15E+04	
RTFO 150 minutes	5,72E+04	56,93	3,12E+04	4,80E+04	
RTFO 300 minutes	2,46E+05	43,90	1,77E+05	1,70E+05	
PAV 20 Heures	1,94E+05	49,47	1,26E+05	1,48E+05	
PAV 30 Heures	3,26E+05	46,17	2,26E+05	2,35E+05	
PAV 40 Heures	4,05E+05	46,10	2,81E+05	2,92E+05	
Fréquence réduite (en Hz)		1,00E+01			
	Valeur du module complexe (en Pa)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Valeur du module élastique (en Pa)	Valeur du module visqueux (en Pa)	
Original	6,39E+05	57,97	3,39E+05	5,41E+05	
RTFO 85 minutes	1,33E+06	41,63	9,98E+05	8,86E+05	
RTFO 150 minutes	1,99E+06	33,63	1,66E+06	1,10E+06	
RTFO 300 minutes	2,71E+06	21,50	2,52E+06	9,92E+05	
PAV 20 Heures	4,96E+06	39,10	3,85E+06	3,12E+06	
PAV 30 Heures	6,27E+06	36,40	5,05E+06	3,72E+06	
PAV 40 Heures	7,31E+06	35,17	5,97E+06	4,21E+06	

Tableau 5.2 Résultats des essais DSR du bitume B ($T_{ref} = 25^\circ\text{C}$) utilisés pour la recherche de corrélation

Bitume B	Propriétés réologiques				
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E-05				
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module complexe (en Pa)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Valeur du module élastique (en Pa)	Valeur du module visqueux (en Pa)
Original	1,42E-05	4,17E+00	89,97	3,40E-03	4,17E+00
RTFO 85 minutes	1,00E-05	1,38E+01	89,83	3,50E-02	1,38E+01
RTFO 150 minutes	1,16E-05	3,20E+01	89,67	1,84E-01	3,20E+01
RTFO 300 minutes	9,83E-06	3,83E+02	85,43	3,04E+01	3,82E+02
PAV 20 Heures	1,18E-05	1,66E+02	88,13	5,39E+00	1,66E+02
PAV 30 Heures	1,41E-05	5,75E+02	84,03	5,97E+01	5,72E+02
PAV 40 Heures	9,65E-06	3,73E+02	84,97	3,28E+01	3,72E+02
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E-02				
	Valeur du module complexe (en Pa)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Valeur du module élastique (en Pa)	Valeur du module visqueux (en Pa)	
Original	3,02E+03	84,67	2,81E+02	3,01E+03	
RTFO 85 minutes	1,05E+04	78,50	2,09E+03	1,03E+04	
RTFO 150 minutes	2,10E+04	73,57	5,93E+03	2,01E+04	
RTFO 300 minutes	1,08E+05	61,20	5,20E+04	9,45E+04	
PAV 20 Heures	6,49E+04	65,77	2,66E+04	5,92E+04	
PAV 30 Heures	1,32E+05	61,57	6,28E+04	1,16E+05	
PAV 40 Heures	1,12E+05	60,90	5,44E+04	9,77E+04	
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E+01				
	Valeur du module complexe (en Pa)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Valeur du module élastique (en Pa)	Valeur du module visqueux (en Pa)	
Original	1,01E+06	61,93	4,75E+05	8,91E+05	
RTFO 85 minutes	1,76E+06	48,37	1,17E+06	1,31E+06	
RTFO 150 minutes	2,38E+06	40,80	1,81E+06	1,56E+06	
RTFO 300 minutes	6,81E+06	49,13	4,46E+06	5,15E+06	
PAV 20 Heures	5,37E+06	51,80	3,32E+06	4,22E+06	
PAV 30 Heures	7,52E+06	47,07	5,12E+06	5,50E+06	
PAV 40 Heures	6,99E+06	49,10	4,58E+06	5,28E+06	

Tableau 5.3 Résultats des essais BBR utilisés pour la recherche de corrélation

	Module de rigidité S(60) (en MPa)			
	Bitume A		Bitume B	
	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C
Original	47,25	144,00	99,00	285,00
RTFO 85 minutes	78,65	179,50	141,00	376,00
RTFO 150 minutes	93,40	202,50	174,67	409,67
RTFO 300 minutes	127,67	244,00	235,67	482,50
PAV 20 Heures	106,00	227,00	204,00	424,00
PAV 30 Heures	136,50	247,67	236,67	484,33
PAV 40 Heures	136,00	264,00	242,33	443,33
	Taux de fluage m(60) (sans unité)			
	Bitume A		Bitume B	
	T° = -18°C	T° = -24°C	T° = -18°C	T° = -24°C
Original	0,443	0,368	0,492	0,354
RTFO 85 minutes	0,368	0,323	0,424	0,322
RTFO 150 minutes	0,338	0,296	0,385	0,303
RTFO 300 minutes	0,295	0,265	0,315	0,253
PAV 20 Heures	0,296	0,261	0,332	0,266
PAV 30 Heures	0,277	0,242	0,311	0,257
PAV 40 Heures	0,261	0,240	0,312	0,274

Tableau 5.4 Indices carbonyles et sulphoxydes employés pour cette étape du projet

	Indice carboxyle (sans unité)		Indice carboxyle (sans unité)	
	Bitume A	Bitume B	Bitume A	Bitume B
Original	-5,60	0,87	19,25	23,82
RTFO 85 minutes	-4,73	0,75	20,25	21,78
RTFO 150 minutes	-3,18	1,37	26,05	26,21
RTFO 300 minutes	-0,27	3,87	30,63	31,14
PAV 20 Heures	2,08	6,51	30,93	40,72
PAV 30 Heures	4,70	8,44	36,70	37,18
PAV 40 Heures	7,34	8,14	34,47	25,19

5.2 Résultats de la recherche de corrélations

Les Figures 5.1 à 5.16 présentent les différents critères rhéologiques sélectionnés en fonction de l'indice carbonyle, pour les bitumes « A » et « B ». De par le nombre important de figures, les figures équivalentes pour l'indice sulphonyde se retrouve en annexe VI.

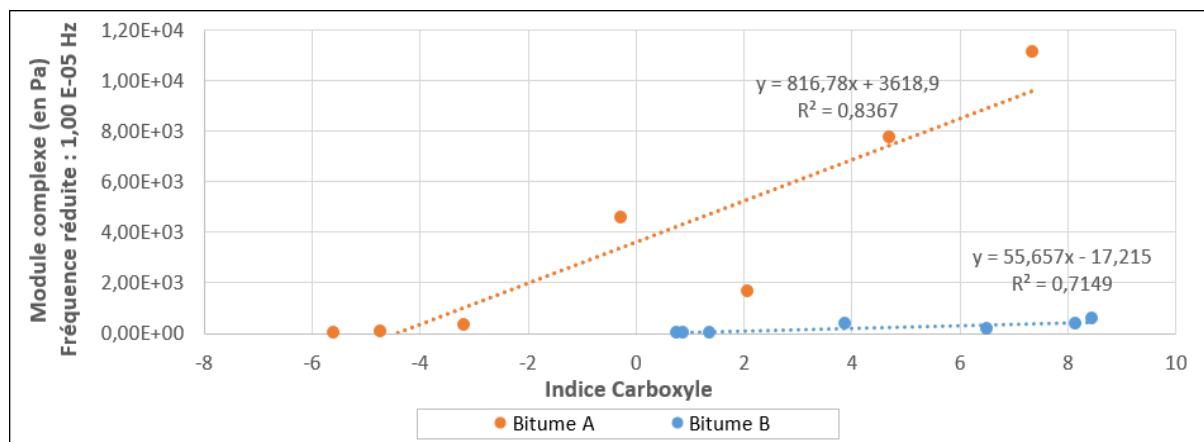


Figure 5.1 Module complexe en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz

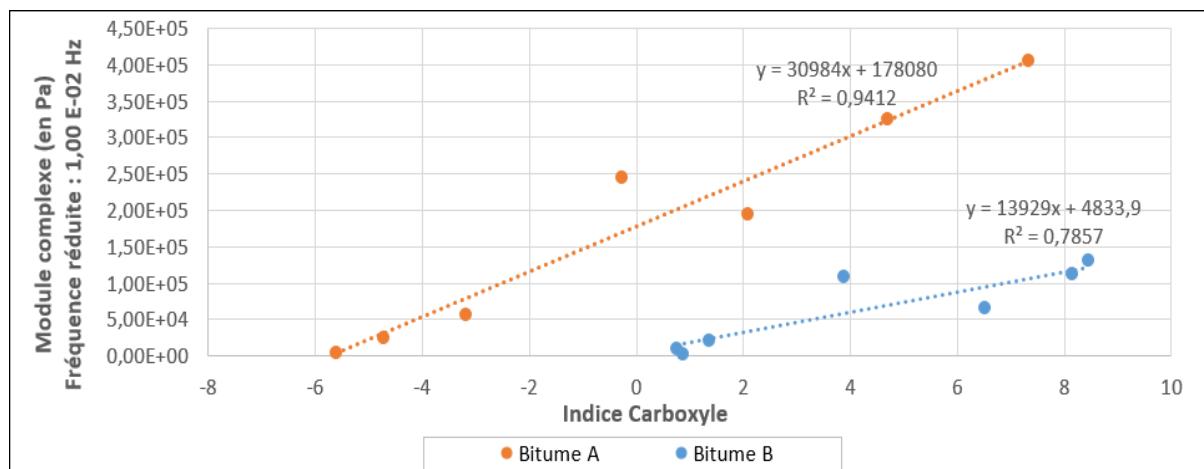


Figure 5.2 Module complexe en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz

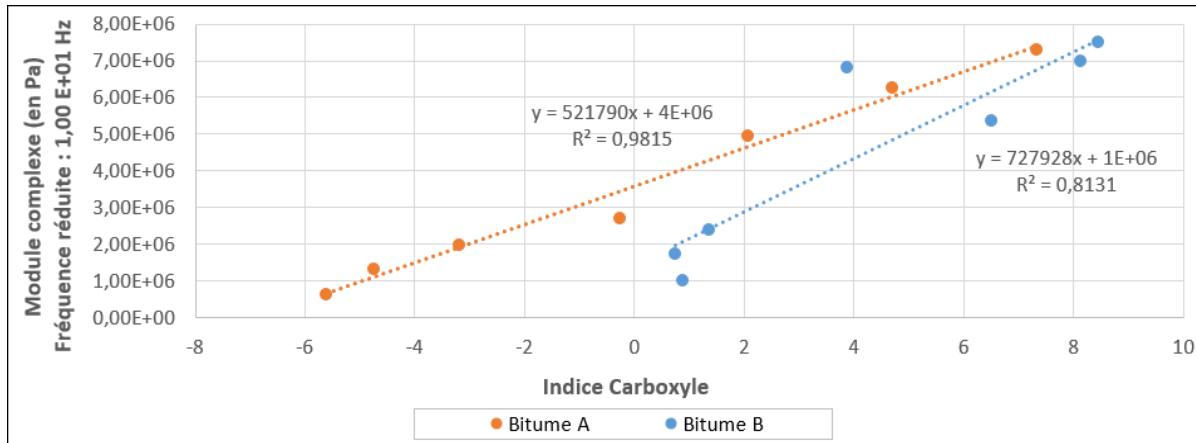


Figure 5.3 Module complexe en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz

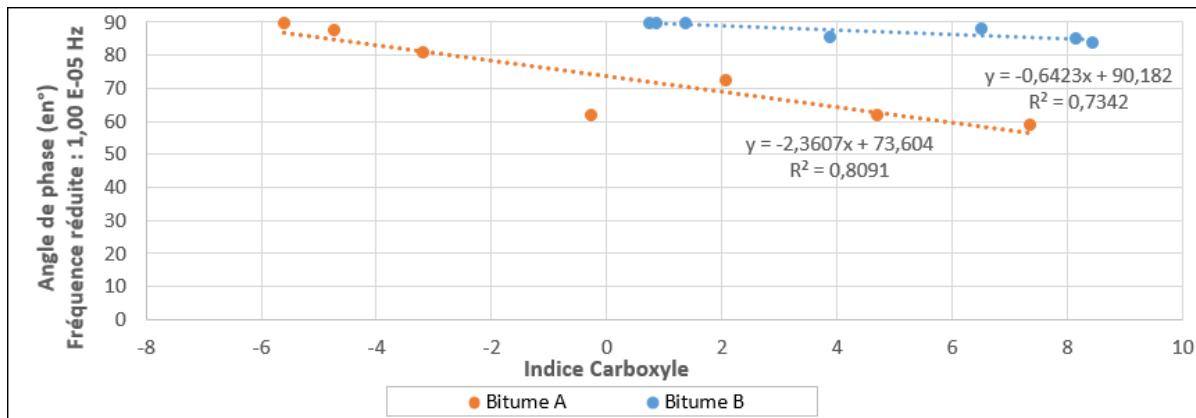


Figure 5.4 Angle de phase en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz

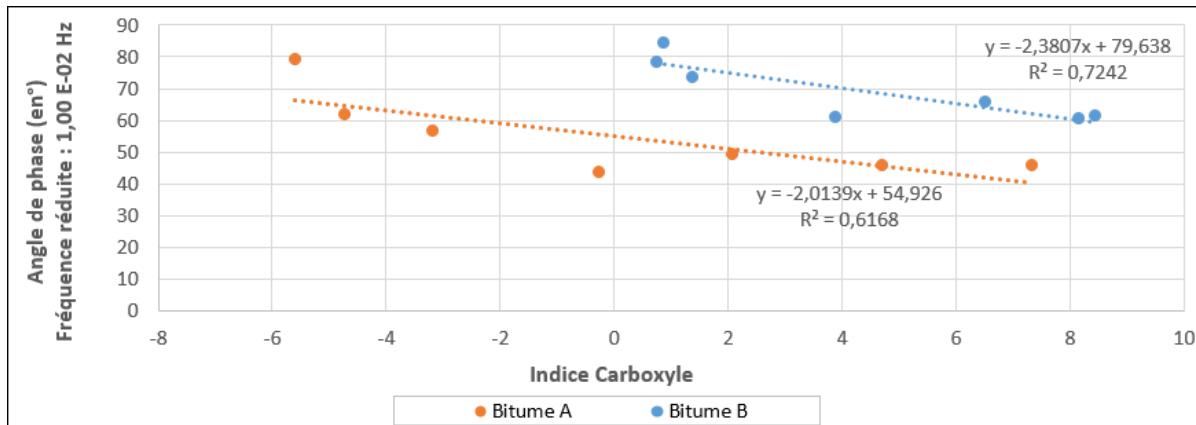


Figure 5.5 Angle de phase en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz

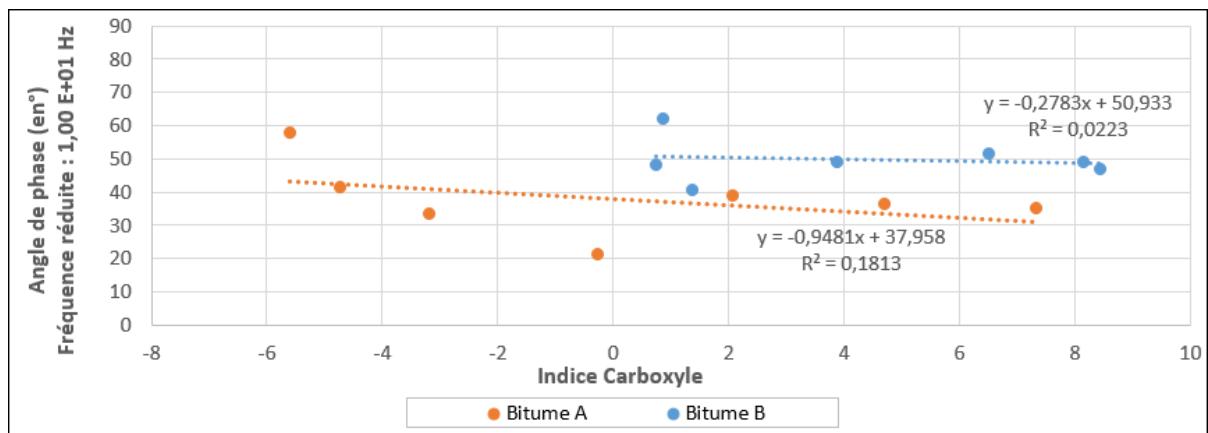


Figure 5.6 Angle de phase en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz

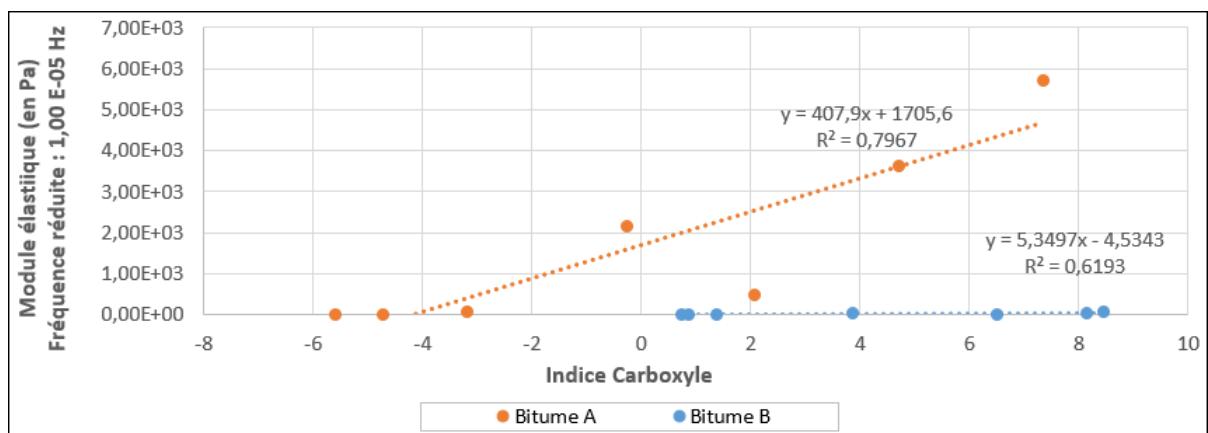


Figure 5.7 Module élastique en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz

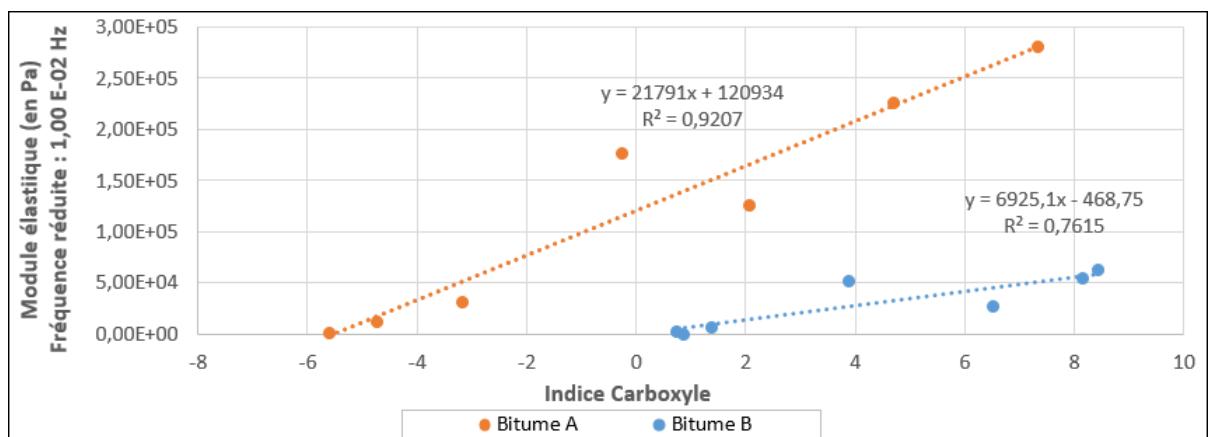


Figure 5.8 Module élastique en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz

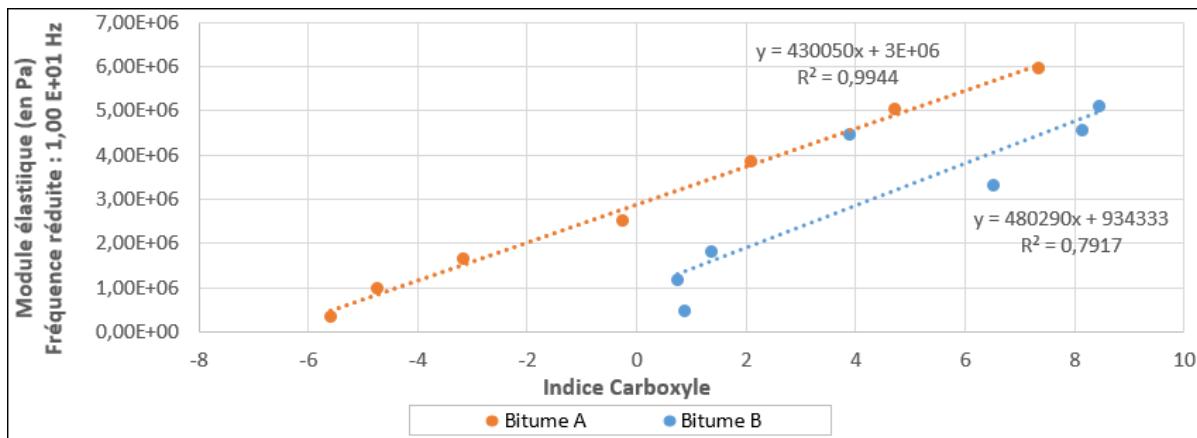


Figure 5.9 Module élastique en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz

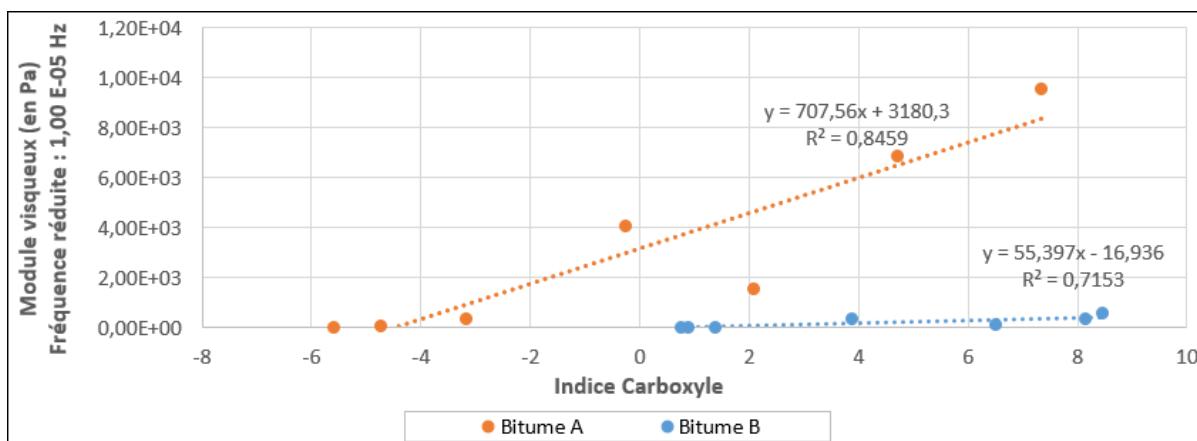


Figure 5.10 Module visqueux en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,00001 Hz

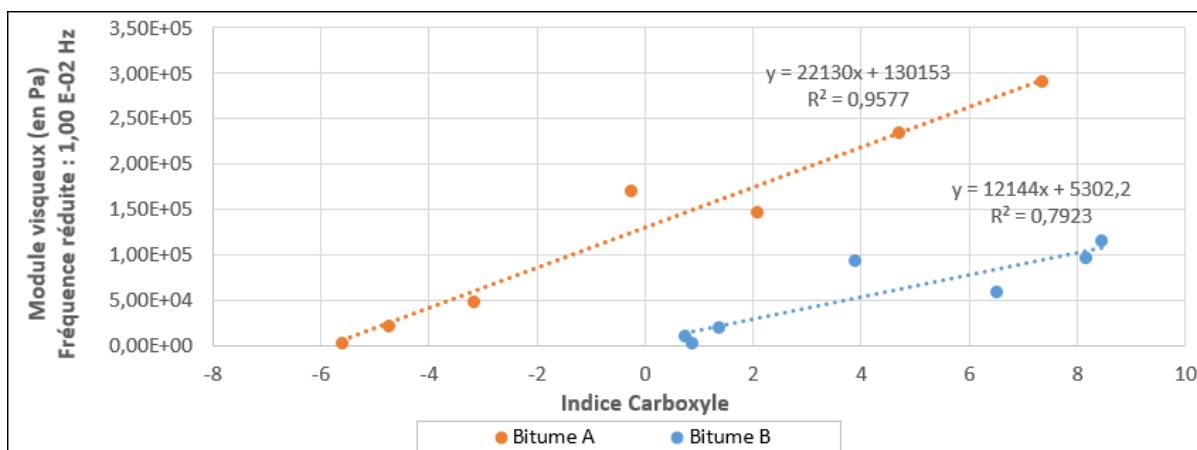


Figure 5.11 Module visqueux en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 0,01 Hz

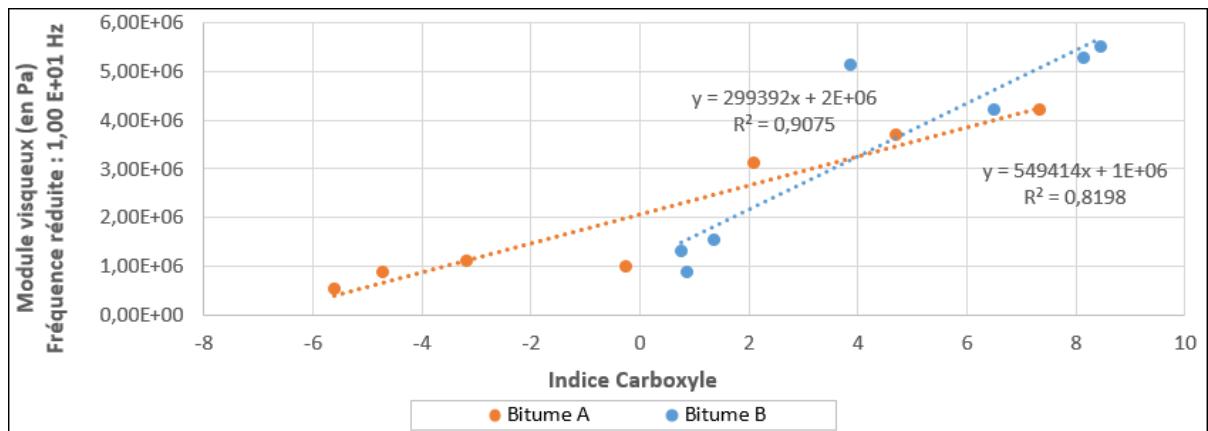


Figure 5.12 Module visqueux en fonction de l'indice carbonyle – Fréquence : 10 Hz

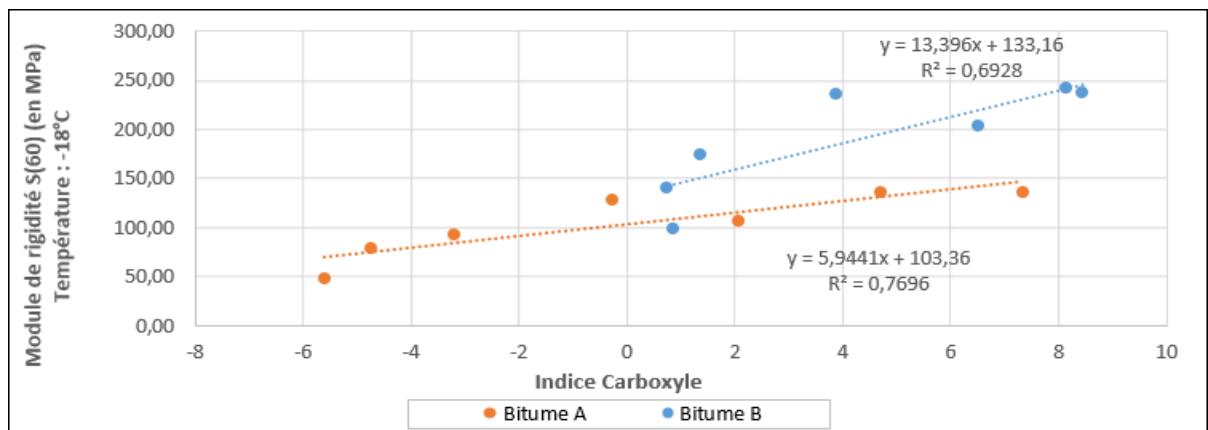


Figure 5.13 Module de rigidité S(60) à -18°C en fonction de l'indice carbonyle

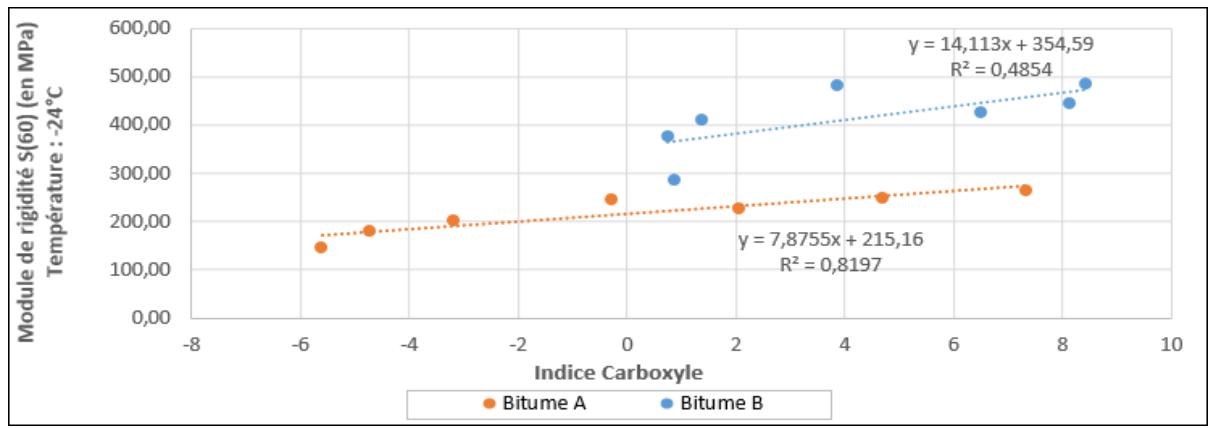


Figure 5.14 Module de rigidité S(60) à -24°C en fonction de l'indice carbonyle

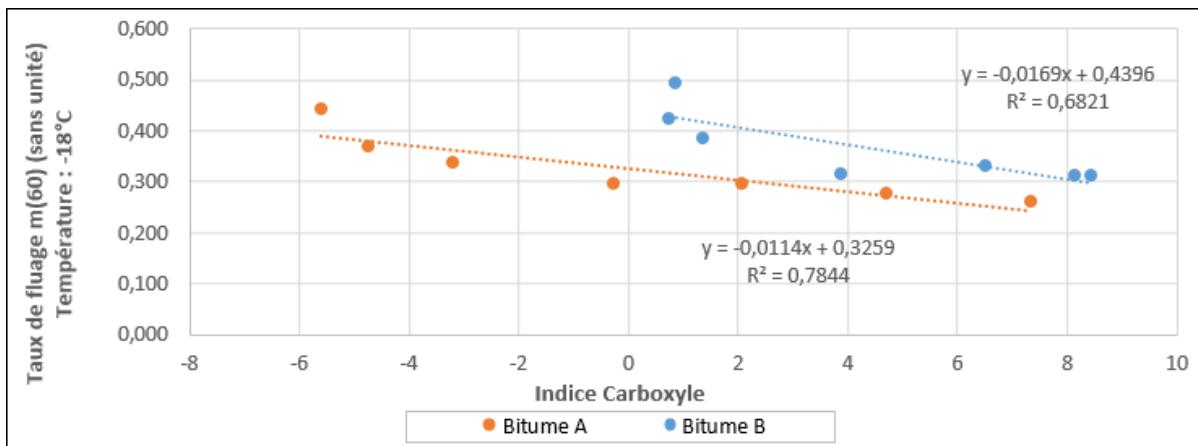


Figure 5.15 Taux de fluage m(60) à -18°C en fonction de l'indice carbonyle

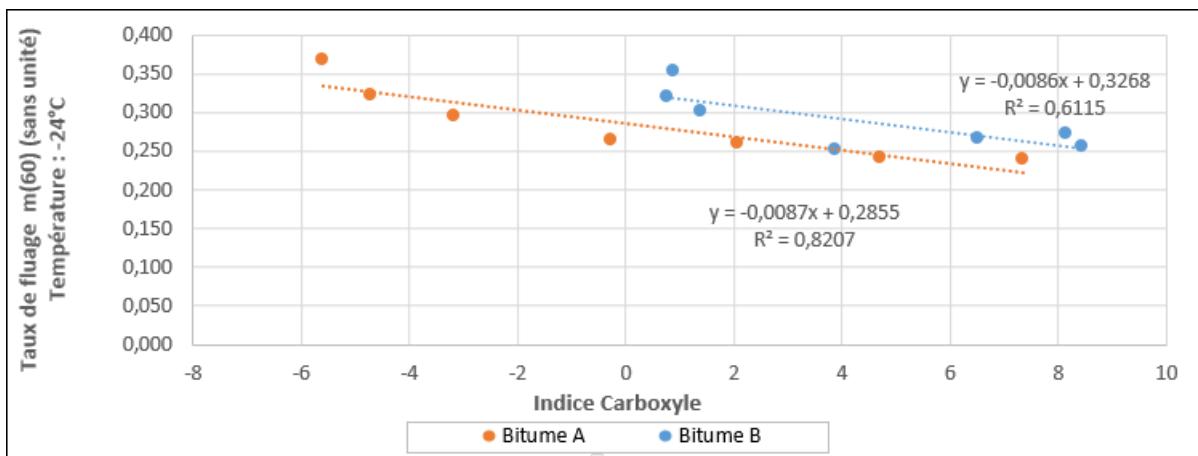


Figure 5.16 Taux de fluage m(60) à -24°C en fonction de l'indice carbonyle

5.3 Analyse des résultats obtenus

La recherche de corrélations entre les indices carbonyle et sulphoxyde s'appuie sur les valeurs des coefficients de corrélations issus des différents graphiques présentés par les Figures 5.1 à 5.16. Aussi, afin de conclure qu'il y a « corrélation entre un indice et une propriété rhéologique donnée », il faut s'interroger sur la valeur du coefficient nécessaire à la conclusion d'une corrélation. Il est proposé d'utiliser comme indicateur la table de Bravais-Pearson, présentée dans l'annexe VI. Cette table indique la probabilité de faire une erreur en concluant sur l'existence de corrélation entre deux propriétés si le coefficient de corrélation r calculé est égal

ou supérieur à une valeur de la table. Les coefficients de corrélation r sont, dans le cas de régressions linéaires, égale à la valeur absolu de la racine carré du coefficient de détermination R^2 . Les coefficients contenus dans la table de Bravais-Pearson varient en fonction du nombre de points considérés ou « effectifs de la population » et du pourcentage d'erreur probable. Dans le cas présent, l'effectif de la population est de 7, soit un degré de liberté (ddl) égal à 5. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 5.5 pour l'indice carbonyle et dans le Tableau 5.6 pour l'indice sulphyoxyde.

Tableau 5.5 Coefficients de corrélation et probabilités d'erreur selon Bravais-Pearson de l'indice carbonyle avec différentes propriétés rhéologiques des bitumes A et B

		Indice Carbonyle					
		Bitume A		Bitume B			
Propriétés rhéologiques données par les essais DSR	Fréquence réduite	Coefficient de détermination R^2	Coefficient de corrélation r	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson	Coefficient de détermination R^2	Coefficient de corrélation r	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson
		1,00 E-05 Hz	0,8367	0,915	≥ 1%	0,7149	0,846
Module complexe	1,00 E-02 Hz	0,9412	0,970	≥ 0,1%	0,7857	0,886	≥ 1%
	1,00 E+01 Hz	0,9815	0,991	≥ 0,1%	0,8131	0,902	≥ 1%
	1,00 E-05 Hz	0,8091	0,899	≥ 1%	0,7342	0,857	≥ 2%
Angle de phase	1,00 E-02 Hz	0,6168	0,785	≥ 5%	0,7242	0,851	≥ 2%
	1,00 E+01 Hz	0,1813	0,426	supérieur à 10%	0,0223	0,149	supérieur à 10%
	1,00 E-05 Hz	0,7967	0,893	≥ 1%	0,6193	0,787	≥ 5%
Module élastique	1,00 E-02 Hz	0,9207	0,960	≥ 0,1%	0,7615	0,873	≥ 2%
	1,00 E+01 Hz	0,9944	0,997	≥ 0,1%	0,7917	0,890	≥ 1%
	1,00 E-05 Hz	0,8459	0,920	≥ 1%	0,7153	0,846	≥ 2%
Module visqueux	1,00 E-02 Hz	0,9577	0,979	≥ 0,1%	0,7923	0,890	≥ 1%
	1,00 E+01 Hz	0,9075	0,953	≥ 0,1%	0,8198	0,905	≥ 1%
Propriétés rhéologiques données par les essais BBR	Température de l'essai	Coefficient de corrélation r^2	Coefficient de corrélation r^2	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson	Coefficient de corrélation r^2	Coefficient de corrélation r^2	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson
Module de rigidité S(60)	-18°C	0,7696	0,877	≥ 1%	0,6928	0,832	≥ 2%
	-24°C	0,8197	0,905	≥ 1%	0,4854	0,697	≥ 10%
Taux de fluage m(60)	-18°C	0,7844	0,886	≥ 1%	0,6821	0,826	≥ 5%
	-24°C	0,8207	0,906	≥ 1%	0,6115	0,782	≥ 5%

Plusieurs observations peuvent être tirées de l'analyse des coefficients de corrélation R^2 :

- L'indice carbonyle a tendance à obtenir de meilleurs coefficients de corrélation que l'indice sulphyoxyde, hormis pour les essais DSR du bitume « A » où l'indice sulphyoxyde obtient de meilleurs coefficients. De plus, les coefficients de corrélation de l'indice sulphyoxyde pour le bitume « B » ne dépassent pas la valeur de 0,5, ce qui

semble indiquer une absence de corrélation ou du moins un risque important d'erreur quant à la conclusion d'une corrélation. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que le pic sulphoxyde possède une géométrie plus complexe que le pic carbonyle, et que la sélection des bornes d'intégration serait la cause de tels résultats. Les coefficients de l'indice sulphoxyde pour le bitume « A » seraient cependant plutôt bons (valeurs comprises entre 0,62 et 0,9228 hors angles de phase) malgré cela.

Tableau 5.6 Coefficients de corrélation et probabilités d'erreur selon Bravais-Pearson de l'indice sulphoxyde avec différentes propriétés rhéologiques des bitumes A et B

		Indice sulphoxyde					
		Bitume A			Bitume B		
Propriétés rhéologiques données par les essais DSR	Fréquence réduite	Coefficient de détermination R ²	Coefficient de corrélation r	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson	Coefficient de détermination R ²	Coefficient de corrélation r	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson
		1,00 E-05 Hz	0,6889	0,830	≥ 5%	0,2847	0,534
Module complexe	1,00 E-02 Hz	0,8777	0,937	≥ 1%	0,3167	0,563	supérieur à 10%
	1,00 E+01 Hz	0,8347	0,914	≥ 1%	0,3893	0,624	supérieur à 10%
	1,00 E-05 Hz	0,8987	0,948	≥ 1%	0,2157	0,464	supérieur à 10%
Angle de phase	1,00 E-02 Hz	0,7824	0,885	≥ 1%	0,3651	0,604	supérieur à 10%
	1,00 E+01 Hz	0,3647	0,604	supérieur à 10%	0,0083	0,091	supérieur à 10%
	1,00 E-05 Hz	0,6266	0,792	≥ 5%	0,1896	0,435	supérieur à 10%
Module élastique	1,00 E-02 Hz	0,864	0,930	≥ 1%	0,272	0,522	supérieur à 10%
	1,00 E+01 Hz	0,8722	0,934	≥ 1%	0,365	0,604	supérieur à 10%
	1,00 E-05 Hz	0,7065	0,841	≥ 2%	0,2852	0,534	supérieur à 10%
Module visqueux	1,00 E-02 Hz	0,888	0,942	≥ 1%	0,3309	0,575	supérieur à 10%
	1,00 E+01 Hz	0,7188	0,848	≥ 2%	0,4026	0,635	supérieur à 10%
Propriétés rhéologiques données par les essais BBR	Température de l'essai	Coefficient de corrélation r ²	Coefficient de corrélation r ²	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson	Coefficient de corrélation r ²	Coefficient de corrélation r ²	Risque d'erreur selon Bravais-Pearson
Module de rigidité S(60)	-18°C	0,8969	0,947	≥ 1%	0,3071	0,554	supérieur à 10%
	-24°C	0,8956	0,946	≥ 1%	0,3182	0,564	supérieur à 10%
Taux de fluage m(60)	-18°C	0,8677	0,932	≥ 1%	0,3877	0,623	supérieur à 10%
	-24°C	0,9228	0,961	≥ 0,1%	0,511	0,715	≥ 10%

- Les coefficients de corrélations ont une valeur plus élevée pour le bitume « A » que pour le bitume « B », à l'exception du coefficient « Angle de phase – fréquence 0,01Hz » et ceux quel que soit l'indice considéré. Ceci indique que la possibilité de conclure à tort à une corrélation entre caractérisation chimique et rhéologique est plus importante pour le bitume « B » que le bitume « A ».

- Les coefficients des différents modules issus des essais DSR semblent systématiquement avoir une valeur plus élevée pour les fréquences 0,01Hz et 10Hz que pour la fréquence 0,00001Hz. Ceci s'explique par le fait que la « fréquence réduite 0,00001Hz » est, dans un premier temps, la résultante d'une translation d'une isotherme sur une isotherme de référence, lors de l'élaboration des courbes maîtresses des essais DSR, et non une fréquence employée par le DSR, comme les fréquences 0,01Hz et 10Hz qui appartiennent à l'isotherme de référence (pas de biais de résultat causé par une translation). De plus, comme indiqué dans les Tableaux 5.1 et 5.2, les valeurs des fréquences pour chaque points considérés ne sont pas exactement 0,00001Hz, mais un point approchant cette fréquence, contrairement aux points des fréquences 0,01 Hz et 10Hz. Ces deux arguments pourraient expliquer ces coefficients de corrélation moindre.
- La propriété rhéologique « angle de phase » possède des coefficients de corrélation beaucoup plus faibles que pour les différents modules.
- Pour le bitume « A », le pic carbonyle obtient des coefficients de corrélations avec l'ensemble des propriétés liées au DSR (à fréquences 0,01Hz et 10 Hz) plus élevées que pour les propriétés liées au BBR. A l'inverse, le pic sulphoxyde obtient des coefficients de corrélations avec l'ensemble des propriétés liées au DSR (à fréquences 0,01Hz et 10 Hz) plus faibles que pour les propriétés liées au BBR. Le bitume « B » ne présente pas de coefficients assez bons pour effectuer une comparaison des différentes méthodes d'essais de propriétés rhéologiques.

Ces observations ont mené à ne pas prendre en considération, pour la conclusion qui suit, les coefficients de corrélations des propriétés liées aux essais DSR à fréquence réduite 0,00001 Hz. Aussi, les angles de phases obtenant des coefficients de corrélation plus faibles, aucune conclusion ne portera sur ces propriétés.

5.4 Conclusion sur la recherche de corrélations entre les deux caractérisations des bitumes

L'indice carbonyle corrèle de façon importante avec les propriétés rhéologiques des deux bitumes, surtout avec les propriétés rhéologiques à températures moyennes et hautes (DSR). Dans le cas du bitume « A », les propriétés rhéologiques liées aux essais DSR présentent une corrélation avec l'indice carbonyle avec une probabilité d'erreur de moins de 1% selon Bravais-Pearson, avec des couples propriétés-indices présentant des probabilités d'erreur de moins de 0.1% avec des coefficients de corrélation allant jusqu'à 0,997. Dans le cas du bitume « B », les coefficients de corrélations ont une valeur moins élevée, mais restent globalement supérieur à 0.75 ce qui indique une forte corrélation. Cependant, le risque maximal de se tromper en concluant que les propriétés rhéologiques du bitume « B » corrèlent avec ses propriétés chimiques est de 10% selon Bravais-Pearson, ce qui reste acceptable mais non négligeable. Ceci indique que les indices carbonyle et sulphonyde, comme définis dans ce projet, semblent corrélés avec les propriétés issues du DSR.

Les coefficients de variation pour les propriétés « module de rigidité » et « taux de fluage » issues des essais BBR sont moins élevés que ceux des propriétés récemment citées. Pour le bitume « A », ces coefficients restent cependant supérieurs à 0.75, ce qui indique une corrélation forte. Le bitume « B » présente des résultats qui ne permettent pas de statuer sur une corrélation possible, car la probabilité d'erreur excède 10%.

Globalement, les coefficients de corrélation obtenus avec l'indice sulphonyde sont moins élevés que ceux pour l'indice carbonyle. Pour le bitume « A », les coefficients de corrélations sont supérieurs à 0.75 pour l'ensemble des propriétés considérées lors de la conclusion (hors basse fréquence et angle de phase), ce qui induit une corrélation forte. Cependant, le risque d'erreur est plus élevé que pour l'indice carbonyle. Le bitume « B » quant à lui ne semble pas présenter de corrélation entre sa caractérisation rhéologique et son indice sulphonyde, tel qu'il est défini dans ce projet.

CONCLUSION

L'objectif principal de cette recherche était d'appréhender l'impact du vieillissement par oxydation sur les caractéristiques rhéologiques et chimiques de deux bitumes de même grade de performance d'origine pétrolière différente. La première étape a été de caractériser rhéologiquement les deux bitumes soumis à plusieurs protocoles de vieillissement par oxydation, et ceux dans plusieurs conditions de température. Des essais de modules complexes à températures moyennes et hautes (DSR) et de module de rigidité à températures basses (BBR) ont ainsi été conduits. Par la suite, une caractérisation chimique des bitumes a été réalisée. Les méthodes d'analyse proposées ont été la spectroscopie infrarouge FTIR, l'analyse thermogravimétrique TGA/DSC, ainsi que l'analyse des dégagements gazeux (EGA) issus des essais d'analyse thermogravimétrique. Enfin, la dernière partie du projet a consisté à rechercher de possibles corrélations entre les deux caractérisations.

La première phase de cette recherche a permis de voir que, malgré le fait que les deux bitumes soient définis selon un même grade de performance, les caractéristiques rhéologiques initiales des bitumes n'étaient pas identiques. Le bitume « A » présente un comportement plus élastique à moyennes et hautes températures, moins rigide à basses températures et possédant une capacité moindre à la relaxation que le bitume « B ». La caractérisation rhéologique a également indiqué que le vieillissement par oxydation n'impacte pas les deux bitumes de la même façon. Les facteurs de variations liés à l'augmentation du module complexe, à l'augmentation du module de rigidité et à la diminution du taux de fluage ont montré une évolution plus rapide du bitume « A » que du bitume « B ». Dans d'autres termes, le bitume « A » semble vieillir plus rapidement que le bitume « B » d'un point de vue rhéologique, ce qui fut intéressant dans le cadre de ce projet. Pourtant, ces deux bitumes sont caractérisés selon le système de grade de performance PG actuel comme deux bitumes PG58-28 semblables. Il pourrait être ici conclut que le système de classification actuel n'est pas assez précis. Cette absence de précision pourrait d'abord s'expliquer par le pas de 6°C imposé par la norme. Aussi, il pourrait être noté que le grade de performance ne soit établit que sur des performances rhéologiques, et qu'aucun lien n'est fait avec la composition chimique du bitume.

La caractérisation chimique a été l'étape la plus complexe de cette recherche, car contrairement aux essais de caractérisation rhéologique, aucunes normes ne régissent les méthodes d'essais employées. La méthode d'analyse par spectroscopie infrarouge FTIR présente la lacune de ne posséder aucune norme en ce qui concerne l'analyse des bitumes. Ainsi, il a été nécessaire de statuer sur la méthode d'échantillonnage, les paramètres d'acquisitions des mesures (nombre de balayages, résolution des spectres, ou encore plage de longueurs d'ondes) mais surtout sur le protocole d'analyse des résultats par indices. Aussi, des difficultés liées au sujet en lui-même ont été éprouvées en ce qui concerne l'échantillonnage de plusieurs essais. L'impossibilité de chauffer vivement les bitumes et de pouvoir les peser avec précision a rendu les résultats des essais TGA/DSC et EGA non exploitables. Malgré les problèmes rencontrés, la méthode par spectroscopie infrarouge a donné des résultats exploitables. L'étude des différents indices FTIR ont montré que les pics carbonyles et sulphonydes reflètent l'état d'oxydation du bitume, car leur aire augmente conjointement avec l'augmentation de la durée du traitement de vieillissement par oxydation. Cette augmentation d'aire des pics carbonyle et sulphonyde a été traduite lors de l'analyse des résultats comme des indices, dont la valeur augmente elle aussi avec le temps d'exposition du bitume au traitement d'oxydation. Cela signifie que plus un bitume est oxydé, plus la quantité de liaisons carbonyles et sulphonydes augmente, et ceci est remarquable par l'analyse des bitumes à l'aide de la spectroscopie infrarouge. D'après la littérature, la formation de ces groupements augmenterait le phénomène de structuration au sein du bitume, ce qui causerait une diminution de la viscosité. En d'autre terme, plus les indices carbonyles et sulphonydes augmentent, plus le bitume verrait ces propriétés rhéologiques modifiées.

Enfin, la dernière étape du projet a été de rechercher de possibles corrélations entre les deux caractérisations établies en amont. Les coefficients de corrélation entre les propriétés rhéologiques et l'indice carbonyle ont montré des résultats prônant une possible corrélation, avec une probabilité d'erreur inférieure à 2% pour les essais DSR et 5% pour les essais BBR. Les résultats ont cependant montré quelques limites en ce qui concernent le pic sulphonyde. De par l'analyse des résultats obtenus pendant cette étude, il semble avoir une corrélation importante entre les variations de propriétés issues des deux caractérisations.

En conclusion, les résultats de cette étude semblent prometteurs, mais plusieurs aspects méritent d'être étudiés de façon plus approfondie afin de mieux comprendre l'impact de la composition chimique du bitume sur l'évolution de ces caractéristiques lors du vieillissement. Malgré le manque d'une méthode d'analyse chimique des bitumes claire et concise, les résultats obtenus lors de la recherche de corrélations sont prometteurs et montrent un intérêt quant à l'approfondissement du sujet. La méthode d'obtention des aires et de calcul des indices FTIR a été source de nombreux questionnements, et semblent impacter significativement les résultats obtenus. Il serait bon de statuer sur la méthode de calcul de ces indices. Pour conclure, une amélioration des procédures d'analyse chimique permettrait une compréhension accrue des mécanismes chimiques et rhéologiques du bitume.

Cette étude a donc montré quelques limites concernant la caractérisation chimique des bitumes. Afin de poursuivre cette étude, il serait tout d'abord nécessaire d'établir une norme pour les essais de spectroscopie infrarouge sur les bitumes, ceci dans le but d'améliorer le protocole d'essais en lui-même, mais également d'indiquer une méthode de calcul des aires et indices, qui sont pour l'instant sujets à des choix arbitraires. Une détermination mathématique des bornes des différents pics du spectre serait préférable à un seul choix du chercheur. Il serait également intéressant de réaliser un protocole d'essais pour l'analyse thermogravimétrique (TGA/DSC) et l'Evolved Gaz Analysis (EGA).

ANNEXE I

RÉSULTATS DES ESSAIS DSR

Tableau-A I-1 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A Original » à 25°C et 2500 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '(l)
6,1	25	1,43E+01	56,9	7,88E+05	4,31E+05	6,60E+05	8,78E+03	2,50E+03	3,18E-03
12,9	25	1,20E+01	57,3	7,12E+05	3,84E+05	5,99E+05	9,44E+03	2,50E+03	3,52E-03
19,6	25	1,00E+01	58,0	6,39E+05	3,39E+05	5,41E+05	1,02E+04	2,50E+03	3,92E-03
26,4	25	8,57E+00	58,4	5,83E+05	3,05E+05	4,96E+05	1,08E+04	2,50E+03	4,29E-03
33,3	25	7,14E+00	59,1	5,20E+05	2,67E+05	4,46E+05	1,16E+04	2,50E+03	4,82E-03
40	25	5,88E+00	59,7	4,59E+05	2,32E+05	3,97E+05	1,24E+04	2,50E+03	5,45E-03
46,8	25	5,00E+00	60,1	4,12E+05	2,05E+05	3,57E+05	1,31E+04	2,50E+03	6,07E-03
53,6	25	4,17E+00	60,7	3,65E+05	1,79E+05	3,18E+05	1,39E+04	2,50E+03	6,85E-03
60,6	25	3,49E+00	61,3	3,24E+05	1,56E+05	2,84E+05	1,48E+04	2,50E+03	7,72E-03
67,4	25	2,91E+00	61,7	2,87E+05	1,36E+05	2,52E+05	1,57E+04	2,50E+03	8,72E-03
74,3	25	2,44E+00	62,3	2,53E+05	1,18E+05	2,24E+05	1,65E+04	2,50E+03	9,87E-03
81,4	25	2,04E+00	62,7	2,24E+05	1,03E+05	1,99E+05	1,75E+04	2,50E+03	1,12E-02
88,4	25	1,70E+00	63,2	1,98E+05	8,91E+04	1,76E+05	1,85E+04	2,50E+03	1,27E-02
95,5	25	1,43E+00	63,7	1,74E+05	7,72E+04	1,56E+05	1,94E+04	2,50E+03	1,43E-02
102,8	25	1,20E+00	64,2	1,54E+05	6,69E+04	1,38E+05	2,04E+04	2,50E+03	1,63E-02
109,6	25	1,00E+00	64,6	1,35E+05	5,79E+04	1,22E+05	2,15E+04	2,50E+03	1,85E-02
116,5	25	8,38E-01	65,0	1,19E+05	5,03E+04	1,08E+05	2,26E+04	2,50E+03	2,10E-02
123,3	25	5,88E-01	65,9	9,20E+04	3,76E+04	8,40E+04	2,49E+04	2,50E+03	2,72E-02
130,9	25	4,13E-01	66,7	7,09E+04	2,80E+04	6,51E+04	2,73E+04	2,50E+03	3,55E-02
139,5	25	2,90E-01	67,6	5,43E+04	2,07E+04	5,02E+04	2,99E+04	2,50E+03	4,60E-02
149,6	25	2,03E-01	68,6	4,17E+04	1,52E+04	3,88E+04	3,27E+04	2,50E+03	6,00E-02
161,8	25	1,43E-01	69,6	3,18E+04	1,11E+04	2,98E+04	3,55E+04	2,50E+03	7,85E-02
177	25	1,00E-01	70,6	2,42E+04	8,04E+03	2,28E+04	3,84E+04	2,50E+03	1,03E-01
194,1	25	8,38E-02	71,1	2,10E+04	6,81E+03	1,99E+04	3,99E+04	2,50E+03	1,19E-01
219,6	25	4,92E-02	72,8	1,38E+04	4,08E+03	1,32E+04	4,45E+04	2,50E+03	1,81E-01
259,4	25	2,89E-02	74,7	8,94E+03	2,36E+03	8,63E+03	4,92E+04	2,50E+03	2,80E-01
323,5	25	1,70E-02	76,9	5,69E+03	1,29E+03	5,54E+03	5,33E+04	2,50E+03	4,39E-01
428,9	25	1,00E-02	79,1	3,59E+03	6,78E+02	3,53E+03	5,72E+04	2,50E+03	6,96E-01

Tableau-A I-2 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A Original » à 35°C et 1000 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '(l)
6,1	35	1,4E+01	67,4	1,8E+05	7,0E+04	1,7E+05	2,0E+03	1,0E+03	5,5E-03
12,9	35	1,2E+01	67,3	1,6E+05	6,3E+04	1,5E+05	2,2E+03	1,0E+03	6,2E-03
19,6	35	1,0E+01	67,4	1,4E+05	5,5E+04	1,3E+05	2,3E+03	1,0E+03	7,0E-03
26,4	35	8,6E+00	67,5	1,3E+05	5,0E+04	1,2E+05	2,4E+03	1,0E+03	7,7E-03
33,3	35	7,1E+00	67,6	1,1E+05	4,3E+04	1,1E+05	2,5E+03	1,0E+03	8,8E-03
40	35	5,9E+00	67,8	9,9E+04	3,7E+04	9,2E+04	2,7E+03	1,0E+03	1,0E-02
46,8	35	5,0E+00	68,0	8,8E+04	3,3E+04	8,1E+04	2,8E+03	1,0E+03	1,1E-02
53,6	35	4,2E+00	68,2	7,7E+04	2,8E+04	7,1E+04	2,9E+03	1,0E+03	1,3E-02
60,6	35	3,5E+00	68,5	6,7E+04	2,5E+04	6,2E+04	3,1E+03	1,0E+03	1,5E-02
67,4	35	2,9E+00	68,7	5,9E+04	2,1E+04	5,5E+04	3,2E+03	1,0E+03	1,7E-02
74,3	35	2,4E+00	69,1	5,1E+04	1,8E+04	4,8E+04	3,3E+03	1,0E+03	2,0E-02
81,4	35	2,0E+00	69,4	4,5E+04	1,6E+04	4,2E+04	3,5E+03	1,0E+03	2,2E-02
88,4	35	1,7E+00	69,7	3,9E+04	1,3E+04	3,7E+04	3,6E+03	1,0E+03	2,6E-02
95,5	35	1,4E+00	70,1	3,4E+04	1,2E+04	3,2E+04	3,8E+03	1,0E+03	2,9E-02
102,8	35	1,2E+00	70,5	3,0E+04	9,9E+03	2,8E+04	3,9E+03	1,0E+03	3,4E-02
109,6	35	1,0E+00	70,9	2,6E+04	8,4E+03	2,4E+04	4,1E+03	1,0E+03	3,9E-02
116,5	35	8,4E-01	71,3	2,2E+04	7,2E+03	2,1E+04	4,2E+03	1,0E+03	4,5E-02
123,3	35	5,9E-01	72,2	1,7E+04	5,2E+03	1,6E+04	4,6E+03	1,0E+03	5,9E-02
130,9	35	4,1E-01	73,1	1,3E+04	3,7E+03	1,2E+04	4,9E+03	1,0E+03	7,9E-02
139,5	35	2,9E-01	74,1	9,5E+03	2,6E+03	9,1E+03	5,2E+03	1,0E+03	1,1E-01
149,6	35	2,0E-01	75,2	7,1E+03	1,8E+03	6,8E+03	5,5E+03	1,0E+03	1,4E-01
161,8	35	1,4E-01	76,4	5,2E+03	1,2E+03	5,1E+03	5,9E+03	1,0E+03	1,9E-01
177	35	1,0E-01	77,6	3,9E+03	8,4E+02	3,8E+03	6,2E+03	1,0E+03	2,6E-01
194,1	35	8,4E-02	78,1	3,3E+03	6,8E+02	3,3E+03	6,3E+03	1,0E+03	3,0E-01
219,6	35	4,9E-02	80,0	2,1E+03	3,6E+02	2,1E+03	6,7E+03	1,0E+03	4,8E-01
259,4	35	2,9E-02	82,0	1,3E+03	1,8E+02	1,3E+03	7,1E+03	1,0E+03	7,7E-01
323,5	35	1,7E-02	84,1	7,9E+02	8,1E+01	7,9E+02	7,4E+03	1,0E+03	1,3E+00
428,9	35	1,0E-02	85,9	4,8E+02	3,4E+01	4,7E+02	7,6E+03	1,0E+03	2,1E+00

Tableau-A I-3 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A Original » à 45°C et 300 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	73,3	4,7E+04	1,3E+04	4,5E+04	5,2E+02	3,0E+02	6,6E-03
12,9	45	1,2E+01	73,3	4,1E+04	1,2E+04	3,9E+04	5,4E+02	3,0E+02	7,4E-03
19,6	45	1,0E+01	73,2	3,6E+04	1,0E+04	3,4E+04	5,7E+02	3,0E+02	8,5E-03
26,4	45	8,6E+00	73,3	3,2E+04	9,1E+03	3,0E+04	5,9E+02	3,0E+02	9,5E-03
33,3	45	7,1E+00	73,4	2,8E+04	7,9E+03	2,6E+04	6,1E+02	3,0E+02	1,1E-02
40	45	5,9E+00	73,6	2,4E+04	6,7E+03	2,3E+04	6,4E+02	3,0E+02	1,3E-02
46,8	45	5,0E+00	73,7	2,1E+04	5,8E+03	2,0E+04	6,6E+02	3,0E+02	1,5E-02
53,6	45	4,2E+00	74,0	1,8E+04	4,9E+03	1,7E+04	6,9E+02	3,0E+02	1,7E-02
60,6	45	3,5E+00	74,3	1,6E+04	4,2E+03	1,5E+04	7,1E+02	3,0E+02	1,9E-02
67,4	45	2,9E+00	74,6	1,3E+04	3,6E+03	1,3E+04	7,3E+02	3,0E+02	2,2E-02
74,3	45	2,4E+00	75,0	1,2E+04	3,0E+03	1,1E+04	7,6E+02	3,0E+02	2,6E-02
81,4	45	2,0E+00	75,4	1,0E+04	2,5E+03	9,7E+03	7,8E+02	3,0E+02	3,0E-02
88,4	45	1,7E+00	75,8	8,6E+03	2,1E+03	8,4E+03	8,0E+02	3,0E+02	3,5E-02
95,5	45	1,4E+00	76,2	7,4E+03	1,8E+03	7,2E+03	8,3E+02	3,0E+02	4,0E-02
102,8	45	1,2E+00	76,6	6,4E+03	1,5E+03	6,2E+03	8,5E+02	3,0E+02	4,7E-02
109,6	45	1,0E+00	77,1	5,5E+03	1,2E+03	5,3E+03	8,7E+02	3,0E+02	5,5E-02
116,5	45	8,4E-01	77,5	4,7E+03	1,0E+03	4,6E+03	8,9E+02	3,0E+02	6,4E-02
123,3	45	5,9E-01	78,5	3,5E+03	6,9E+02	3,4E+03	9,4E+02	3,0E+02	8,7E-02
130,9	45	4,1E-01	79,5	2,5E+03	4,6E+02	2,5E+03	9,7E+02	3,0E+02	1,2E-01
139,5	45	2,9E-01	80,4	1,8E+03	3,1E+02	1,8E+03	1,0E+03	3,0E+02	1,6E-01
149,6	45	2,0E-01	81,5	1,3E+03	2,0E+02	1,3E+03	1,0E+03	3,0E+02	2,2E-01
161,8	45	1,4E-01	82,4	9,7E+02	1,3E+02	9,6E+02	1,1E+03	3,0E+02	3,1E-01
177	45	1,0E-01	83,3	7,0E+02	8,1E+01	6,9E+02	1,1E+03	3,0E+02	4,3E-01
194,1	45	8,4E-02	83,9	5,9E+02	6,3E+01	5,9E+02	1,1E+03	3,0E+02	5,1E-01
219,6	45	4,9E-02	85,2	3,6E+02	3,0E+01	3,6E+02	1,2E+03	3,0E+02	8,4E-01
259,4	45	2,9E-02	86,6	2,1E+02	1,3E+01	2,1E+02	1,2E+03	3,0E+02	1,4E+00
323,5	45	1,7E-02	87,6	1,3E+02	5,3E+00	1,3E+02	1,2E+03	3,0E+02	2,3E+00
428,9	45	1,0E-02	88,6	7,6E+01	1,9E+00	7,6E+01	1,2E+03	3,0E+02	4,0E+00

Tableau-A I-4 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A Original » à 60°C et 100 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	78,9	6,31E+03	1,22E+03	6,20E+03	7,04E+01	1,00E+02	1,50E-02
12,9	60	1,20E+01	79,4	5,51E+03	1,01E+03	5,42E+03	7,31E+01	1,00E+02	1,77E-02
19,6	60	1,00E+01	80,0	4,75E+03	8,29E+02	4,68E+03	7,56E+01	1,00E+02	2,09E-02
26,4	60	8,57E+00	80,3	4,19E+03	7,06E+02	4,13E+03	7,77E+01	1,00E+02	2,40E-02
33,3	60	7,14E+00	80,7	3,58E+03	5,82E+02	3,53E+03	7,98E+01	1,00E+02	2,82E-02
40	60	5,88E+00	81,0	3,03E+03	4,72E+02	2,99E+03	8,19E+01	1,00E+02	3,34E-02
46,8	60	5,00E+00	81,3	2,62E+03	3,94E+02	2,59E+03	8,33E+01	1,00E+02	3,86E-02
53,6	60	4,17E+00	81,7	2,22E+03	3,20E+02	2,20E+03	8,49E+01	1,00E+02	4,55E-02
60,6	60	3,49E+00	82,1	1,89E+03	2,63E+02	1,88E+03	8,64E+01	1,00E+02	5,33E-02
67,4	60	2,91E+00	82,4	1,51E+03	2,12E+02	1,59E+03	8,79E+01	1,00E+02	6,27E-02
74,3	60	2,44E+00	82,8	1,37E+03	1,73E+02	1,36E+03	8,93E+01	1,00E+02	7,36E-02
81,4	60	2,04E+00	83,1	1,16E+03	1,39E+02	1,15E+03	9,07E+01	1,00E+02	8,65E-02
88,4	60	1,70E+00	83,5	9,85E+02	1,11E+02	9,78E+02	9,19E+01	1,00E+02	1,02E-01
95,5	60	1,43E+00	83,9	8,36E+02	8,91E+01	8,31E+02	9,31E+01	1,00E+02	1,20E-01
102,8	60	1,20E+00	84,3	7,08E+02	7,10E+01	7,05E+02	9,43E+01	1,00E+02	1,42E-01
109,6	60	1,00E+00	84,6	5,99E+02	5,60E+01	5,96E+02	9,53E+01	1,00E+02	1,67E-01
116,5	60	8,38E-01	85,0	5,08E+02	4,45E+01	5,06E+02	9,65E+01	1,00E+02	1,97E-01
123,3	60	5,88E-01	85,7	3,63E+02	2,74E+01	3,62E+02	9,83E+01	1,00E+02	2,76E-01
130,9	60	4,13E-01	86,3	2,58E+02	1,67E+01	2,58E+02	9,96E+01	1,00E+02	3,88E-01
139,5	60	2,90E-01	87,0	1,84E+02	9,79E+00	1,83E+02	1,01E+02	1,00E+02	5,45E-01
149,6	60	2,03E-01	87,5	1,30E+02	5,70E+00	1,30E+02	1,02E+02	1,00E+02	7,70E-01
161,8	60	1,43E-01	88,0	9,17E+01	3,16E+00	9,17E+01	1,02E+02	1,00E+02	1,09E+00
177	60	1,00E-01	88,3	6,47E+01	1,88E+00	6,46E+01	1,03E+02	1,00E+02	1,55E+00
194,1	60	8,38E-02	88,6	5,43E+01	1,36E+00	5,43E+01	1,03E+02	1,00E+02	1,84E+00
219,6	60	4,92E-02	89,1	3,20E+01	4,99E-01	3,20E+01	1,03E+02	1,00E+02	3,12E+00
259,4	60	2,89E-02	89,5	1,88E+01	1,50E-01	1,88E+01	1,04E+02	1,00E+02	5,31E+00
323,5	60	1,70E-02	89,9	1,10E+01	2,10E-02	1,10E+01	1,03E+02	1,00E+02	9,05E+00
428,9	60	1,00E-02	89,9	6,47E+00	1,01E-02	6,47E+00	1,03E+02	1,00E+02	1,54E+01

Tableau-A I-5 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 85 min » à 25°C et 2500 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,1	25	1,43E+01	40,1	1,56E+06	1,19E+06	1,00E+06	1,73E+04	2,50E+03	
12,9	25	1,20E+01	40,9	1,45E+06	1,10E+06	9,48E+05	1,92E+04	2,50E+03	1,73E-03
19,6	25	1,00E+01	41,6	1,33E+06	9,98E+05	8,86E+05	2,12E+04	2,50E+03	1,87E-03
26,4	25	8,57E+00	42,2	1,25E+06	9,22E+05	8,37E+05	2,31E+04	2,50E+03	2,01E-03
33,3	25	7,14E+00	42,9	1,15E+06	8,39E+05	7,79E+05	2,55E+04	2,50E+03	2,18E-03
40	25	5,88E+00	43,6	1,05E+06	7,56E+05	7,22E+05	2,83E+04	2,50E+03	2,39E-03
46,8	25	5,00E+00	44,2	9,67E+05	6,94E+05	6,73E+05	3,08E+04	2,50E+03	2,59E-03
53,6	25	4,17E+00	44,9	8,83E+05	6,25E+05	6,24E+05	3,37E+04	2,50E+03	2,83E-03
60,6	25	3,49E+00	45,6	8,08E+05	5,65E+05	5,77E+05	3,68E+04	2,50E+03	3,10E-03
67,4	25	2,91E+00	46,3	7,39E+05	5,11E+05	5,34E+05	4,04E+04	2,50E+03	3,38E-03
74,3	25	2,44E+00	46,9	6,69E+05	4,57E+05	4,89E+05	4,37E+04	2,50E+03	3,74E-03
81,4	25	2,04E+00	47,5	6,10E+05	4,12E+05	4,49E+05	4,76E+04	2,50E+03	4,10E-03
88,4	25	1,70E+00	48,1	5,55E+05	3,71E+05	4,13E+05	5,18E+04	2,50E+03	4,51E-03
95,5	25	1,43E+00	48,6	5,04E+05	3,33E+05	3,78E+05	5,61E+04	2,50E+03	4,97E-03
102,8	25	1,20E+00	49,4	4,57E+05	2,97E+05	3,47E+05	6,08E+04	2,50E+03	5,47E-03
109,6	25	1,00E+00	49,8	4,15E+05	2,68E+05	3,17E+05	6,61E+04	2,50E+03	6,02E-03
116,5	25	8,38E-01	50,5	3,77E+05	2,39E+05	2,91E+05	7,16E+04	2,50E+03	6,64E-03
123,3	25	5,88E-01	51,3	3,06E+05	1,91E+05	2,39E+05	8,29E+04	2,50E+03	8,16E-03
130,9	25	4,13E-01	52,2	2,50E+05	1,54E+05	1,98E+05	9,65E+04	2,50E+03	9,99E-03
139,5	25	2,90E-01	53,1	2,03E+05	1,22E+05	1,62E+05	1,11E+05	2,50E+03	1,23E-02
149,6	25	2,03E-01	54,1	1,64E+05	9,63E+04	1,33E+05	1,29E+05	2,50E+03	1,52E-02
161,8	25	1,43E-01	55,0	1,33E+05	7,61E+04	1,09E+05	1,48E+05	2,50E+03	1,88E-02
177	25	1,00E-01	55,8	1,07E+05	5,99E+04	8,83E+04	1,70E+05	2,50E+03	2,34E-02
194,1	25	8,38E-02	56,2	9,57E+04	5,32E+04	7,95E+04	1,82E+05	2,50E+03	2,61E-02
219,6	25	4,92E-02	57,3	6,84E+04	3,69E+04	5,76E+04	2,21E+05	2,50E+03	3,65E-02
259,4	25	2,89E-02	59,2	4,92E+04	2,51E+04	4,23E+04	2,70E+05	2,50E+03	5,08E-02
323,5	25	1,70E-02	60,4	3,49E+04	1,72E+04	3,04E+04	3,27E+05	2,50E+03	7,16E-02
428,9	25	1,00E-02	62,1	2,43E+04	1,14E+04	2,15E+04	3,87E+05	2,50E+03	1,03E-01

Tableau-A I-6 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 85 min » à 35°C et 1500 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,1	35	1,43E+01	55,0	4,49E+05	2,58E+05	3,68E+05	5,00E+03	1,50E+03	3,36E-03
12,9	35	1,20E+01	55,1	4,08E+05	2,34E+05	3,35E+05	5,41E+03	1,50E+03	3,69E-03
19,6	35	1,00E+01	55,1	3,69E+05	2,11E+05	3,03E+05	5,88E+03	1,50E+03	4,07E-03
26,4	35	8,57E+00	55,2	3,39E+05	1,93E+05	2,79E+05	6,30E+03	1,50E+03	4,43E-03
33,3	35	7,14E+00	55,5	3,05E+05	1,73E+05	2,51E+05	6,80E+03	1,50E+03	4,92E-03
40	35	5,88E+00	55,7	2,73E+05	1,54E+05	2,25E+05	7,37E+03	1,50E+03	5,51E-03
46,8	35	5,00E+00	55,8	2,47E+05	1,39E+05	2,04E+05	7,86E+03	1,50E+03	6,08E-03
53,6	35	4,17E+00	56,1	2,21E+05	1,23E+05	1,84E+05	8,45E+03	1,50E+03	6,79E-03
60,6	35	3,49E+00	56,4	1,99E+05	1,10E+05	1,65E+05	9,06E+03	1,50E+03	7,56E-03
67,4	35	2,91E+00	56,7	1,78E+05	9,75E+04	1,49E+05	9,71E+03	1,50E+03	8,45E-03
74,3	35	2,44E+00	57,0	1,59E+05	8,66E+04	1,33E+05	1,04E+04	1,50E+03	9,45E-03
81,4	35	2,04E+00	57,3	1,42E+05	7,67E+04	1,19E+05	1,11E+04	1,50E+03	1,06E-02
88,4	35	1,70E+00	57,6	1,27E+05	6,79E+04	1,07E+05	1,18E+04	1,50E+03	1,18E-02
95,5	35	1,43E+00	57,8	1,13E+05	6,04E+04	9,60E+04	1,26E+04	1,50E+03	1,32E-02
102,8	35	1,20E+00	58,2	1,01E+05	5,32E+04	8,59E+04	1,35E+04	1,50E+03	1,48E-02
109,6	35	1,00E+00	58,5	9,02E+04	4,71E+04	7,69E+04	1,43E+04	1,50E+03	1,66E-02
116,5	35	8,38E-01	58,9	8,05E+04	4,16E+04	6,89E+04	1,53E+04	1,50E+03	1,86E-02
123,3	35	5,88E-01	59,6	6,37E+04	3,22E+04	5,50E+04	1,72E+04	1,50E+03	2,35E-02
130,9	35	4,13E-01	60,5	5,03E+04	2,48E+04	4,38E+04	1,94E+04	1,50E+03	2,98E-02
139,5	35	2,90E-01	61,2	3,96E+04	1,91E+04	3,47E+04	2,18E+04	1,50E+03	3,79E-02
149,6	35	2,03E-01	62,2	3,11E+04	1,45E+04	2,75E+04	2,44E+04	1,50E+03	4,82E-02
161,8	35	1,43E-01	63,2	2,43E+04	1,10E+04	2,17E+04	2,72E+04	1,50E+03	6,16E-02
177	35	1,00E-01	64,1	1,90E+04	8,27E+03	1,71E+04	3,02E+04	1,50E+03	7,91E-02
194,1	35	8,38E-02	64,7	1,67E+04	7,13E+03	1,51E+04	3,17E+04	1,50E+03	8,99E-02
219,6	35	4,92E-02	66,5	1,14E+04	4,54E+03	1,04E+04	3,67E+04	1,50E+03	1,32E-01
259,4	35	2,89E-02	68,5	7,63E+03	2,79E+03	7,10E+03	4,20E+04	1,50E+03	1,97E-01
323,5	35	1,70E-02	71,0	5,06E+03	1,64E+03	4,78E+03	4,73E+04	1,50E+03	2,97E-01
428,9	35	1,00E-02	73,5	3,31E+03	9,40E+02	3,18E+03	5,27E+04	1,50E+03	4,53E-01

Tableau-A I-7 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 85 min » à 45°C et 1000 pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,43E+01	61,9	1,39E+05	6,57E+04	1,23E+05	1,55E+03	1,00E+03	7,27E-03
12,9	45	1,20E+01	61,7	1,26E+05	5,97E+04	1,11E+05	1,67E+03	1,00E+03	8,01E-03
19,6	45	1,00E+01	61,7	1,13E+05	5,36E+04	9,94E+04	1,80E+03	1,00E+03	8,92E-03
26,4	45	8,57E+00	61,6	1,03E+05	4,88E+04	9,03E+04	1,91E+03	1,00E+03	9,80E-03
33,3	45	7,14E+00	61,7	9,13E+04	4,33E+04	8,04E+04	2,03E+03	1,00E+03	1,10E-02
40	45	5,88E+00	61,8	8,04E+04	3,80E+04	7,08E+04	2,17E+03	1,00E+03	1,25E-02
46,8	45	5,00E+00	61,9	7,21E+04	3,40E+04	6,36E+04	2,30E+03	1,00E+03	1,39E-02
53,6	45	4,17E+00	62,0	6,38E+04	2,99E+04	5,64E+04	2,44E+03	1,00E+03	1,57E-02
60,6	45	3,49E+00	62,2	5,66E+04	2,64E+04	5,01E+04	2,58E+03	1,00E+03	1,77E-02
67,4	45	2,91E+00	62,5	5,01E+04	2,32E+04	4,45E+04	2,74E+03	1,00E+03	2,00E-02
74,3	45	2,44E+00	62,7	4,44E+04	2,03E+04	3,94E+04	2,90E+03	1,00E+03	2,26E-02
81,4	45	2,04E+00	63,1	3,93E+04	1,78E+04	3,50E+04	3,06E+03	1,00E+03	2,55E-02
88,4	45	1,70E+00	63,4	3,46E+04	1,55E+04	3,10E+04	3,24E+03	1,00E+03	2,89E-02
95,5	45	1,43E+00	63,7	3,06E+04	1,36E+04	2,75E+04	3,41E+03	1,00E+03	3,27E-02
102,8	45	1,20E+00	64,1	2,70E+04	1,18E+04	2,43E+04	3,59E+03	1,00E+03	3,71E-02
109,6	45	1,00E+00	64,5	2,38E+04	1,02E+04	2,15E+04	3,79E+03	1,00E+03	4,21E-02
116,5	45	8,38E-01	65,0	2,10E+04	8,88E+03	1,90E+04	3,98E+03	1,00E+03	4,77E-02
123,3	45	5,88E-01	65,9	1,62E+04	6,64E+03	1,48E+04	4,39E+03	1,00E+03	6,16E-02
130,9	45	4,13E-01	66,8	1,25E+04	4,91E+03	1,15E+04	4,82E+03	1,00E+03	8,00E-02
139,5	45	2,90E-01	68,0	9,60E+03	3,59E+03	8,90E+03	5,27E+03	1,00E+03	1,04E-01
149,6	45	2,03E-01	69,2	7,34E+03	2,61E+03	6,86E+03	5,75E+03	1,00E+03	1,36E-01
161,8	45	1,43E-01	70,6	5,58E+03	1,85E+03	5,27E+03	6,23E+03	1,00E+03	1,79E-01
177	45	1,00E-01	71,8	4,22E+03	1,32E+03	4,01E+03	6,72E+03	1,00E+03	2,37E-01
194,1	45	8,38E-02	72,7	3,66E+03	1,09E+03	3,49E+03	6,95E+03	1,00E+03	2,73E-01
219,6	45	4,92E-02	74,9	2,37E+03	6,17E+02	2,29E+03	7,66E+03	1,00E+03	4,22E-01
259,4	45	2,89E-02	77,4	1,51E+03	3,31E+02	1,48E+03	8,31E+03	1,00E+03	6,61E-01
323,5	45	1,70E-02	80,1	9,50E+02	1,62E+02	9,36E+02	8,88E+03	1,00E+03	1,05E+00
428,9	45	1,00E-02	82,9	5,86E+02	7,26E+01	5,81E+02	9,32E+03	1,00E+03	1,71E+00

Tableau-A I-8 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 85 min » à 45°C et 200 pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	69,8	2,24E+04	7,75E+03	2,10E+04	2,49E+02	2,00E+02	9,36E-03
12,9	60	1,20E+01	69,8	1,98E+04	6,85E+03	1,86E+04	2,63E+02	2,00E+02	1,05E-02
19,6	60	1,00E+01	69,9	1,74E+04	5,98E+03	1,64E+04	2,77E+02	2,00E+02	1,19E-02
26,4	60	8,57E+00	70,0	1,56E+04	5,32E+03	1,47E+04	2,90E+02	2,00E+02	1,32E-02
33,3	60	7,14E+00	70,2	1,36E+04	4,60E+03	1,28E+04	3,04E+02	2,00E+02	1,50E-02
40	60	5,88E+00	70,5	1,18E+04	3,93E+03	1,11E+04	3,19E+02	2,00E+02	1,73E-02
46,8	60	5,00E+00	70,8	1,04E+04	3,43E+03	9,83E+03	3,31E+02	2,00E+02	1,95E-02
53,6	60	4,17E+00	71,1	9,05E+03	2,93E+03	8,57E+03	3,46E+02	2,00E+02	2,23E-02
60,6	60	3,49E+00	71,5	7,88E+03	2,50E+03	7,47E+03	3,59E+02	2,00E+02	2,56E-02
67,4	60	2,91E+00	71,9	6,85E+03	2,13E+03	6,51E+03	3,74E+02	2,00E+02	2,94E-02
74,3	60	2,44E+00	72,4	5,95E+03	1,81E+03	5,67E+03	3,88E+02	2,00E+02	3,38E-02
81,4	60	2,04E+00	72,8	5,16E+03	1,53E+03	4,93E+03	4,02E+02	2,00E+02	3,89E-02
88,4	60	1,70E+00	73,3	4,46E+03	1,28E+03	4,27E+03	4,17E+02	2,00E+02	4,50E-02
95,5	60	1,43E+00	73,8	3,87E+03	1,08E+03	3,71E+03	4,31E+02	2,00E+02	5,19E-02
102,8	60	1,20E+00	74,3	3,34E+03	9,02E+02	3,21E+03	4,45E+02	2,00E+02	6,00E-02
109,6	60	1,00E+00	74,8	2,88E+03	7,53E+02	2,78E+03	4,58E+02	2,00E+02	6,96E-02
116,5	60	8,38E-01	75,4	2,49E+03	6,26E+02	2,41E+03	4,73E+02	2,00E+02	8,05E-02
123,3	60	5,88E-01	76,6	1,85E+03	4,28E+02	1,80E+03	5,00E+02	2,00E+02	1,08E-01
130,9	60	4,13E-01	77,8	1,36E+03	2,90E+02	1,33E+03	5,26E+02	2,00E+02	1,47E-01
139,5	60	2,90E-01	79,0	1,00E+03	1,92E+02	9,85E+02	5,51E+02	2,00E+02	1,99E-01
149,6	60	2,03E-01	80,1	7,34E+02	1,26E+02	7,23E+02	5,75E+02	2,00E+02	2,73E-01
161,8	60	1,43E-01	81,3	5,34E+02	8,06E+01	5,28E+02	5,96E+02	2,00E+02	3,74E-01
177	60	1,00E-01	82,5	3,87E+02	5,05E+01	3,84E+02	6,17E+02	2,00E+02	5,16E-01
194,1	60	8,38E-02	83,1	3,29E+02	3,98E+01	3,27E+02	6,26E+02	2,00E+02	6,07E-01
219,6	60	4,92E-02	84,8	2,00E+02	1,82E+01	1,99E+02	6,46E+02	2,00E+02	1,00E+00
259,4	60	2,89E-02	86,5	1,20E+02	7,43E+00	1,20E+02	6,59E+02	2,00E+02	1,67E+00
323,5	60	1,70E-02	87,8	7,12E+01	2,74E+00	7,11E+01	6,66E+02	2,00E+02	2,81E+00
428,9	60	1,00E-02	88,6	4,21E+01	9,90E-01	4,21E+01	6,70E+02	2,00E+02	4,75E+00

Tableau-A I-9 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 150 min » à 25°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	32,3	2,22E+06	1,87E+06	1,19E+06	2,47E+04	5,00E+03	2,26E-03
12,9	25	1,20E+01	32,9	2,11E+06	1,77E+06	1,15E+06	2,80E+04	5,00E+03	2,37E-03
19,6	25	1,00E+01	33,6	1,99E+06	1,66E+06	1,10E+06	3,17E+04	5,00E+03	2,51E-03
26,4	25	8,57E+00	34,2	1,89E+06	1,57E+06	1,06E+06	3,51E+04	5,00E+03	2,64E-03
33,3	25	7,14E+00	34,9	1,78E+06	1,46E+06	1,02E+06	3,96E+04	5,00E+03	2,82E-03
40	25	5,88E+00	35,7	1,65E+06	1,34E+06	9,66E+05	4,48E+04	5,00E+03	3,02E-03
46,8	25	5,00E+00	36,4	1,55E+06	1,25E+06	9,20E+05	4,93E+04	5,00E+03	3,23E-03
53,6	25	4,17E+00	37,3	1,44E+06	1,15E+06	8,72E+05	5,50E+04	5,00E+03	3,47E-03
60,6	25	3,49E+00	38,0	1,34E+06	1,06E+06	8,26E+05	6,11E+04	5,00E+03	3,73E-03
67,4	25	2,91E+00	38,8	1,24E+06	9,67E+05	7,78E+05	6,78E+04	5,00E+03	4,03E-03
74,3	25	2,44E+00	39,5	1,15E+06	8,86E+05	7,29E+05	7,49E+04	5,00E+03	4,36E-03
81,4	25	2,04E+00	40,6	1,06E+06	8,06E+05	6,89E+05	8,27E+04	5,00E+03	4,72E-03
88,4	25	1,70E+00	41,2	9,80E+05	7,38E+05	6,45E+05	9,15E+04	5,00E+03	5,10E-03
95,5	25	1,43E+00	42,0	9,01E+05	6,70E+05	6,02E+05	1,00E+05	5,00E+03	5,55E-03
102,8	25	1,20E+00	42,6	8,28E+05	6,10E+05	5,60E+05	1,10E+05	5,00E+03	6,03E-03
109,6	25	1,00E+00	43,3	7,60E+05	5,53E+05	5,21E+05	1,21E+05	5,00E+03	6,58E-03
116,5	25	8,38E-01	43,9	6,98E+05	5,03E+05	4,84E+05	1,33E+05	5,00E+03	7,17E-03
123,3	25	5,88E-01	45,2	5,87E+05	4,14E+05	4,16E+05	1,59E+05	5,00E+03	8,52E-03
130,9	25	4,13E-01	46,4	4,87E+05	3,36E+05	3,52E+05	1,88E+05	5,00E+03	1,03E-02
139,5	25	2,90E-01	47,4	4,05E+05	2,74E+05	2,98E+05	2,23E+05	5,00E+03	1,23E-02
149,6	25	2,03E-01	48,5	3,35E+05	2,22E+05	2,51E+05	2,62E+05	5,00E+03	1,49E-02
161,8	25	1,43E-01	49,5	2,75E+05	1,79E+05	2,10E+05	3,08E+05	5,00E+03	1,82E-02
177	25	1,00E-01	50,5	2,27E+05	1,44E+05	1,75E+05	3,61E+05	5,00E+03	2,21E-02
194,1	25	8,38E-02	51,0	2,05E+05	1,29E+05	1,59E+05	3,89E+05	5,00E+03	2,44E-02
219,6	25	4,92E-02	52,3	1,51E+05	9,23E+04	1,19E+05	4,88E+05	5,00E+03	3,31E-02
259,4	25	2,89E-02	54,1	1,11E+05	6,52E+04	9,02E+04	6,12E+05	5,00E+03	4,49E-02
323,5	25	1,70E-02	55,5	8,07E+04	4,57E+04	6,65E+04	7,55E+05	5,00E+03	6,20E-02
428,9	25	1,00E-02	56,9	5,72E+04	3,12E+04	4,80E+04	9,11E+05	5,00E+03	8,74E-02

Tableau-A I-10 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 150 min » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,4E+01	48,1	7,4E+05	5,0E+05	5,5E+05	8,3E+03	5,0E+03	6,8E-03
12,9	35	1,2E+01	48,3	6,8E+05	4,5E+05	5,1E+05	9,0E+03	5,0E+03	7,4E-03
19,6	35	1,0E+01	48,6	6,2E+05	4,1E+05	4,6E+05	9,8E+03	5,0E+03	8,1E-03
26,4	35	8,6E+00	48,8	5,7E+05	3,8E+05	4,3E+05	1,1E+04	5,0E+03	8,8E-03
33,3	35	7,1E+00	49,2	5,2E+05	3,4E+05	3,9E+05	1,2E+04	5,0E+03	9,6E-03
40	35	5,9E+00	49,6	4,7E+05	3,0E+05	3,6E+05	1,3E+04	5,0E+03	1,1E-02
46,8	35	5,0E+00	49,9	4,3E+05	2,8E+05	3,3E+05	1,4E+04	5,0E+03	1,2E-02
53,6	35	4,2E+00	50,3	3,9E+05	2,5E+05	3,0E+05	1,5E+04	5,0E+03	1,3E-02
60,6	35	3,5E+00	50,7	3,5E+05	2,2E+05	2,7E+05	1,6E+04	5,0E+03	1,4E-02
67,4	35	2,9E+00	51,1	3,2E+05	2,0E+05	2,5E+05	1,7E+04	5,0E+03	1,6E-02
74,3	35	2,4E+00	51,4	2,9E+05	1,8E+05	2,3E+05	1,9E+04	5,0E+03	1,7E-02
81,4	35	2,0E+00	51,8	2,6E+05	1,6E+05	2,1E+05	2,0E+04	5,0E+03	1,9E-02
88,4	35	1,7E+00	52,2	2,4E+05	1,4E+05	1,9E+05	2,2E+04	5,0E+03	2,1E-02
95,5	35	1,4E+00	52,5	2,1E+05	1,3E+05	1,7E+05	2,4E+04	5,0E+03	2,4E-02
102,8	35	1,2E+00	52,9	1,9E+05	1,2E+05	1,5E+05	2,6E+04	5,0E+03	2,6E-02
109,6	35	1,0E+00	53,3	1,7E+05	1,0E+05	1,4E+05	2,8E+04	5,0E+03	2,9E-02
116,5	35	8,4E-01	53,6	1,6E+05	9,2E+04	1,3E+05	3,0E+04	5,0E+03	3,2E-02
123,3	35	5,9E-01	54,3	1,3E+05	7,4E+04	1,0E+05	3,4E+04	5,0E+03	4,0E-02
130,9	35	4,1E-01	55,1	1,0E+05	5,8E+04	8,4E+04	3,9E+04	5,0E+03	4,9E-02
139,5	35	2,9E-01	55,9	8,2E+04	4,6E+04	6,8E+04	4,5E+04	5,0E+03	6,1E-02
149,6	35	2,0E-01	56,7	6,6E+04	3,6E+04	5,5E+04	5,2E+04	5,0E+03	7,5E-02
161,8	35	1,4E-01	57,6	5,3E+04	2,8E+04	4,5E+04	5,9E+04	5,0E+03	9,4E-02
177	35	1,0E-01	58,5	4,2E+04	2,2E+04	3,6E+04	6,7E+04	5,0E+03	1,2E-01
194,1	35	8,4E-02	59,0	3,8E+04	1,9E+04	3,2E+04	7,2E+04	5,0E+03	1,3E-01
219,6	35	4,9E-02	60,5	2,7E+04	1,3E+04	2,3E+04	8,7E+04	5,0E+03	1,9E-01
259,4	35	2,9E-02	62,3	1,9E+04	8,8E+03	1,7E+04	1,0E+05	5,0E+03	2,7E-01
323,5	35	1,7E-02	64,7	1,3E+04	5,6E+03	1,2E+04	1,2E+05	5,0E+03	3,8E-01
428,9	35	1,0E-02	67,1	9,0E+03	3,5E+03	8,3E+03	1,4E+05	5,0E+03	5,5E-01

Tableau-A I-11 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 150 min » à 45°C et 1000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	55,9	2,3E+05	1,3E+05	1,9E+05	2,5E+03	1,0E+03	4,5E-03
12,9	45	1,2E+01	55,7	2,1E+05	1,2E+05	1,7E+05	2,7E+03	1,0E+03	4,9E-03
19,6	45	1,0E+01	55,6	1,9E+05	1,1E+05	1,5E+05	3,0E+03	1,0E+03	5,4E-03
26,4	45	8,6E+00	55,5	1,7E+05	9,6E+04	1,4E+05	3,2E+03	1,0E+03	5,9E-03
33,3	45	7,1E+00	55,6	1,5E+05	8,6E+04	1,3E+05	3,4E+03	1,0E+03	6,6E-03
40	45	5,9E+00	55,6	1,4E+05	7,7E+04	1,1E+05	3,7E+03	1,0E+03	7,3E-03
46,8	45	5,0E+00	55,8	1,2E+05	7,0E+04	1,0E+05	3,9E+03	1,0E+03	8,1E-03
53,6	45	4,2E+00	55,9	1,1E+05	6,2E+04	9,2E+04	4,2E+03	1,0E+03	9,0E-03
60,6	45	3,5E+00	56,1	1,0E+05	5,6E+04	8,3E+04	4,5E+03	1,0E+03	1,0E-02
67,4	45	2,9E+00	56,3	8,9E+04	4,9E+04	7,4E+04	4,9E+03	1,0E+03	1,1E-02
74,3	45	2,4E+00	56,5	8,0E+04	4,4E+04	6,7E+04	5,2E+03	1,0E+03	1,3E-02
81,4	45	2,0E+00	56,7	7,2E+04	3,9E+04	6,0E+04	5,6E+03	1,0E+03	1,4E-02
88,4	45	1,7E+00	57,0	6,4E+04	3,5E+04	5,4E+04	6,0E+03	1,0E+03	1,6E-02
95,5	45	1,4E+00	57,3	5,7E+04	3,1E+04	4,8E+04	6,4E+03	1,0E+03	1,7E-02
102,8	45	1,2E+00	57,6	5,1E+04	2,7E+04	4,3E+04	6,8E+03	1,0E+03	2,0E-02
109,6	45	1,0E+00	58,0	4,6E+04	2,4E+04	3,9E+04	7,3E+03	1,0E+03	2,2E-02
116,5	45	8,4E-01	58,3	4,1E+04	2,1E+04	3,5E+04	7,8E+03	1,0E+03	2,5E-02
123,3	45	5,9E-01	59,0	3,3E+04	1,7E+04	2,8E+04	8,8E+03	1,0E+03	3,1E-02
130,9	45	4,1E-01	59,9	2,6E+04	1,3E+04	2,2E+04	1,0E+04	1,0E+03	3,9E-02
139,5	45	2,9E-01	60,9	2,0E+04	9,9E+03	1,8E+04	1,1E+04	1,0E+03	4,9E-02
149,6	45	2,0E-01	61,9	1,6E+04	7,6E+03	1,4E+04	1,3E+04	1,0E+03	6,2E-02
161,8	45	1,4E-01	63,1	1,3E+04	5,7E+03	1,1E+04	1,4E+04	1,0E+03	7,9E-02
177	45	1,0E-01	64,3	9,9E+03	4,3E+03	8,9E+03	1,6E+04	1,0E+03	1,0E-01
194,1	45	8,4E-02	64,9	8,7E+03	3,7E+03	7,9E+03	1,7E+04	1,0E+03	1,1E-01
219,6	45	4,9E-02	66,8	5,9E+03	2,3E+03	5,4E+03	1,9E+04	1,0E+03	1,7E-01
259,4	45	2,9E-02	69,3	4,0E+03	1,4E+03	3,7E+03	2,2E+04	1,0E+03	2,5E-01
323,5	45	1,7E-02	71,9	2,6E+03	8,1E+02	2,5E+03	2,5E+04	1,0E+03	3,8E-01
428,9	45	1,0E-02	74,4	1,7E+03	4,5E+02	1,6E+03	2,7E+04	1,0E+03	5,9E-01

Tableau-A I-12 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 150 min » à 60°C et 200 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	63,6	4,08E+04	1,81E+04	3,65E+04	4,54E+02	2,00E+02	5,09E-03
12,9	60	1,20E+01	63,6	3,65E+04	1,62E+04	3,27E+04	4,84E+02	2,00E+02	5,65E-03
19,6	60	1,00E+01	63,6	3,24E+04	1,44E+04	2,90E+04	5,16E+02	2,00E+02	6,31E-03
26,4	60	8,57E+00	63,5	2,93E+04	1,31E+04	2,63E+04	5,45E+02	2,00E+02	6,95E-03
33,3	60	7,14E+00	63,6	2,60E+04	1,16E+04	2,32E+04	5,78E+02	2,00E+02	7,82E-03
40	60	5,88E+00	63,7	2,28E+04	1,01E+04	2,04E+04	6,16E+02	2,00E+02	8,89E-03
46,8	60	5,00E+00	63,8	2,04E+04	8,97E+03	1,83E+04	6,48E+02	2,00E+02	9,92E-03
53,6	60	4,17E+00	64,2	1,80E+04	7,83E+03	1,62E+04	6,86E+02	2,00E+02	1,12E-02
60,6	60	3,49E+00	64,4	1,59E+04	6,86E+03	1,43E+04	7,24E+02	2,00E+02	1,27E-02
67,4	60	2,91E+00	64,7	1,40E+04	5,97E+03	1,27E+04	7,64E+02	2,00E+02	1,44E-02
74,3	60	2,44E+00	65,1	1,23E+04	5,19E+03	1,12E+04	8,05E+02	2,00E+02	1,63E-02
81,4	60	2,04E+00	65,5	1,09E+04	4,50E+03	9,89E+03	8,47E+02	2,00E+02	1,85E-02
88,4	60	1,70E+00	65,9	9,55E+03	3,89E+03	8,72E+03	8,91E+02	2,00E+02	2,10E-02
95,5	60	1,43E+00	66,4	8,40E+03	3,36E+03	7,70E+03	9,36E+02	2,00E+02	2,38E-02
102,8	60	1,20E+00	66,9	7,37E+03	2,89E+03	6,78E+03	9,81E+02	2,00E+02	2,72E-02
109,6	60	1,00E+00	67,4	6,46E+03	2,48E+03	5,96E+03	1,03E+03	2,00E+02	3,10E-02
116,5	60	8,38E-01	67,9	5,66E+03	2,13E+03	5,25E+03	1,07E+03	2,00E+02	3,54E-02
123,3	60	5,88E-01	69,1	4,33E+03	1,54E+03	4,05E+03	1,17E+03	2,00E+02	4,62E-02
130,9	60	4,13E-01	70,3	3,30E+03	1,11E+03	3,11E+03	1,27E+03	2,00E+02	6,06E-02
139,5	60	2,90E-01	71,7	2,50E+03	7,86E+02	2,37E+03	1,37E+03	2,00E+02	8,01E-02
149,6	60	2,03E-01	73,0	1,88E+03	5,49E+02	1,80E+03	1,47E+03	2,00E+02	1,06E-01
161,8	60	1,43E-01	74,4	1,41E+03	3,79E+02	1,35E+03	1,57E+03	2,00E+02	1,42E-01
177	60	1,00E-01	75,7	1,05E+03	2,59E+02	1,02E+03	1,67E+03	2,00E+02	1,91E-01
194,1	60	8,38E-02	76,5	9,03E+02	2,11E+02	8,78E+02	1,72E+03	2,00E+02	2,22E-01
219,6	60	4,92E-02	78,6	5,70E+02	1,13E+02	5,59E+02	1,84E+03	2,00E+02	3,51E-01
259,4	60	2,89E-02	80,7	3,54E+02	5,71E+01	3,49E+02	1,95E+03	2,00E+02	5,65E-01
323,5	60	1,70E-02	82,8	2,17E+02	2,72E+01	2,16E+02	2,03E+03	2,00E+02	9,20E-01
428,9	60	1,00E-02	84,9	1,32E+02	1,17E+01	1,32E+02	2,10E+03	2,00E+02	1,51E+00

Tableau-A I-13 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 300 min » à 25°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	2,12E+01	2,87E+06	2,68E+06	1,04E+06	3,20E+04	5,00E+03	1,74E-03
12,9	25	1,20E+01	2,14E+01	2,79E+06	2,60E+06	1,02E+06	3,71E+04	5,00E+03	1,79E-03
19,6	25	1,00E+01	2,15E+01	2,71E+06	2,52E+06	9,92E+05	4,31E+04	5,00E+03	1,85E-03
26,4	25	8,57E+00	2,19E+01	2,63E+06	2,44E+06	9,82E+05	4,89E+04	5,00E+03	1,90E-03
33,3	25	7,14E+00	2,22E+01	2,54E+06	2,35E+06	9,57E+05	5,65E+04	5,00E+03	1,97E-03
40	25	5,88E+00	2,26E+01	2,43E+06	2,24E+06	9,32E+05	6,56E+04	5,00E+03	2,06E-03
46,8	25	5,00E+00	2,31E+01	2,34E+06	2,15E+06	9,16E+05	7,45E+04	5,00E+03	2,14E-03
53,6	25	4,17E+00	2,36E+01	2,24E+06	2,06E+06	8,96E+05	8,57E+04	5,00E+03	2,23E-03
60,6	25	3,49E+00	2,41E+01	2,14E+06	1,96E+06	8,75E+05	9,78E+04	5,00E+03	2,33E-03
67,4	25	2,91E+00	2,45E+01	2,05E+06	1,86E+06	8,49E+05	1,12E+05	5,00E+03	2,44E-03
74,3	25	2,44E+00	2,51E+01	1,95E+06	1,77E+06	8,26E+05	1,27E+05	5,00E+03	2,56E-03
81,4	25	2,04E+00	2,57E+01	1,86E+06	1,67E+06	8,06E+05	1,45E+05	5,00E+03	2,69E-03
88,4	25	1,70E+00	2,62E+01	1,77E+06	1,59E+06	7,83E+05	1,65E+05	5,00E+03	2,83E-03
95,5	25	1,43E+00	2,68E+01	1,68E+06	1,50E+06	7,57E+05	1,87E+05	5,00E+03	2,98E-03
102,8	25	1,20E+00	2,75E+01	1,59E+06	1,41E+06	7,32E+05	2,11E+05	5,00E+03	3,15E-03
109,6	25	1,00E+00	2,80E+01	1,50E+06	1,32E+06	7,04E+05	2,39E+05	5,00E+03	3,33E-03
116,5	25	8,38E-01	2,84E+01	1,43E+06	1,26E+06	6,79E+05	2,71E+05	5,00E+03	3,50E-03
123,3	25	5,88E-01	2,97E+01	1,27E+06	1,11E+06	6,30E+05	3,44E+05	5,00E+03	3,93E-03
130,9	25	4,13E-01	3,10E+01	1,13E+06	9,67E+05	5,81E+05	4,35E+05	5,00E+03	4,43E-03
139,5	25	2,90E-01	3,21E+01	9,97E+05	8,45E+05	5,29E+05	5,48E+05	5,00E+03	5,02E-03
149,6	25	2,03E-01	3,32E+01	8,76E+05	7,33E+05	4,80E+05	6,87E+05	5,00E+03	5,71E-03
161,8	25	1,43E-01	3,45E+01	7,66E+05	6,31E+05	4,33E+05	8,55E+05	5,00E+03	6,53E-03
177	25	1,00E-01	3,57E+01	6,67E+05	5,42E+05	3,89E+05	1,06E+06	5,00E+03	7,50E-03
194,1	25	8,38E-02	3,63E+01	6,21E+05	5,01E+05	3,68E+05	1,18E+06	5,00E+03	8,05E-03
219,6	25	4,92E-02	3,78E+01	5,01E+05	3,96E+05	3,07E+05	1,62E+06	5,00E+03	9,98E-03
259,4	25	2,89E-02	3,98E+01	3,99E+05	3,07E+05	2,56E+05	2,20E+06	5,00E+03	1,25E-02
323,5	25	1,70E-02	4,18E+01	3,16E+05	2,35E+05	2,10E+05	2,95E+06	5,00E+03	1,58E-02
428,9	25	1,00E-02	4,39E+01	2,46E+05	1,77E+05	1,70E+05	3,91E+06	5,00E+03	2,03E-02

Tableau-A I-14 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 300 min » à 35°C et 7500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,4E+01	33,7	1,6E+06	1,3E+06	8,9E+05	1,8E+04	7,5E+03	4,7E-03
12,9	35	1,2E+01	33,9	1,5E+06	1,3E+06	8,5E+05	2,0E+04	7,5E+03	5,0E-03
19,6	35	1,0E+01	34,2	1,4E+06	1,2E+06	8,0E+05	2,3E+04	7,5E+03	5,3E-03
26,4	35	8,6E+00	34,5	1,4E+06	1,1E+06	7,7E+05	2,5E+04	7,5E+03	5,5E-03
33,3	35	7,1E+00	34,9	1,3E+06	1,0E+06	7,3E+05	2,8E+04	7,5E+03	5,9E-03
40	35	5,9E+00	35,4	1,2E+06	9,6E+05	6,8E+05	3,2E+04	7,5E+03	6,4E-03
46,8	35	5,0E+00	35,8	1,1E+06	9,0E+05	6,5E+05	3,5E+04	7,5E+03	6,8E-03
53,6	35	4,2E+00	36,3	1,0E+06	8,3E+05	6,1E+05	4,0E+04	7,5E+03	7,2E-03
60,6	35	3,5E+00	36,7	9,6E+05	7,7E+05	5,8E+05	4,4E+04	7,5E+03	7,8E-03
67,4	35	2,9E+00	37,2	9,0E+05	7,1E+05	5,4E+05	4,9E+04	7,5E+03	8,4E-03
74,3	35	2,4E+00	37,7	8,3E+05	6,6E+05	5,1E+05	5,4E+04	7,5E+03	9,0E-03
81,4	35	2,0E+00	38,2	7,7E+05	6,1E+05	4,8E+05	6,0E+04	7,5E+03	9,7E-03
88,4	35	1,7E+00	38,7	7,2E+05	5,6E+05	4,5E+05	6,7E+04	7,5E+03	1,0E-02
95,5	35	1,4E+00	39,1	6,6E+05	5,1E+05	4,2E+05	7,4E+04	7,5E+03	1,1E-02
102,8	35	1,2E+00	39,6	6,1E+05	4,7E+05	3,9E+05	8,2E+04	7,5E+03	1,2E-02
109,6	35	1,0E+00	40,0	5,7E+05	4,3E+05	3,7E+05	9,0E+04	7,5E+03	1,3E-02
116,5	35	8,4E-01	40,6	5,2E+05	4,0E+05	3,4E+05	9,9E+04	7,5E+03	1,4E-02
123,3	35	5,9E-01	41,3	4,5E+05	3,4E+05	2,9E+05	1,2E+05	7,5E+03	1,7E-02
130,9	35	4,1E-01	42,3	3,8E+05	2,8E+05	2,5E+05	1,5E+05	7,5E+03	2,0E-02
139,5	35	2,9E-01	43,2	3,2E+05	2,3E+05	2,2E+05	1,8E+05	7,5E+03	2,3E-02
149,6	35	2,0E-01	44,1	2,7E+05	1,9E+05	1,9E+05	2,1E+05	7,5E+03	2,8E-02
161,8	35	1,4E-01	45,0	2,3E+05	1,6E+05	1,6E+05	2,5E+05	7,5E+03	3,3E-02
177	35	1,0E-01	45,9	1,9E+05	1,3E+05	1,4E+05	3,0E+05	7,5E+03	4,0E-02
194,1	35	8,4E-02	46,3	1,7E+05	1,2E+05	1,2E+05	3,3E+05	7,5E+03	4,3E-02
219,6	35	4,9E-02	47,6	1,3E+05	8,9E+04	9,7E+04	4,3E+05	7,5E+03	5,7E-02
259,4	35	2,9E-02	49,3	9,9E+04	6,5E+04	7,5E+04	5,5E+05	7,5E+03	7,5E-02
323,5	35	1,7E-02	51,2	7,5E+04	4,7E+04	5,8E+04	7,0E+05	7,5E+03	1,0E-01
428,9	35	1,0E-02	53,0	5,5E+04	3,3E+04	4,4E+04	8,8E+05	7,5E+03	1,4E-01

Tableau-A I-15 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 300 min » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	43,7	6,4E+05	4,7E+05	4,5E+05	7,2E+03	5,0E+03	7,8E-03
12,9	45	1,2E+01	43,8	5,9E+05	4,3E+05	4,1E+05	7,8E+03	5,0E+03	8,5E-03
19,6	45	1,0E+01	43,8	5,4E+05	3,9E+05	3,8E+05	8,6E+03	5,0E+03	9,2E-03
26,4	45	8,6E+00	43,7	5,1E+05	3,7E+05	3,5E+05	9,4E+03	5,0E+03	9,9E-03
33,3	45	7,1E+00	44,0	4,6E+05	3,3E+05	3,2E+05	1,0E+04	5,0E+03	1,1E-02
40	45	5,9E+00	44,1	4,2E+05	3,0E+05	2,9E+05	1,1E+04	5,0E+03	1,2E-02
46,8	45	5,0E+00	44,2	3,9E+05	2,8E+05	2,7E+05	1,2E+04	5,0E+03	1,3E-02
53,6	45	4,2E+00	44,4	3,6E+05	2,6E+05	2,5E+05	1,4E+04	5,0E+03	1,4E-02
60,6	45	3,5E+00	44,7	3,3E+05	2,3E+05	2,3E+05	1,5E+04	5,0E+03	1,5E-02
67,4	45	2,9E+00	44,8	3,0E+05	2,1E+05	2,1E+05	1,6E+04	5,0E+03	1,7E-02
74,3	45	2,4E+00	45,2	2,8E+05	1,9E+05	2,0E+05	1,8E+04	5,0E+03	1,8E-02
81,4	45	2,0E+00	45,3	2,5E+05	1,8E+05	1,8E+05	2,0E+04	5,0E+03	2,0E-02
88,4	45	1,7E+00	45,6	2,3E+05	1,6E+05	1,6E+05	2,1E+04	5,0E+03	2,2E-02
95,5	45	1,4E+00	45,8	2,1E+05	1,5E+05	1,5E+05	2,4E+04	5,0E+03	2,4E-02
102,8	45	1,2E+00	46,1	1,9E+05	1,3E+05	1,4E+05	2,6E+04	5,0E+03	2,6E-02
109,6	45	1,0E+00	46,5	1,8E+05	1,2E+05	1,3E+05	2,8E+04	5,0E+03	2,8E-02
116,5	45	8,4E-01	46,7	1,6E+05	1,1E+05	1,2E+05	3,1E+04	5,0E+03	3,1E-02
123,3	45	5,9E-01	47,4	1,3E+05	9,0E+04	9,8E+04	3,6E+04	5,0E+03	3,8E-02
130,9	45	4,1E-01	48,2	1,1E+05	7,3E+04	8,2E+04	4,2E+04	5,0E+03	4,5E-02
139,5	45	2,9E-01	48,8	9,1E+04	6,0E+04	6,9E+04	5,0E+04	5,0E+03	5,5E-02
149,6	45	2,0E-01	49,6	7,5E+04	4,9E+04	5,7E+04	5,9E+04	5,0E+03	6,7E-02
161,8	45	1,4E-01	50,5	6,2E+04	3,9E+04	4,8E+04	6,9E+04	5,0E+03	8,1E-02
177	45	1,0E-01	51,3	5,1E+04	3,2E+04	4,0E+04	8,1E+04	5,0E+03	9,8E-02
194,1	45	8,4E-02	51,7	4,6E+04	2,9E+04	3,6E+04	8,8E+04	5,0E+03	1,1E-01
219,6	45	4,9E-02	53,3	3,4E+04	2,1E+04	2,8E+04	1,1E+05	5,0E+03	1,5E-01
259,4	45	2,9E-02	54,9	2,5E+04	1,4E+04	2,1E+04	1,4E+05	5,0E+03	2,0E-01
323,5	45	1,7E-02	57,1	1,8E+04	9,8E+03	1,5E+04	1,7E+05	5,0E+03	2,8E-01
428,9	45	1,0E-02	59,8	1,3E+04	6,4E+03	1,1E+04	2,0E+05	5,0E+03	3,9E-01

Tableau-A I-16 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A RTFO 300 min » à 35°C et 300 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	5,21E+01	1,33E+05	8,21E+04	1,05E+05	1,49E+03	3,00E+02	2,29E-03
12,9	60	1,20E+01	5,17E+01	1,21E+05	7,52E+04	9,53E+04	1,61E+03	3,00E+02	2,50E-03
19,6	60	1,00E+01	5,15E+01	1,10E+05	6,84E+04	8,61E+04	1,75E+03	3,00E+02	2,76E-03
26,4	60	8,57E+00	5,14E+01	1,01E+05	6,32E+04	7,93E+04	1,88E+03	3,00E+02	2,98E-03
33,3	60	7,14E+00	5,14E+01	9,18E+04	5,72E+04	7,17E+04	2,04E+03	3,00E+02	3,29E-03
40	60	5,88E+00	5,14E+01	8,25E+04	5,15E+04	6,44E+04	2,23E+03	3,00E+02	3,65E-03
46,8	60	5,00E+00	5,12E+01	7,54E+04	4,72E+04	5,88E+04	2,40E+03	3,00E+02	3,99E-03
53,6	60	4,17E+00	5,13E+01	6,81E+04	4,26E+04	5,31E+04	2,60E+03	3,00E+02	4,42E-03
60,6	60	3,49E+00	5,15E+01	6,18E+04	3,84E+04	4,84E+04	2,82E+03	3,00E+02	4,87E-03
67,4	60	2,91E+00	5,14E+01	5,58E+04	3,48E+04	4,36E+04	3,05E+03	3,00E+02	5,39E-03
74,3	60	2,44E+00	5,18E+01	5,06E+04	3,13E+04	3,98E+04	3,30E+03	3,00E+02	5,94E-03
81,4	60	2,04E+00	5,19E+01	4,56E+04	2,81E+04	3,59E+04	3,55E+03	3,00E+02	6,59E-03
88,4	60	1,70E+00	5,22E+01	4,12E+04	2,53E+04	3,25E+04	3,85E+03	3,00E+02	7,29E-03
95,5	60	1,43E+00	5,24E+01	3,72E+04	2,27E+04	2,95E+04	4,14E+03	3,00E+02	8,07E-03
102,8	60	1,20E+00	5,28E+01	3,35E+04	2,03E+04	2,67E+04	4,47E+03	3,00E+02	8,95E-03
109,6	60	1,00E+00	5,31E+01	3,03E+04	1,82E+04	2,42E+04	4,82E+03	3,00E+02	9,91E-03
116,5	60	8,38E-01	5,35E+01	2,73E+04	1,63E+04	2,20E+04	5,19E+03	3,00E+02	1,10E-02
123,3	60	5,88E-01	5,42E+01	2,22E+04	1,30E+04	1,80E+04	6,00E+03	3,00E+02	1,35E-02
130,9	60	4,13E-01	5,49E+01	1,79E+04	1,03E+04	1,47E+04	6,91E+03	3,00E+02	1,67E-02
139,5	60	2,90E-01	5,60E+01	1,44E+04	8,07E+03	1,20E+04	7,93E+03	3,00E+02	2,08E-02
149,6	60	2,03E-01	5,70E+01	1,16E+04	6,33E+03	9,74E+03	9,10E+03	3,00E+02	2,58E-02
161,8	60	1,43E-01	5,82E+01	9,26E+03	4,88E+03	7,86E+03	1,03E+04	3,00E+02	3,24E-02
177	60	1,00E-01	5,93E+01	7,36E+03	3,75E+03	6,33E+03	1,17E+04	3,00E+02	4,08E-02
194,1	60	8,38E-02	6,00E+01	6,56E+03	3,28E+03	5,68E+03	1,25E+04	3,00E+02	4,57E-02
219,6	60	4,92E-02	6,21E+01	4,60E+03	2,15E+03	4,07E+03	1,49E+04	3,00E+02	6,52E-02
259,4	60	2,89E-02	6,43E+01	3,19E+03	1,38E+03	2,87E+03	1,75E+04	3,00E+02	9,41E-02
323,5	60	1,70E-02	6,70E+01	2,17E+03	8,48E+02	2,00E+03	2,03E+04	3,00E+02	1,38E-01
428,9	60	1,00E-02	6,97E+01	1,45E+03	5,04E+02	1,36E+03	2,31E+04	3,00E+02	2,06E-01

Tableau-A I-17 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 20heures » à 25°C et 10000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	39,3	5,77E+06	4,46E+06	3,65E+06	6,42E+04	1,00E+04	1,90E-03
12,9	25	1,20E+01	39,1	5,35E+06	4,15E+06	3,38E+06	7,09E+04	1,00E+04	2,00E-03
19,6	25	1,00E+01	39,1	4,96E+06	3,85E+06	3,12E+06	7,89E+04	1,00E+04	2,13E-03
26,4	25	8,57E+00	39,0	4,66E+06	3,62E+06	2,93E+06	8,65E+04	1,00E+04	2,24E-03
33,3	25	7,14E+00	39,0	4,32E+06	3,36E+06	2,72E+06	9,63E+04	1,00E+04	2,38E-03
40	25	5,88E+00	39,0	3,99E+06	3,10E+06	2,51E+06	1,08E+05	1,00E+04	2,56E-03
46,8	25	5,00E+00	39,0	3,73E+06	2,90E+06	2,34E+06	1,19E+05	1,00E+04	2,73E-03
53,6	25	4,17E+00	39,1	3,46E+06	2,68E+06	2,18E+06	1,32E+05	1,00E+04	2,93E-03
60,6	25	3,49E+00	39,2	3,21E+06	2,49E+06	2,03E+06	1,46E+05	1,00E+04	3,15E-03
67,4	25	2,91E+00	39,3	2,97E+06	2,30E+06	1,88E+06	1,62E+05	1,00E+04	3,39E-03
74,3	25	2,44E+00	39,5	2,75E+06	2,12E+06	1,75E+06	1,80E+05	1,00E+04	3,65E-03
81,4	25	2,04E+00	39,5	2,55E+06	1,97E+06	1,62E+06	1,99E+05	1,00E+04	3,94E-03
88,4	25	1,70E+00	39,8	2,36E+06	1,81E+06	1,51E+06	2,20E+05	1,00E+04	4,26E-03
95,5	25	1,43E+00	39,9	2,18E+06	1,67E+06	1,40E+06	2,43E+05	1,00E+04	4,59E-03
102,8	25	1,20E+00	40,2	2,02E+06	1,54E+06	1,30E+06	2,69E+05	1,00E+04	4,96E-03
109,6	25	1,00E+00	40,5	1,87E+06	1,42E+06	1,21E+06	2,98E+05	1,00E+04	5,35E-03
116,5	25	8,38E-01	40,6	1,72E+06	1,31E+06	1,12E+06	3,28E+05	1,00E+04	5,80E-03
123,3	25	5,88E-01	41,0	1,47E+06	1,11E+06	9,65E+05	3,98E+05	1,00E+04	6,81E-03
130,9	25	4,13E-01	41,7	1,25E+06	9,33E+05	8,31E+05	4,82E+05	1,00E+04	8,01E-03
139,5	25	2,90E-01	42,3	1,06E+06	7,84E+05	7,12E+05	5,82E+05	1,00E+04	9,44E-03
149,6	25	2,03E-01	42,7	8,97E+05	6,58E+05	6,09E+05	7,03E+05	1,00E+04	1,12E-02
161,8	25	1,43E-01	43,4	7,56E+05	5,50E+05	5,20E+05	8,45E+05	1,00E+04	1,32E-02
177	25	1,00E-01	44,0	6,35E+05	4,57E+05	4,42E+05	1,01E+06	1,00E+04	1,57E-02
194,1	25	8,38E-02	44,4	5,83E+05	4,17E+05	4,08E+05	1,11E+06	1,00E+04	1,72E-02
219,6	25	4,92E-02	45,4	4,48E+05	3,14E+05	3,18E+05	1,45E+06	1,00E+04	2,23E-02
259,4	25	2,89E-02	46,5	3,42E+05	2,35E+05	2,49E+05	1,88E+06	1,00E+04	2,92E-02
323,5	25	1,70E-02	48,0	2,60E+05	1,74E+05	1,93E+05	2,43E+06	1,00E+04	3,85E-02
428,9	25	1,00E-02	49,5	1,94E+05	1,26E+05	1,48E+05	3,09E+06	1,00E+04	5,14E-02

Tableau-A I-18 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 20 heures » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,43E+01	44,5	1,8E+06	1,3E+06	1,3E+06	2,0E+04	5,0E+03	3,6E-03
12,9	35	1,20E+01	44,8	1,7E+06	1,2E+06	1,2E+06	2,2E+04	5,0E+03	3,7E-03
19,6	35	1,00E+01	45,0	1,5E+06	1,1E+06	1,1E+06	2,4E+04	5,0E+03	3,8E-03
26,4	35	8,6E+00	45,1	1,4E+06	1,0E+06	1,0E+06	2,7E+04	5,0E+03	3,9E-03
33,3	35	7,1E+00	45,2	1,3E+06	9,2E+05	9,3E+05	2,9E+04	5,0E+03	4,2E-03
40	35	5,9E+00	45,3	1,2E+06	8,4E+05	8,5E+05	3,2E+04	5,0E+03	4,5E-03
46,8	35	5,0E+00	45,4	1,1E+06	7,8E+05	7,9E+05	3,5E+04	5,0E+03	4,8E-03
53,6	35	4,2E+00	45,5	1,0E+06	7,1E+05	7,2E+05	3,9E+04	5,0E+03	5,1E-03
60,6	35	3,5E+00	45,6	9,3E+05	6,5E+05	6,6E+05	4,2E+04	5,0E+03	5,6E-03
67,4	35	2,9E+00	45,8	8,5E+05	5,9E+05	6,1E+05	4,6E+04	5,0E+03	6,0E-03
74,3	35	2,4E+00	45,9	7,7E+05	5,4E+05	5,6E+05	5,0E+04	5,0E+03	6,6E-03
81,4	35	2,0E+00	46,1	7,1E+05	4,9E+05	5,1E+05	5,5E+04	5,0E+03	7,2E-03
88,4	35	1,7E+00	46,3	6,5E+05	4,5E+05	4,7E+05	6,0E+04	5,0E+03	7,8E-03
95,5	35	1,43E+00	46,5	5,9E+05	4,1E+05	4,3E+05	6,6E+04	5,0E+03	8,5E-03
102,8	35	1,20E+00	46,7	5,4E+05	3,7E+05	3,9E+05	7,2E+04	5,0E+03	9,3E-03
109,6	35	1,00E+00	47,0	4,9E+05	3,3E+05	3,6E+05	7,8E+04	5,0E+03	1,0E-02
116,5	35	8,4E-01	47,2	4,5E+05	3,0E+05	3,3E+05	8,5E+04	5,0E+03	1,1E-02
123,3	35	5,9E-01	47,8	3,7E+05	2,5E+05	2,8E+05	1,0E+05	5,0E+03	1,3E-02
130,9	35	4,1E-01	48,3	3,1E+05	2,0E+05	2,3E+05	1,2E+05	5,0E+03	1,6E-02
139,5	35	2,9E-01	48,9	2,5E+05	1,7E+05	1,9E+05	1,4E+05	5,0E+03	2,0E-02
149,6	35	2,0E-01	49,7	2,1E+05	1,4E+05	1,6E+05	1,6E+05	5,0E+03	2,4E-02
161,8	35	1,4E-01	50,4	1,7E+05	1,1E+05	1,3E+05	1,9E+05	5,0E+03	2,9E-02
177	35	1,0E-01	51,1	1,4E+05	8,9E+04	1,1E+05	2,2E+05	5,0E+03	3,5E-02
194,1	35	8,4E-02	51,5	1,3E+05	7,9E+04	1,0E+05	2,4E+05	5,0E+03	3,9E-02
219,6	35	4,9E-02	53,0	9,4E+04	5,7E+04	7,5E+04	3,0E+05	5,0E+03	5,3E-02
259,4	35	2,9E-02	54,4	6,9E+04	4,0E+04	5,6E+04	3,8E+05	5,0E+03	7,2E-02
323,5	35	1,7E-02	56,1	5,0E+04	2,8E+04	4,1E+04	4,6E+05	5,0E+03	1,0E-01
428,9	35	1,0E-02	58,4	3,5E+04	1,9E+04	3,0E+04	5,6E+05	5,0E+03	1,4E-01

Tableau-A I-19 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 20 heures » à 45°C et 2500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	45,6	5,3E+05	3,7E+05	3,8E+05	5,9E+03	2,5E+03	5,1E-03
12,9	45	1,2E+01	46,7	4,8E+05	3,3E+05	3,5E+05	6,4E+03	2,5E+03	6,6E-03
19,6	45	1,0E+01	47,7	4,4E+05	2,9E+05	3,2E+05	7,0E+03	2,5E+03	7,7E-03
26,4	45	8,6E+00	48,5	4,0E+05	2,7E+05	3,0E+05	7,5E+03	2,5E+03	8,2E-03
33,3	45	7,1E+00	48,8	3,7E+05	2,4E+05	2,8E+05	8,1E+03	2,5E+03	8,8E-03
40	45	5,9E+00	49,1	3,3E+05	2,2E+05	2,5E+05	8,9E+03	2,5E+03	9,3E-03
46,8	45	5,0E+00	49,4	3,0E+05	2,0E+05	2,3E+05	9,6E+03	2,5E+03	9,8E-03
53,6	45	4,2E+00	49,7	2,7E+05	1,8E+05	2,1E+05	1,0E+04	2,5E+03	1,0E-02
60,6	45	3,5E+00	50,0	2,5E+05	1,6E+05	1,9E+05	1,1E+04	2,5E+03	1,1E-02
67,4	45	2,9E+00	50,2	2,3E+05	1,4E+05	1,7E+05	1,2E+04	2,5E+03	1,2E-02
74,3	45	2,4E+00	50,5	2,0E+05	1,3E+05	1,6E+05	1,3E+04	2,5E+03	1,3E-02
81,4	45	2,0E+00	50,6	1,9E+05	1,2E+05	1,4E+05	1,4E+04	2,5E+03	1,4E-02
88,4	45	1,7E+00	50,9	1,7E+05	1,1E+05	1,3E+05	1,6E+04	2,5E+03	1,5E-02
95,5	45	1,4E+00	51,2	1,5E+05	9,5E+04	1,2E+05	1,7E+04	2,5E+03	1,7E-02
102,8	45	1,2E+00	51,4	1,4E+05	8,6E+04	1,1E+05	1,8E+04	2,5E+03	1,9E-02
109,6	45	1,0E+00	51,7	1,2E+05	7,7E+04	9,8E+04	2,0E+04	2,5E+03	2,0E-02
116,5	45	8,4E-01	52,0	1,1E+05	6,9E+04	8,9E+04	2,1E+04	2,5E+03	2,3E-02
123,3	45	5,9E-01	52,6	9,2E+04	5,6E+04	7,3E+04	2,5E+04	2,5E+03	2,7E-02
130,9	45	4,1E-01	53,3	7,5E+04	4,5E+04	6,0E+04	2,9E+04	2,5E+03	3,4E-02
139,5	45	2,9E-01	54,1	6,0E+04	3,5E+04	4,9E+04	3,3E+04	2,5E+03	4,1E-02
149,6	45	2,0E-01	54,9	4,9E+04	2,8E+04	4,0E+04	3,8E+04	2,5E+03	5,1E-02
161,8	45	1,4E-01	55,9	3,9E+04	2,2E+04	3,3E+04	4,4E+04	2,5E+03	6,4E-02
177	45	1,0E-01	56,9	3,2E+04	1,7E+04	2,6E+04	5,0E+04	2,5E+03	7,9E-02
194,1	45	8,4E-02	57,5	2,8E+04	1,5E+04	2,4E+04	5,4E+04	2,5E+03	8,9E-02
219,6	45	4,9E-02	59,2	2,0E+04	1,0E+04	1,7E+04	6,5E+04	2,5E+03	1,2E-01
259,4	45	2,9E-02	61,3	1,4E+04	6,8E+03	1,2E+04	7,8E+04	2,5E+03	1,8E-01
323,5	45	1,7E-02	63,8	9,8E+03	4,3E+03	8,8E+03	9,2E+04	2,5E+03	2,5E-01
428,9	45	1,0E-02	66,3	6,7E+03	2,7E+03	6,2E+03	1,1E+05	2,5E+03	3,7E-01

Tableau-A I-20 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 20 heures » à 60°C et 200 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	27,3	1,22E+05	1,08E+05	5,54E+04	1,35E+03	2,00E+02	3,50E-04
12,9	60	1,20E+01	34,0	1,10E+05	9,08E+04	6,13E+04	1,45E+03	2,00E+02	5,11E-04
19,6	60	1,00E+01	40,4	9,52E+04	7,25E+04	6,17E+04	1,51E+03	2,00E+02	7,52E-04
26,4	60	8,57E+00	45,1	8,46E+04	5,98E+04	5,99E+04	1,57E+03	2,00E+02	1,04E-03
33,3	60	7,14E+00	48,6	7,50E+04	4,96E+04	5,63E+04	1,67E+03	2,00E+02	1,51E-03
40	60	5,88E+00	51,4	6,68E+04	4,17E+04	5,21E+04	1,81E+03	2,00E+02	2,23E-03
46,8	60	5,00E+00	52,7	6,03E+04	3,65E+04	4,79E+04	1,92E+03	2,00E+02	3,00E-03
53,6	60	4,17E+00	54,0	5,39E+04	3,17E+04	4,36E+04	2,06E+03	2,00E+02	3,95E-03
60,6	60	3,49E+00	54,9	4,80E+04	2,76E+04	3,93E+04	2,19E+03	2,00E+02	4,84E-03
67,4	60	2,91E+00	55,8	4,28E+04	2,41E+04	3,54E+04	2,34E+03	2,00E+02	5,62E-03
74,3	60	2,44E+00	56,3	3,82E+04	2,12E+04	3,18E+04	2,49E+03	2,00E+02	6,29E-03
81,4	60	2,04E+00	57,0	3,40E+04	1,86E+04	2,85E+04	2,65E+03	2,00E+02	6,92E-03
88,4	60	1,70E+00	57,5	3,03E+04	1,63E+04	2,56E+04	2,83E+03	2,00E+02	7,57E-03
95,5	60	1,43E+00	58,0	2,71E+04	1,44E+04	2,29E+04	3,01E+03	2,00E+02	8,28E-03
102,8	60	1,20E+00	58,5	2,40E+04	1,25E+04	2,04E+04	3,19E+03	2,00E+02	9,14E-03
109,6	60	1,00E+00	59,0	2,12E+04	1,09E+04	1,82E+04	3,37E+03	2,00E+02	1,02E-02
116,5	60	8,38E-01	59,5	1,88E+04	9,57E+03	1,62E+04	3,58E+03	2,00E+02	1,12E-02
123,3	60	5,88E-01	60,6	1,49E+04	7,32E+03	1,30E+04	4,04E+03	2,00E+02	1,39E-02
130,9	60	4,13E-01	61,7	1,17E+04	5,57E+03	1,03E+04	4,53E+03	2,00E+02	1,74E-02
139,5	60	2,90E-01	63,0	9,23E+03	4,19E+03	8,22E+03	5,07E+03	2,00E+02	2,20E-02
149,6	60	2,03E-01	64,2	7,21E+03	3,13E+03	6,49E+03	5,65E+03	2,00E+02	2,80E-02
161,8	60	1,43E-01	65,7	5,61E+03	2,31E+03	5,11E+03	6,26E+03	2,00E+02	3,59E-02
177	60	1,00E-01	67,0	4,32E+03	1,68E+03	3,98E+03	6,88E+03	2,00E+02	4,64E-02
194,1	60	8,38E-02	67,8	3,78E+03	1,42E+03	3,50E+03	7,17E+03	2,00E+02	5,31E-02
219,6	60	4,92E-02	69,9	2,52E+03	8,63E+02	2,36E+03	8,14E+03	2,00E+02	7,95E-02
259,4	60	2,89E-02	72,6	1,65E+03	4,94E+02	1,58E+03	9,09E+03	2,00E+02	1,21E-01
323,5	60	1,70E-02	75,1	1,08E+03	2,77E+02	1,04E+03	1,01E+04	2,00E+02	1,86E-01
428,9	60	1,00E-02	77,4	6,84E+02	1,49E+02	6,67E+02	1,09E+04	2,00E+02	2,93E-01

Tableau-A I-21 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 30 heures » à 25°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	36,8	7,07E+06	5,66E+06	4,24E+06	7,88E+04	5,00E+03	7,64E-04
12,9	25	1,20E+01	36,7	6,67E+06	5,35E+06	3,98E+06	8,85E+04	5,00E+03	7,94E-04
19,6	25	1,00E+01	36,4	6,27E+06	5,05E+06	3,72E+06	9,97E+04	5,00E+03	8,33E-04
26,4	25	8,57E+00	36,3	5,94E+06	4,78E+06	3,51E+06	1,10E+05	5,00E+03	8,71E-04
33,3	25	7,14E+00	36,2	5,55E+06	4,48E+06	3,28E+06	1,24E+05	5,00E+03	9,23E-04
40	25	5,88E+00	36,2	5,16E+06	4,17E+06	3,05E+06	1,40E+05	5,00E+03	9,85E-04
46,8	25	5,00E+00	36,2	4,86E+06	3,92E+06	2,86E+06	1,55E+05	5,00E+03	1,04E-03
53,6	25	4,17E+00	36,1	4,53E+06	3,66E+06	2,67E+06	1,73E+05	5,00E+03	1,12E-03
60,6	25	3,49E+00	36,2	4,23E+06	3,41E+06	2,50E+06	1,93E+05	5,00E+03	1,19E-03
67,4	25	2,91E+00	36,3	3,94E+06	3,18E+06	2,34E+06	2,15E+05	5,00E+03	1,28E-03
74,3	25	2,44E+00	36,4	3,67E+06	2,96E+06	2,18E+06	2,40E+05	5,00E+03	1,37E-03
81,4	25	2,04E+00	36,5	3,42E+06	2,75E+06	2,04E+06	2,67E+05	5,00E+03	1,47E-03
88,4	25	1,70E+00	36,7	3,19E+06	2,56E+06	1,90E+06	2,98E+05	5,00E+03	1,57E-03
95,5	25	1,43E+00	36,8	2,97E+06	2,38E+06	1,78E+06	3,31E+05	5,00E+03	1,69E-03
102,8	25	1,20E+00	37,0	2,76E+06	2,20E+06	1,66E+06	3,67E+05	5,00E+03	1,81E-03
109,6	25	1,00E+00	37,1	2,56E+06	2,05E+06	1,55E+06	4,08E+05	5,00E+03	1,95E-03
116,5	25	8,38E-01	37,4	2,39E+06	1,90E+06	1,45E+06	4,54E+05	5,00E+03	2,10E-03
123,3	25	5,88E-01	37,9	2,06E+06	1,63E+06	1,27E+06	5,58E+05	5,00E+03	2,43E-03
130,9	25	4,13E-01	38,3	1,78E+06	1,39E+06	1,10E+06	6,85E+05	5,00E+03	2,81E-03
139,5	25	2,90E-01	38,8	1,53E+06	1,19E+06	9,57E+05	8,40E+05	5,00E+03	3,27E-03
149,6	25	2,03E-01	39,3	1,31E+06	1,01E+06	8,32E+05	1,03E+06	5,00E+03	3,81E-03
161,8	25	1,43E-01	39,9	1,12E+06	8,62E+05	7,20E+05	1,25E+06	5,00E+03	4,45E-03
177	25	1,00E-01	40,5	9,57E+05	7,28E+05	6,21E+05	1,52E+06	5,00E+03	5,23E-03
194,1	25	8,38E-02	40,9	8,84E+05	6,69E+05	5,78E+05	1,68E+06	5,00E+03	5,65E-03
219,6	25	4,92E-02	41,7	6,98E+05	5,21E+05	4,64E+05	2,25E+06	5,00E+03	7,17E-03
259,4	25	2,89E-02	42,8	5,41E+05	3,97E+05	3,68E+05	2,98E+06	5,00E+03	9,24E-03
323,5	25	1,70E-02	44,7	4,21E+05	2,99E+05	2,96E+05	3,93E+06	5,00E+03	1,19E-02
428,9	25	1,00E-02	46,2	3,26E+05	2,26E+05	2,35E+05	5,19E+06	5,00E+03	1,53E-02

Tableau-A I-22 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 30 heures » à 35°C et 2500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,4E+01	42,4	2,4E+06	1,8E+06	1,6E+06	2,7E+04	2,5E+03	1,3E-03
12,9	35	1,2E+01	42,4	2,2E+06	1,6E+06	1,5E+06	2,9E+04	2,5E+03	1,3E-03
19,6	35	1,0E+01	42,4	2,1E+06	1,5E+06	1,4E+06	3,3E+04	2,5E+03	1,4E-03
26,4	35	8,6E+00	42,3	1,9E+06	1,4E+06	1,3E+06	3,6E+04	2,5E+03	1,4E-03
33,3	35	7,1E+00	42,4	1,8E+06	1,3E+06	1,2E+06	4,0E+04	2,5E+03	1,5E-03
40	35	5,9E+00	42,3	1,6E+06	1,2E+06	1,1E+06	4,4E+04	2,5E+03	1,6E-03
46,8	35	5,0E+00	42,4	1,5E+06	1,1E+06	1,0E+06	4,8E+04	2,5E+03	1,7E-03
53,6	35	4,2E+00	42,4	1,4E+06	1,0E+06	9,4E+05	5,3E+04	2,5E+03	1,8E-03
60,6	35	3,5E+00	42,5	1,3E+06	9,5E+05	8,7E+05	5,9E+04	2,5E+03	2,0E-03
67,4	35	2,9E+00	42,7	1,2E+06	8,7E+05	8,0E+05	6,5E+04	2,5E+03	2,1E-03
74,3	35	2,4E+00	42,8	1,1E+06	8,0E+05	7,4E+05	7,1E+04	2,5E+03	2,3E-03
81,4	35	2,0E+00	42,9	1,0E+06	7,3E+05	6,8E+05	7,8E+04	2,5E+03	2,5E-03
88,4	35	1,7E+00	43,1	9,2E+05	6,7E+05	6,3E+05	8,6E+04	2,5E+03	2,7E-03
95,5	35	1,4E+00	43,3	8,5E+05	6,2E+05	5,8E+05	9,5E+04	2,5E+03	3,0E-03
102,8	35	1,2E+00	43,5	7,8E+05	5,7E+05	5,4E+05	1,0E+05	2,5E+03	3,2E-03
109,6	35	1,0E+00	43,8	7,2E+05	5,2E+05	5,0E+05	1,1E+05	2,5E+03	3,5E-03
116,5	35	8,4E-01	43,9	6,6E+05	4,7E+05	4,6E+05	1,3E+05	2,5E+03	3,8E-03
123,3	35	5,9E-01	44,5	5,5E+05	3,9E+05	3,9E+05	1,5E+05	2,5E+03	4,5E-03
130,9	35	4,1E-01	45,0	4,6E+05	3,3E+05	3,3E+05	1,8E+05	2,5E+03	5,4E-03
139,5	35	2,9E-01	45,6	3,9E+05	2,7E+05	2,8E+05	2,1E+05	2,5E+03	6,4E-03
149,6	35	2,0E-01	46,2	3,3E+05	2,3E+05	2,4E+05	2,6E+05	2,5E+03	7,7E-03
161,8	35	1,4E-01	47,0	2,7E+05	1,9E+05	2,0E+05	3,0E+05	2,5E+03	9,2E-03
177	35	1,0E-01	47,7	2,3E+05	1,5E+05	1,7E+05	3,6E+05	2,5E+03	1,1E-02
194,1	35	8,4E-02	48,1	2,1E+05	1,4E+05	1,5E+05	3,9E+05	2,5E+03	1,2E-02
219,6	35	4,9E-02	49,4	1,6E+05	1,0E+05	1,2E+05	5,0E+05	2,5E+03	1,6E-02
259,4	35	2,9E-02	50,6	1,2E+05	7,5E+04	9,1E+04	6,5E+05	2,5E+03	2,1E-02
323,5	35	1,7E-02	52,2	8,7E+04	5,3E+04	6,9E+04	8,1E+05	2,5E+03	2,9E-02
428,9	35	1,0E-02	54,3	6,4E+04	3,7E+04	5,2E+04	1,0E+06	2,5E+03	3,9E-02

Tableau-A I-23 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 30 heures » à 45°C et 1000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	44,7	8,1E+05	5,8E+05	5,7E+05	9,1E+03	1,0E+03	1,7E-03
12,9	45	1,2E+01	45,6	7,6E+05	5,3E+05	5,4E+05	1,0E+04	1,0E+03	1,8E-03
19,6	45	1,0E+01	46,0	7,0E+05	4,9E+05	5,1E+05	1,1E+04	1,0E+03	1,9E-03
26,4	45	8,6E+00	46,2	6,6E+05	4,5E+05	4,7E+05	1,2E+04	1,0E+03	1,9E-03
33,3	45	7,1E+00	46,3	6,0E+05	4,2E+05	4,4E+05	1,3E+04	1,0E+03	2,0E-03
40	45	5,9E+00	46,3	5,5E+05	3,8E+05	4,0E+05	1,5E+04	1,0E+03	2,1E-03
46,8	45	5,0E+00	46,3	5,1E+05	3,5E+05	3,7E+05	1,6E+04	1,0E+03	2,2E-03
53,6	45	4,2E+00	46,4	4,7E+05	3,2E+05	3,4E+05	1,8E+04	1,0E+03	2,3E-03
60,6	45	3,5E+00	46,5	4,3E+05	2,9E+05	3,1E+05	1,9E+04	1,0E+03	2,5E-03
67,4	45	2,9E+00	46,6	3,9E+05	2,7E+05	2,8E+05	2,1E+04	1,0E+03	2,7E-03
74,3	45	2,4E+00	46,7	3,6E+05	2,4E+05	2,6E+05	2,3E+04	1,0E+03	2,9E-03
81,4	45	2,0E+00	46,8	3,2E+05	2,2E+05	2,4E+05	2,5E+04	1,0E+03	3,2E-03
88,4	45	1,7E+00	47,0	3,0E+05	2,0E+05	2,2E+05	2,8E+04	1,0E+03	3,5E-03
95,5	45	1,4E+00	47,2	2,7E+05	1,8E+05	2,0E+05	3,0E+04	1,0E+03	3,8E-03
102,8	45	1,2E+00	47,4	2,5E+05	1,7E+05	1,8E+05	3,3E+04	1,0E+03	4,1E-03
109,6	45	1,0E+00	47,6	2,2E+05	1,5E+05	1,7E+05	3,6E+04	1,0E+03	4,5E-03
116,5	45	8,4E-01	47,9	2,0E+05	1,4E+05	1,5E+05	3,9E+04	1,0E+03	4,9E-03
123,3	45	5,9E-01	48,4	1,7E+05	1,1E+05	1,3E+05	4,6E+04	1,0E+03	5,9E-03
130,9	45	4,1E-01	49,0	1,4E+05	9,2E+04	1,1E+05	5,4E+04	1,0E+03	7,1E-03
139,5	45	2,9E-01	49,7	1,2E+05	7,5E+04	8,8E+04	6,4E+04	1,0E+03	8,7E-03
149,6	45	2,0E-01	50,4	9,5E+04	6,1E+04	7,3E+04	7,5E+04	1,0E+03	1,1E-02
161,8	45	1,4E-01	51,2	7,8E+04	4,9E+04	6,1E+04	8,7E+04	1,0E+03	1,3E-02
177	45	1,0E-01	52,1	6,4E+04	3,9E+04	5,0E+04	1,0E+05	1,0E+03	1,6E-02
194,1	45	8,4E-02	52,6	5,8E+04	3,5E+04	4,6E+04	1,1E+05	1,0E+03	1,7E-02
219,6	45	4,9E-02	53,9	4,2E+04	2,5E+04	3,4E+04	1,4E+05	1,0E+03	2,4E-02
259,4	45	2,9E-02	56,0	3,1E+04	1,7E+04	2,5E+04	1,7E+05	1,0E+03	3,3E-02
323,5	45	1,7E-02	58,2	2,2E+04	1,2E+04	1,9E+04	2,1E+05	1,0E+03	4,5E-02
428,9	45	1,0E-02	60,1	1,6E+04	7,9E+03	1,4E+04	2,5E+05	1,0E+03	6,3E-02

Tableau-A I-24 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 30 heures » à 60°C et 500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	47,0	1,41E+05	9,59E+04	1,03E+05	1,57E+03	5,00E+02	8,48E-04
12,9	60	1,20E+01	50,3	1,36E+05	8,69E+04	1,05E+05	1,81E+03	5,00E+02	1,24E-03
19,6	60	1,00E+01	51,5	1,29E+05	8,00E+04	1,01E+05	2,05E+03	5,00E+02	1,85E-03
26,4	60	8,57E+00	51,9	1,21E+05	7,49E+04	9,56E+04	2,26E+03	5,00E+02	2,58E-03
33,3	60	7,14E+00	52,2	1,12E+05	6,86E+04	8,85E+04	2,50E+03	5,00E+02	3,74E-03
40	60	5,88E+00	52,6	1,02E+05	6,19E+04	8,10E+04	2,76E+03	5,00E+02	5,17E-03
46,8	60	5,00E+00	52,8	9,41E+04	5,69E+04	7,50E+04	3,00E+03	5,00E+02	6,30E-03
53,6	60	4,17E+00	52,9	8,57E+04	5,17E+04	6,83E+04	3,27E+03	5,00E+02	7,29E-03
60,6	60	3,49E+00	52,9	7,80E+04	4,70E+04	6,22E+04	3,56E+03	5,00E+02	7,99E-03
67,4	60	2,91E+00	53,0	7,05E+04	4,24E+04	5,63E+04	3,85E+03	5,00E+02	8,60E-03
74,3	60	2,44E+00	53,1	6,37E+04	3,82E+04	5,09E+04	4,15E+03	5,00E+02	9,23E-03
81,4	60	2,04E+00	53,3	5,74E+04	3,43E+04	4,61E+04	4,48E+03	5,00E+02	9,91E-03
88,4	60	1,70E+00	53,5	5,16E+04	3,07E+04	4,15E+04	4,82E+03	5,00E+02	1,07E-02
95,5	60	1,43E+00	53,8	4,66E+04	2,75E+04	3,76E+04	5,19E+03	5,00E+02	1,16E-02
102,8	60	1,20E+00	54,1	4,18E+04	2,45E+04	3,39E+04	5,57E+03	5,00E+02	1,27E-02
109,6	60	1,00E+00	54,4	3,76E+04	2,19E+04	3,06E+04	5,99E+03	5,00E+02	1,40E-02
116,5	60	8,38E-01	54,8	3,39E+04	1,95E+04	2,77E+04	6,44E+03	5,00E+02	1,53E-02
123,3	60	5,88E-01	55,6	2,73E+04	1,54E+04	2,25E+04	7,39E+03	5,00E+02	1,87E-02
130,9	60	4,13E-01	56,6	2,20E+04	1,21E+04	1,83E+04	8,47E+03	5,00E+02	2,31E-02
139,5	60	2,90E-01	57,6	1,76E+04	9,42E+03	1,48E+04	9,66E+03	5,00E+02	2,87E-02
149,6	60	2,03E-01	58,8	1,40E+04	7,26E+03	1,20E+04	1,10E+04	5,00E+02	3,59E-02
161,8	60	1,43E-01	60,1	1,11E+04	5,53E+03	9,62E+03	1,24E+04	5,00E+02	4,52E-02
177	60	1,00E-01	61,4	8,77E+03	4,20E+03	7,70E+03	1,40E+04	5,00E+02	5,71E-02
194,1	60	8,38E-02	62,1	7,77E+03	3,64E+03	6,87E+03	1,48E+04	5,00E+02	6,44E-02
219,6	60	4,92E-02	64,3	5,37E+03	2,33E+03	4,84E+03	1,74E+04	5,00E+02	9,32E-02
259,4	60	2,89E-02	66,9	3,69E+03	1,45E+03	3,39E+03	2,03E+04	5,00E+02	1,36E-01
323,5	60	1,70E-02	69,3	2,46E+03	8,67E+02	2,30E+03	2,30E+04	5,00E+02	2,03E-01
428,9	60	1,00E-02	71,9	1,62E+03	5,02E+02	1,54E+03	2,58E+04	5,00E+02	3,09E-01

Tableau-A I-25 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 40heures » à 25°C et 10000 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,1	25	1,43E+01	35,7	8,20E+06	6,66E+06	4,78E+06	9,13E+04	1,00E+04	1,31E-03
12,9	25	1,20E+01	35,4	7,76E+06	6,32E+06	4,50E+06	1,03E+05	1,00E+04	1,36E-03
19,6	25	1,00E+01	35,2	7,31E+06	5,97E+06	4,21E+06	1,16E+05	1,00E+04	1,42E-03
26,4	25	8,57E+00	35,1	6,94E+06	5,68E+06	3,99E+06	1,29E+05	1,00E+04	1,48E-03
33,3	25	7,14E+00	35,0	6,52E+06	5,34E+06	3,74E+06	1,45E+05	1,00E+04	1,57E-03
40	25	5,88E+00	34,9	6,08E+06	4,99E+06	3,48E+06	1,65E+05	1,00E+04	1,67E-03
46,8	25	5,00E+00	34,9	5,73E+06	4,69E+06	3,28E+06	1,82E+05	1,00E+04	1,77E-03
53,6	25	4,17E+00	35,0	5,35E+06	4,39E+06	3,07E+06	2,05E+05	1,00E+04	1,88E-03
60,6	25	3,49E+00	35,0	5,01E+06	4,11E+06	2,87E+06	2,29E+05	1,00E+04	2,01E-03
67,4	25	2,91E+00	35,1	4,69E+06	3,83E+06	2,70E+06	2,56E+05	1,00E+04	2,14E-03
74,3	25	2,44E+00	35,2	4,38E+06	3,58E+06	2,53E+06	2,86E+05	1,00E+04	2,29E-03
81,4	25	2,04E+00	35,4	4,09E+06	3,33E+06	2,37E+06	3,19E+05	1,00E+04	2,45E-03
88,4	25	1,70E+00	35,6	3,82E+06	3,10E+06	2,22E+06	3,56E+05	1,00E+04	2,63E-03
95,5	25	1,43E+00	35,7	3,56E+06	2,89E+06	2,08E+06	3,97E+05	1,00E+04	2,81E-03
102,8	25	1,20E+00	35,9	3,32E+06	2,69E+06	1,95E+06	4,43E+05	1,00E+04	3,01E-03
109,6	25	1,00E+00	36,1	3,10E+06	2,50E+06	1,82E+06	4,93E+05	1,00E+04	3,23E-03
116,5	25	8,38E-01	36,4	2,88E+06	2,32E+06	1,71E+06	5,48E+05	1,00E+04	3,47E-03
123,3	25	5,88E-01	36,8	2,50E+06	2,00E+06	1,50E+06	6,77E+05	1,00E+04	4,00E-03
130,9	25	4,13E-01	37,4	2,17E+06	1,72E+06	1,31E+06	8,35E+05	1,00E+04	4,62E-03
139,5	25	2,90E-01	37,9	1,87E+06	1,47E+06	1,15E+06	1,03E+06	1,00E+04	5,36E-03
149,6	25	2,03E-01	38,5	1,61E+06	1,26E+06	1,00E+06	1,26E+06	1,00E+04	6,22E-03
161,8	25	1,43E-01	39,2	1,38E+06	1,07E+06	8,73E+05	1,54E+06	1,00E+04	7,24E-03
177	25	1,00E-01	39,8	1,18E+06	9,07E+05	7,55E+05	1,88E+06	1,00E+04	8,47E-03
194,1	25	8,38E-02	40,1	1,09E+06	8,35E+05	7,04E+05	2,08E+06	1,00E+04	9,15E-03
219,6	25	4,92E-02	41,1	8,64E+05	6,51E+05	5,68E+05	2,79E+06	1,00E+04	1,16E-02
259,4	25	2,89E-02	42,3	6,72E+05	4,96E+05	4,52E+05	3,69E+06	1,00E+04	1,49E-02
323,5	25	1,70E-02	44,3	5,23E+05	3,74E+05	3,65E+05	4,89E+06	1,00E+04	1,91E-02
428,9	25	1,00E-02	46,1	4,05E+05	2,81E+05	2,92E+05	6,45E+06	1,00E+04	2,47E-02

Tableau-A I-26 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 40heures » à 35°C et 10000 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,1	35	1,4E+01	39,7	3,1E+06	2,4E+06	2,0E+06	3,5E+04	1,0E+04	3,8E-03
12,9	35	1,2E+01	39,5	2,9E+06	2,3E+06	1,9E+06	3,9E+04	1,0E+04	3,9E-03
19,6	35	1,0E+01	39,4	2,7E+06	2,1E+06	1,7E+06	4,4E+04	1,0E+04	4,0E-03
26,4	35	8,6E+00	39,3	2,6E+06	2,0E+06	1,6E+06	4,8E+04	1,0E+04	4,2E-03
33,3	35	7,1E+00	39,2	2,4E+06	1,9E+06	1,5E+06	5,3E+04	1,0E+04	4,4E-03
40	35	5,9E+00	39,1	2,2E+06	1,7E+06	1,4E+06	6,0E+04	1,0E+04	4,7E-03
46,8	35	5,0E+00	39,2	2,1E+06	1,6E+06	1,3E+06	6,6E+04	1,0E+04	5,0E-03
53,6	35	4,2E+00	39,2	1,9E+06	1,5E+06	1,2E+06	7,3E+04	1,0E+04	5,3E-03
60,6	35	3,5E+00	39,2	1,8E+06	1,4E+06	1,1E+06	8,1E+04	1,0E+04	5,7E-03
67,4	35	2,9E+00	39,4	1,7E+06	1,3E+06	1,0E+06	9,0E+04	1,0E+04	6,1E-03
74,3	35	2,4E+00	39,4	1,5E+06	1,2E+06	9,7E+05	1,0E+05	1,0E+04	6,6E-03
81,4	35	2,0E+00	39,6	1,4E+06	1,1E+06	9,0E+05	1,1E+05	1,0E+04	7,1E-03
88,4	35	1,7E+00	39,8	1,3E+06	1,0E+06	8,4E+05	1,2E+05	1,0E+04	7,7E-03
95,5	35	1,4E+00	39,9	1,2E+06	9,3E+05	7,8E+05	1,4E+05	1,0E+04	8,3E-03
102,8	35	1,2E+00	40,1	1,1E+06	8,6E+05	7,2E+05	1,5E+05	1,0E+04	8,9E-03
109,6	35	1,0E+00	40,3	1,0E+06	7,9E+05	6,7E+05	1,6E+05	1,0E+04	9,7E-03
116,5	35	8,4E-01	40,6	9,6E+05	7,3E+05	6,2E+05	1,8E+05	1,0E+04	1,0E-02
123,3	35	5,9E-01	41,1	8,2E+05	6,2E+05	5,4E+05	2,2E+05	1,0E+04	1,2E-02
130,9	35	4,1E-01	41,6	6,9E+05	5,2E+05	4,6E+05	2,7E+05	1,0E+04	1,4E-02
139,5	35	2,9E-01	42,1	5,9E+05	4,4E+05	4,0E+05	3,2E+05	1,0E+04	1,7E-02
149,6	35	2,0E-01	42,8	5,0E+05	3,7E+05	3,4E+05	3,9E+05	1,0E+04	2,0E-02
161,8	35	1,4E-01	43,5	4,2E+05	3,1E+05	2,9E+05	4,7E+05	1,0E+04	2,4E-02
177	35	1,0E-01	44,1	3,5E+05	2,5E+05	2,5E+05	5,6E+05	1,0E+04	2,8E-02
194,1	35	8,4E-02	44,5	3,3E+05	2,3E+05	2,3E+05	6,2E+05	1,0E+04	3,1E-02
219,6	35	4,9E-02	45,9	2,5E+05	1,7E+05	1,8E+05	8,1E+05	1,0E+04	4,0E-02
259,4	35	2,9E-02	46,8	1,9E+05	1,3E+05	1,4E+05	1,1E+06	1,0E+04	5,2E-02
323,5	35	1,7E-02	48,8	1,4E+05	9,4E+04	1,1E+05	1,3E+06	1,0E+04	7,0E-02
428,9	35	1,0E-02	51,2	1,1E+05	6,7E+04	8,3E+04	1,7E+06	1,0E+04	9,4E-02

Tableau-A I-27 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 40 heures » à 45°C et 2500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	43,8	1,1E+06	7,9E+05	7,6E+05	1,2E+04	2,5E+03	3,2E-03
12,9	45	1,2E+01	43,7	1,0E+06	7,4E+05	7,1E+05	1,4E+04	2,5E+03	3,3E-03
19,6	45	1,0E+01	43,5	9,4E+05	6,8E+05	6,5E+05	1,5E+04	2,5E+03	3,4E-03
26,4	45	8,6E+00	43,5	8,8E+05	6,4E+05	6,0E+05	1,6E+04	2,5E+03	3,5E-03
33,3	45	7,1E+00	43,5	8,1E+05	5,9E+05	5,6E+05	1,8E+04	2,5E+03	3,6E-03
40	45	5,9E+00	43,5	7,4E+05	5,4E+05	5,1E+05	2,0E+04	2,5E+03	3,8E-03
46,8	45	5,0E+00	43,5	6,9E+05	5,0E+05	4,7E+05	2,2E+04	2,5E+03	4,0E-03
53,6	45	4,2E+00	43,5	6,3E+05	4,6E+05	4,3E+05	2,4E+04	2,5E+03	4,2E-03
60,6	45	3,5E+00	43,6	5,8E+05	4,2E+05	4,0E+05	2,7E+04	2,5E+03	4,5E-03
67,4	45	2,9E+00	43,8	5,3E+05	3,9E+05	3,7E+05	2,9E+04	2,5E+03	4,9E-03
74,3	45	2,4E+00	43,8	4,9E+05	3,5E+05	3,4E+05	3,2E+04	2,5E+03	5,3E-03
81,4	45	2,0E+00	44,0	4,5E+05	3,2E+05	3,1E+05	3,5E+04	2,5E+03	5,7E-03
88,4	45	1,7E+00	44,1	4,1E+05	3,0E+05	2,9E+05	3,9E+04	2,5E+03	6,2E-03
95,5	45	1,4E+00	44,3	3,8E+05	2,7E+05	2,6E+05	4,2E+04	2,5E+03	6,7E-03
102,8	45	1,2E+00	44,5	3,5E+05	2,5E+05	2,4E+05	4,6E+04	2,5E+03	7,3E-03
109,6	45	1,0E+00	44,8	3,2E+05	2,3E+05	2,2E+05	5,1E+04	2,5E+03	7,9E-03
116,5	45	8,4E-01	45,0	2,9E+05	2,1E+05	2,1E+05	5,5E+04	2,5E+03	8,6E-03
123,3	45	5,9E-01	45,5	2,4E+05	1,7E+05	1,7E+05	6,6E+04	2,5E+03	1,0E-02
130,9	45	4,1E-01	46,0	2,0E+05	1,4E+05	1,5E+05	7,9E+04	2,5E+03	1,2E-02
139,5	45	2,9E-01	46,6	1,7E+05	1,2E+05	1,2E+05	9,4E+04	2,5E+03	1,5E-02
149,6	45	2,0E-01	47,3	1,4E+05	9,6E+04	1,0E+05	1,1E+05	2,5E+03	1,8E-02
161,8	45	1,4E-01	48,2	1,2E+05	7,9E+04	8,8E+04	1,3E+05	2,5E+03	2,1E-02
177	45	1,0E-01	48,9	9,7E+04	6,4E+04	7,3E+04	1,5E+05	2,5E+03	2,6E-02
194,1	45	8,4E-02	49,3	8,8E+04	5,8E+04	6,7E+04	1,7E+05	2,5E+03	2,8E-02
219,6	45	4,9E-02	50,7	6,6E+04	4,2E+04	5,1E+04	2,1E+05	2,5E+03	3,8E-02
259,4	45	2,9E-02	52,6	4,9E+04	3,0E+04	3,9E+04	2,7E+05	2,5E+03	5,1E-02
323,5	45	1,7E-02	54,7	3,6E+04	2,1E+04	2,9E+04	3,4E+05	2,5E+03	7,0E-02
428,9	45	1,0E-02	56,9	2,6E+04	1,4E+04	2,2E+04	4,1E+05	2,5E+03	9,6E-02

Tableau-A I-28 Résultats de l'essai DSR du « Bitume A PAV 40 heures » à 60°C et 100 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	45,6	2,32E+05	1,63E+05	1,66E+05	2,59E+03	1,00E+02	1,85E-04
12,9	60	1,20E+01	46,0	2,23E+05	1,55E+05	1,61E+05	2,96E+03	1,00E+02	2,78E-04
19,6	60	1,00E+01	47,5	2,06E+05	1,40E+05	1,52E+05	3,29E+03	1,00E+02	4,08E-04
26,4	60	8,57E+00	48,1	1,93E+05	1,29E+05	1,44E+05	3,59E+03	1,00E+02	5,44E-04
33,3	60	7,14E+00	48,2	1,77E+05	1,18E+05	1,32E+05	3,95E+03	1,00E+02	7,06E-04
40	60	5,88E+00	48,6	1,61E+05	1,07E+05	1,21E+05	4,36E+03	1,00E+02	8,26E-04
46,8	60	5,00E+00	48,8	1,49E+05	9,78E+04	1,12E+05	4,73E+03	1,00E+02	8,86E-04
53,6	60	4,17E+00	48,9	1,35E+05	8,88E+04	1,02E+05	5,15E+03	1,00E+02	9,41E-04
60,6	60	3,49E+00	49,2	1,23E+05	8,06E+04	9,33E+04	5,63E+03	1,00E+02	9,84E-04
67,4	60	2,91E+00	49,4	1,12E+05	7,32E+04	8,53E+04	6,14E+03	1,00E+02	1,04E-03
74,3	60	2,44E+00	49,8	1,02E+05	6,58E+04	7,79E+04	6,65E+03	1,00E+02	1,10E-03
81,4	60	2,04E+00	49,7	9,29E+04	6,01E+04	7,08E+04	7,24E+03	1,00E+02	1,18E-03
88,4	60	1,70E+00	49,8	8,38E+04	5,41E+04	6,41E+04	7,83E+03	1,00E+02	1,28E-03
95,5	60	1,43E+00	50,2	7,69E+04	4,92E+04	5,91E+04	8,57E+03	1,00E+02	1,37E-03
102,8	60	1,20E+00	50,4	7,11E+04	4,53E+04	5,48E+04	9,47E+03	1,00E+02	1,47E-03
109,6	60	1,00E+00	50,7	6,47E+04	4,10E+04	5,00E+04	1,03E+04	1,00E+02	1,60E-03
116,5	60	8,38E-01	50,9	5,94E+04	3,75E+04	4,61E+04	1,13E+04	1,00E+02	1,73E-03
123,3	60	5,88E-01	51,8	4,86E+04	3,01E+04	3,81E+04	1,32E+04	1,00E+02	2,10E-03
130,9	60	4,13E-01	52,5	4,00E+04	2,44E+04	3,17E+04	1,54E+04	1,00E+02	2,53E-03
139,5	60	2,90E-01	53,4	3,28E+04	1,96E+04	2,63E+04	1,80E+04	1,00E+02	3,09E-03
149,6	60	2,03E-01	54,5	2,66E+04	1,55E+04	2,16E+04	2,08E+04	1,00E+02	3,80E-03
161,8	60	1,43E-01	55,7	2,16E+04	1,22E+04	1,78E+04	2,41E+04	1,00E+02	4,68E-03
177	60	1,00E-01	56,7	1,73E+04	9,52E+03	1,44E+04	2,75E+04	1,00E+02	5,85E-03
194,1	60	8,38E-02	57,4	1,56E+04	8,45E+03	1,32E+04	2,97E+04	1,00E+02	6,48E-03
219,6	60	4,92E-02	59,2	1,11E+04	5,73E+03	9,56E+03	3,60E+04	1,00E+02	9,11E-03
259,4	60	2,89E-02	61,5	7,95E+03	3,81E+03	6,97E+03	4,37E+04	1,00E+02	1,28E-02
323,5	60	1,70E-02	64,0	5,53E+03	2,43E+03	4,97E+03	5,17E+04	1,00E+02	1,85E-02
428,9	60	1,00E-02	66,7	3,80E+03	1,52E+03	3,48E+03	6,05E+04	1,00E+02	2,69E-02

Tableau-A I-29 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B Original » à 25°C et 2500 Pa

Time (s)	Temperature (°C)	Frequency (Hz)	Phase Angle (°)	Complex Modulus (Pa)	Elastic Modulus (Pa)	Viscous Modulus (Pas)	Complex Viscosity (Pas)	Shear Stress (Pa)	Strain (%)
6,2	25	1,43E+01	59,4	1,27E+06	6,44E+05	1,09E+06	1,41E+04	2,50E+03	1,98E-03
13	25	1,20E+01	60,8	1,14E+06	5,56E+05	9,92E+05	1,51E+04	2,50E+03	2,20E-03
19,8	25	1,00E+01	61,9	1,01E+06	4,75E+05	8,91E+05	1,61E+04	2,50E+03	2,48E-03
26,7	25	8,57E+00	63,0	9,10E+05	4,14E+05	8,11E+05	1,69E+04	2,50E+03	2,75E-03
33,6	25	7,14E+00	64,2	8,00E+05	3,48E+05	7,21E+05	1,78E+04	2,50E+03	3,13E-03
40,3	25	5,88E+00	65,5	6,95E+05	2,89E+05	6,32E+05	1,88E+04	2,50E+03	3,60E-03
47	25	5,00E+00	66,3	6,16E+05	2,48E+05	5,64E+05	1,96E+04	2,50E+03	4,06E-03
53,9	25	4,17E+00	67,4	5,37E+05	2,07E+05	4,96E+05	2,05E+04	2,50E+03	4,66E-03
60,9	25	3,49E+00	68,2	4,69E+05	1,74E+05	4,35E+05	2,14E+04	2,50E+03	5,34E-03
67,6	25	2,91E+00	69,0	4,08E+05	1,46E+05	3,81E+05	2,23E+04	2,50E+03	6,13E-03
74,5	25	2,44E+00	69,8	3,55E+05	1,22E+05	3,33E+05	2,31E+04	2,50E+03	7,05E-03
81,7	25	2,04E+00	70,6	3,08E+05	1,02E+05	2,90E+05	2,40E+04	2,50E+03	8,12E-03
88,5	25	1,70E+00	71,3	2,67E+05	8,58E+04	2,53E+05	2,49E+04	2,50E+03	9,37E-03
95,6	25	1,43E+00	71,9	2,32E+05	7,19E+04	2,20E+05	2,58E+04	2,50E+03	1,08E-02
103	25	1,20E+00	72,4	2,00E+05	6,05E+04	1,91E+05	2,67E+04	2,50E+03	1,25E-02
109,7	25	1,00E+00	73,1	1,73E+05	5,04E+04	1,66E+05	2,76E+04	2,50E+03	1,44E-02
116,5	25	8,38E-01	73,6	1,50E+05	4,22E+04	1,44E+05	2,84E+04	2,50E+03	1,67E-02
123,4	25	5,88E-01	74,5	1,12E+05	2,97E+04	1,08E+05	3,02E+04	2,50E+03	2,24E-02
130,9	25	4,13E-01	75,5	8,29E+04	2,08E+04	8,02E+04	3,20E+04	2,50E+03	3,02E-02
139,5	25	2,90E-01	76,3	6,15E+04	1,45E+04	5,97E+04	3,38E+04	2,50E+03	4,07E-02
149,7	25	2,03E-01	77,2	4,54E+04	1,01E+04	4,42E+04	3,56E+04	2,50E+03	5,51E-02
161,8	25	1,43E-01	78,0	3,34E+04	6,92E+03	3,27E+04	3,73E+04	2,50E+03	7,49E-02
177	25	1,00E-01	78,9	2,46E+04	4,73E+03	2,41E+04	3,91E+04	2,50E+03	1,02E-01
199,2	25	5,88E-02	80,1	1,54E+04	2,64E+03	1,51E+04	4,16E+04	2,50E+03	1,63E-01
239	25	2,89E-02	82,0	8,13E+03	1,14E+03	8,05E+03	4,47E+04	2,50E+03	3,07E-01
303,1	25	1,70E-02	83,3	4,97E+03	5,83E+02	4,94E+03	4,65E+04	2,50E+03	5,03E-01
408,5	25	1,00E-02	84,7	3,02E+03	2,81E+02	3,01E+03	4,81E+04	2,50E+03	8,27E-01

Tableau-A I-30 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B Original » à 35°C et 2500 Pa

Time (s)	Temperature (°C)	Frequency (Hz)	Phase Angle (°)	Complex Modulus (Pa)	Elastic Modulus (Pa)	Viscous Modulus (Pas)	Complex Viscosity (Pas)	Shear Stress (Pa)	Strain (%)
6,2	35	1,43E+01	72,9	3,22E+05	9,44E+04	3,07E+05	3,58E+03	2,50E+03	7,80E-03
13	35	1,20E+01	73,1	2,82E+05	8,19E+04	2,70E+05	3,74E+03	2,50E+03	8,88E-03
19,8	35	1,00E+01	73,4	2,45E+05	7,01E+04	2,35E+05	3,90E+03	2,50E+03	1,02E-02
26,7	35	8,57E+00	73,7	2,18E+05	6,12E+04	2,09E+05	4,04E+03	2,50E+03	1,15E-02
33,6	35	7,14E+00	74,0	1,88E+05	5,19E+04	1,81E+05	4,19E+03	2,50E+03	1,33E-02
40,3	35	5,88E+00	74,3	1,61E+05	4,34E+04	1,55E+05	4,35E+03	2,50E+03	1,56E-02
47	35	5,00E+00	74,7	1,41E+05	3,72E+04	1,36E+05	4,48E+03	2,50E+03	1,78E-02
53,9	35	4,17E+00	75,0	1,21E+05	3,14E+04	1,17E+05	4,63E+03	2,50E+03	2,06E-02
60,9	35	3,49E+00	75,3	1,05E+05	2,65E+04	1,01E+05	4,78E+03	2,50E+03	2,39E-02
67,6	35	2,91E+00	75,7	9,01E+04	2,23E+04	8,73E+04	4,92E+03	2,50E+03	2,78E-02
74,5	35	2,44E+00	76,1	7,76E+04	1,87E+04	7,54E+04	5,07E+03	2,50E+03	3,22E-02
81,7	35	2,04E+00	76,4	6,69E+04	1,57E+04	6,50E+04	5,21E+03	2,50E+03	3,74E-02
88,5	35	1,70E+00	76,8	5,74E+04	1,31E+04	5,59E+04	5,36E+03	2,50E+03	4,36E-02
95,6	35	1,43E+00	77,1	4,94E+04	1,10E+04	4,81E+04	5,50E+03	2,50E+03	5,07E-02
103	35	1,20E+00	77,5	4,23E+04	9,15E+03	4,13E+04	5,64E+03	2,50E+03	5,91E-02
109,7	35	1,00E+00	77,8	3,63E+04	7,63E+03	3,55E+04	5,78E+03	2,50E+03	6,89E-02
116,5	35	8,38E-01	78,3	3,12E+04	6,32E+03	3,05E+04	5,92E+03	2,50E+03	8,02E-02
123,4	35	5,88E-01	79,0	2,29E+04	4,35E+03	2,25E+04	6,20E+03	2,50E+03	1,09E-01
130,9	35	4,13E-01	79,9	1,68E+04	2,95E+03	1,66E+04	6,48E+03	2,50E+03	1,49E-01
139,5	35	2,90E-01	80,7	1,23E+04	1,97E+03	1,21E+04	6,74E+03	2,50E+03	2,04E-01
149,7	35	2,03E-01	81,6	8,91E+03	1,30E+03	8,81E+03	6,98E+03	2,50E+03	2,81E-01
161,8	35	1,43E-01	82,4	6,44E+03	8,48E+02	6,39E+03	7,20E+03	2,50E+03	3,88E-01
177	35	1,00E-01	83,4	4,65E+03	5,39E+02	4,62E+03	7,40E+03	2,50E+03	5,38E-01
199,2	35	5,88E-02	84,7	2,83E+03	2,63E+02	2,82E+03	7,66E+03	2,50E+03	8,84E-01
239	35	2,89E-02	86,7	1,43E+03	8,28E+01	1,43E+03	7,86E+03	2,50E+03	1,75E+00
303,1	35	1,70E-02	87,9	8,46E+02	3,16E+01	8,46E+02	7,92E+03	2,50E+03	2,95E+00
408,5	35	1,00E-02	88,7	5,01E+02	1,10E+01	5,01E+02	7,98E+03	2,50E+03	4,99E+00

Tableau-A I-31 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B Original » à 45°C et 150 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,4	45	3,49E+00	81,5	1,95E+04	2,88E+03	1,93E+04	8,89E+02	1,50E+02	7,71E-03
13,1	45	2,91E+00	81,8	1,66E+04	2,38E+03	1,64E+04	9,08E+02	1,50E+02	9,04E-03
20,1	45	2,44E+00	82,0	1,42E+04	1,98E+03	1,40E+04	9,24E+02	1,50E+02	1,06E-02
27,2	45	2,04E+00	82,4	1,20E+04	1,60E+03	1,19E+04	9,39E+02	1,50E+02	1,25E-02
34,1	45	1,70E+00	82,6	1,02E+04	1,32E+03	1,01E+04	9,53E+02	1,50E+02	1,47E-02
41,2	45	1,43E+00	82,9	8,69E+03	1,08E+03	8,63E+03	9,68E+02	1,50E+02	1,73E-02
48,6	45	1,20E+00	83,3	7,35E+03	8,59E+02	7,30E+03	9,78E+02	1,50E+02	2,04E-02
55,2	45	1,00E+00	83,6	6,24E+03	6,97E+02	6,20E+03	9,93E+02	1,50E+02	2,40E-02
62	45	8,38E-01	83,8	5,29E+03	5,70E+02	5,26E+03	1,00E+03	1,50E+02	2,84E-02
68,9	45	5,88E-01	84,4	3,80E+03	3,69E+02	3,78E+03	1,03E+03	1,50E+02	3,95E-02
76,4	45	4,13E-01	85,1	2,72E+03	2,30E+02	2,71E+03	1,05E+03	1,50E+02	5,52E-02
85	45	2,90E-01	85,8	1,93E+03	1,43E+02	1,92E+03	1,06E+03	1,50E+02	7,77E-02
95,2	45	2,03E-01	86,3	1,37E+03	8,73E+01	1,37E+03	1,07E+03	1,50E+02	1,09E-01
107,3	45	1,43E-01	87,0	9,70E+02	5,08E+01	9,69E+02	1,08E+03	1,50E+02	1,55E-01
122,5	45	1,00E-01	87,5	6,85E+02	3,04E+01	6,85E+02	1,09E+03	1,50E+02	2,19E-01
139,6	45	8,38E-02	87,7	5,76E+02	2,26E+01	5,75E+02	1,09E+03	1,50E+02	2,61E-01
165,1	45	4,92E-02	88,4	3,43E+02	9,45E+00	3,42E+02	1,11E+03	1,50E+02	4,38E-01
204,9	45	2,89E-02	89,0	2,02E+02	3,64E+00	2,02E+02	1,11E+03	1,50E+02	7,42E-01
268,9	45	1,70E-02	89,3	1,19E+02	1,46E+00	1,19E+02	1,11E+03	1,50E+02	1,26E+00
374,3	45	1,00E-02	89,6	7,01E+01	5,34E-01	7,01E+01	1,11E+03	1,50E+02	2,14E+00

Tableau-A I-32 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B Original » à 64°C et 100 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,2	64	1,43E+01	85,3	5,15E+03	4,20E+02	5,13E+03	5,73E+01	1,00E+02	1,65E-02
13	64	1,20E+01	85,7	4,43E+03	3,34E+02	4,41E+03	5,87E+01	1,00E+02	2,02E-02
19,8	64	1,00E+01	86,0	3,77E+03	2,62E+02	3,77E+03	6,01E+01	1,00E+02	2,46E-02
26,7	64	8,57E+00	86,3	3,29E+03	2,14E+02	3,29E+03	6,12E+01	1,00E+02	2,88E-02
33,6	64	7,14E+00	86,4	2,78E+03	1,72E+02	2,78E+03	6,20E+01	1,00E+02	3,48E-02
40,3	64	5,88E+00	86,7	2,32E+03	1,36E+02	2,31E+03	6,27E+01	1,00E+02	4,23E-02
47	64	5,00E+00	86,8	1,99E+03	1,11E+02	1,98E+03	6,32E+01	1,00E+02	4,97E-02
53,9	64	4,17E+00	87,0	1,67E+03	8,67E+01	1,67E+03	6,38E+01	1,00E+02	5,94E-02
60,9	64	3,49E+00	87,2	1,41E+03	6,79E+01	1,41E+03	6,43E+01	1,00E+02	7,06E-02
67,6	64	2,91E+00	87,4	1,18E+03	5,31E+01	1,18E+03	6,47E+01	1,00E+02	8,43E-02
74,5	64	2,44E+00	87,6	9,95E+02	4,12E+01	9,94E+02	6,49E+01	1,00E+02	1,00E-01
81,7	64	2,04E+00	87,8	8,33E+02	3,13E+01	8,33E+02	6,50E+01	1,00E+02	1,20E-01
88,5	64	1,70E+00	88,1	6,97E+02	2,38E+01	6,97E+02	6,51E+01	1,00E+02	1,43E-01
95,6	64	1,43E+00	88,2	5,86E+02	1,81E+01	5,86E+02	6,53E+01	1,00E+02	1,71E-01
103	64	1,20E+00	88,4	4,91E+02	1,34E+01	4,91E+02	6,54E+01	1,00E+02	2,04E-01
109,7	64	1,00E+00	88,6	4,12E+02	9,96E+00	4,12E+02	6,56E+01	1,00E+02	2,43E-01
116,5	64	8,38E-01	88,8	3,46E+02	7,44E+00	3,46E+02	6,57E+01	1,00E+02	2,89E-01
123,4	64	5,88E-01	89,1	2,44E+02	3,82E+00	2,44E+02	6,60E+01	1,00E+02	4,10E-01
130,9	64	4,13E-01	89,3	1,72E+02	2,01E+00	1,72E+02	6,62E+01	1,00E+02	5,83E-01
139,5	64	2,90E-01	89,5	1,20E+02	1,03E+00	1,20E+02	6,61E+01	1,00E+02	8,31E-01
149,7	64	2,03E-01	89,7	8,45E+01	4,99E-01	8,45E+01	6,62E+01	1,00E+02	1,18E+00
161,8	64	1,43E-01	89,7	5,94E+01	3,10E-01	5,94E+01	6,64E+01	1,00E+02	1,68E+00
177	64	1,00E-01	89,8	4,17E+01	1,40E-01	4,17E+01	6,64E+01	1,00E+02	2,40E+00
199,2	64	5,88E-02	89,9	2,45E+01	4,74E-02	2,45E+01	6,63E+01	1,00E+02	4,09E+00
239	64	2,89E-02	90,0	1,21E+01	7,82E-03	1,21E+01	6,64E+01	1,00E+02	8,29E+00
303,1	64	1,70E-02	89,9	7,10E+00	7,31E-03	7,10E+00	6,64E+01	1,00E+02	1,41E+01
408,5	64	1,00E-02	90,0	4,17E+00	3,40E-03	4,17E+00	6,64E+01	1,00E+02	2,40E+01

Tableau-A I-33 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 85 min » à 25°C et 5000 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,1	25	1,43E+01	45,3	2,08E+06	1,46E+06	1,48E+06	2,31E+04	5,00E+03	2,41E-03
12,9	25	1,20E+01	46,8	1,92E+06	1,31E+06	1,40E+06	2,55E+04	5,00E+03	2,61E-03
19,6	25	1,00E+01	48,4	1,76E+06	1,17E+06	1,31E+06	2,79E+04	5,00E+03	2,85E-03
26,4	25	8,57E+00	49,6	1,63E+06	1,05E+06	1,24E+06	3,02E+04	5,00E+03	3,08E-03
33,3	25	7,14E+00	51,3	1,47E+06	9,20E+05	1,15E+06	3,28E+04	5,00E+03	3,40E-03
40	25	5,88E+00	52,9	1,32E+06	7,94E+05	1,05E+06	3,56E+04	5,00E+03	3,80E-03
46,8	25	5,00E+00	54,2	1,19E+06	6,98E+05	9,67E+05	3,80E+04	5,00E+03	4,20E-03
53,6	25	4,17E+00	55,6	1,07E+06	6,03E+05	8,80E+05	4,07E+04	5,00E+03	4,69E-03
60,6	25	3,49E+00	56,8	9,53E+05	5,21E+05	7,97E+05	4,35E+04	5,00E+03	5,25E-03
67,4	25	2,91E+00	58,0	8,48E+05	4,49E+05	7,20E+05	4,64E+04	5,00E+03	5,89E-03
74,3	25	2,44E+00	59,1	7,53E+05	3,86E+05	6,46E+05	4,91E+04	5,00E+03	6,64E-03
81,4	25	2,04E+00	60,2	6,67E+05	3,31E+05	5,79E+05	5,21E+04	5,00E+03	7,49E-03
88,4	25	1,70E+00	61,3	5,89E+05	2,83E+05	5,17E+05	5,50E+04	5,00E+03	8,49E-03
95,5	25	1,43E+00	62,2	5,21E+05	2,43E+05	4,60E+05	5,80E+04	5,00E+03	9,61E-03
102,8	25	1,20E+00	63,0	4,59E+05	2,08E+05	4,09E+05	6,12E+04	5,00E+03	1,09E-02
109,6	25	1,00E+00	63,8	4,03E+05	1,78E+05	3,62E+05	6,42E+04	5,00E+03	1,24E-02
116,5	25	8,38E-01	64,6	3,55E+05	1,52E+05	3,21E+05	6,75E+04	5,00E+03	1,41E-02
123,3	25	5,88E-01	65,9	2,74E+05	1,12E+05	2,50E+05	7,41E+04	5,00E+03	1,83E-02
130,9	25	4,13E-01	67,2	2,10E+05	8,14E+04	1,94E+05	8,10E+04	5,00E+03	2,38E-02
139,5	25	2,90E-01	68,4	1,61E+05	5,92E+04	1,49E+05	8,83E+04	5,00E+03	3,11E-02
149,6	25	2,03E-01	69,3	1,22E+05	4,31E+04	1,14E+05	9,57E+04	5,00E+03	4,10E-02
161,8	25	1,43E-01	70,3	9,26E+04	3,12E+04	8,72E+04	1,03E+05	5,00E+03	5,40E-02
177	25	1,00E-01	71,3	6,99E+04	2,24E+04	6,62E+04	1,11E+05	5,00E+03	7,16E-02
194,1	25	8,38E-02	71,8	6,09E+04	1,90E+04	5,79E+04	1,16E+05	5,00E+03	8,21E-02
219,6	25	4,92E-02	73,2	3,98E+04	1,15E+04	3,81E+04	1,29E+05	5,00E+03	1,26E-01
259,4	25	2,89E-02	74,9	2,57E+04	6,70E+03	2,48E+04	1,41E+05	5,00E+03	1,95E-01
323,5	25	1,70E-02	76,7	1,65E+04	3,79E+03	1,61E+04	1,54E+05	5,00E+03	3,03E-01
428,9	25	1,00E-02	78,5	1,05E+04	2,09E+03	1,03E+04	1,67E+05	5,00E+03	4,78E-01

Tableau-A I-34 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 85 min » à 35°C et 1500 Pa

Time '(s)	Temperature '(°C)	Frequency '(Hz)	Phase Angle '(°)	Complex Modulus '(Pa)	Elastic Modulus '(Pa)	Viscous Modulus '(Pa)	Complex Viscosity '(Pas)	Shear Stress '(Pa)	Strain '()
6,1	35	1,4E+01	66,5	5,2E+05	2,1E+05	4,8E+05	5,8E+03	1,5E+03	2,9E-03
12,9	35	1,2E+01	66,9	4,7E+05	1,8E+05	4,3E+05	6,2E+03	1,5E+03	3,2E-03
19,6	35	1,0E+01	67,2	4,1E+05	1,6E+05	3,8E+05	6,5E+03	1,5E+03	3,7E-03
26,4	35	8,6E+00	67,6	3,7E+05	1,4E+05	3,4E+05	6,8E+03	1,5E+03	4,1E-03
33,3	35	7,1E+00	68,1	3,2E+05	1,2E+05	3,0E+05	7,2E+03	1,5E+03	4,7E-03
40	35	5,9E+00	68,5	2,8E+05	1,0E+05	2,6E+05	7,5E+03	1,5E+03	5,4E-03
46,8	35	5,0E+00	68,9	2,5E+05	8,9E+04	2,3E+05	7,8E+03	1,5E+03	6,1E-03
53,6	35	4,2E+00	69,3	2,1E+05	7,6E+04	2,0E+05	8,2E+03	1,5E+03	7,0E-03
60,6	35	3,5E+00	69,7	1,9E+05	6,5E+04	1,8E+05	8,5E+03	1,5E+03	8,0E-03
67,4	35	2,9E+00	70,1	1,6E+05	5,5E+04	1,5E+05	8,9E+03	1,5E+03	9,2E-03
74,3	35	2,4E+00	70,6	1,4E+05	4,7E+04	1,3E+05	9,2E+03	1,5E+03	1,1E-02
81,4	35	2,0E+00	70,9	1,2E+05	4,0E+04	1,2E+05	9,6E+03	1,5E+03	1,2E-02
88,4	35	1,7E+00	71,3	1,1E+05	3,4E+04	1,0E+05	1,0E+04	1,5E+03	1,4E-02
95,5	35	1,4E+00	71,7	9,3E+04	2,9E+04	8,8E+04	1,0E+04	1,5E+03	1,6E-02
102,8	35	1,2E+00	72,1	8,1E+04	2,5E+04	7,7E+04	1,1E+04	1,5E+03	1,9E-02
109,6	35	1,0E+00	72,5	7,0E+04	2,1E+04	6,7E+04	1,1E+04	1,5E+03	2,1E-02
116,5	35	8,4E-01	72,9	6,1E+04	1,8E+04	5,8E+04	1,1E+04	1,5E+03	2,5E-02
123,3	35	5,9E-01	73,7	4,5E+04	1,3E+04	4,4E+04	1,2E+04	1,5E+03	3,3E-02
130,9	35	4,1E-01	74,5	3,4E+04	9,0E+03	3,3E+04	1,3E+04	1,5E+03	4,4E-02
139,5	35	2,9E-01	75,5	2,5E+04	6,3E+03	2,4E+04	1,4E+04	1,5E+03	5,9E-02
149,6	35	2,0E-01	76,3	1,9E+04	4,4E+03	1,8E+04	1,5E+04	1,5E+03	8,0E-02
161,8	35	1,4E-01	77,3	1,4E+04	3,1E+03	1,4E+04	1,6E+04	1,5E+03	1,1E-01
177	35	1,0E-01	78,2	1,0E+04	2,1E+03	1,0E+04	1,6E+04	1,5E+03	1,5E-01
194,1	35	8,4E-02	78,7	8,8E+03	1,7E+03	8,6E+03	1,7E+04	1,5E+03	1,7E-01
219,6	35	4,9E-02	80,2	5,5E+03	9,3E+02	5,4E+03	1,8E+04	1,5E+03	2,7E-01
259,4	35	2,9E-02	81,8	3,4E+03	4,8E+02	3,3E+03	1,9E+04	1,5E+03	4,4E-01
323,5	35	1,7E-02	83,6	2,1E+03	2,3E+02	2,1E+03	1,9E+04	1,5E+03	7,2E-01
428,9	35	1,0E-02	85,0	1,3E+03	1,1E+02	1,3E+03	2,0E+04	1,5E+03	1,2E+00

Tableau-A I-35 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 85 min » à 45°C et 1000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	74,9	1,3E+05	3,3E+04	1,2E+05	1,4E+03	1,0E+03	7,9E-03
12,9	45	1,2E+01	74,8	1,1E+05	2,9E+04	1,1E+05	1,5E+03	1,0E+03	9,0E-03
19,6	45	1,0E+01	74,9	9,7E+04	2,5E+04	9,3E+04	1,5E+03	1,0E+03	1,0E-02
26,4	45	8,6E+00	75,0	8,6E+04	2,2E+04	8,3E+04	1,6E+03	1,0E+03	1,2E-02
33,3	45	7,1E+00	75,1	7,4E+04	1,9E+04	7,1E+04	1,6E+03	1,0E+03	1,4E-02
40	45	5,9E+00	75,4	6,3E+04	1,6E+04	6,1E+04	1,7E+03	1,0E+03	1,6E-02
46,8	45	5,0E+00	75,5	5,5E+04	1,4E+04	5,3E+04	1,8E+03	1,0E+03	1,8E-02
53,6	45	4,2E+00	75,8	4,7E+04	1,2E+04	4,6E+04	1,8E+03	1,0E+03	2,1E-02
60,6	45	3,5E+00	76,1	4,1E+04	9,8E+03	4,0E+04	1,9E+03	1,0E+03	2,4E-02
67,4	45	2,9E+00	76,4	3,5E+04	8,3E+03	3,4E+04	1,9E+03	1,0E+03	2,8E-02
74,3	45	2,4E+00	76,8	3,0E+04	6,9E+03	3,0E+04	2,0E+03	1,0E+03	3,3E-02
81,4	45	2,0E+00	77,1	2,6E+04	5,8E+03	2,5E+04	2,0E+03	1,0E+03	3,8E-02
88,4	45	1,7E+00	77,5	2,2E+04	4,9E+03	2,2E+04	2,1E+03	1,0E+03	4,5E-02
95,5	45	1,4E+00	77,8	1,9E+04	4,1E+03	1,9E+04	2,1E+03	1,0E+03	5,2E-02
102,8	45	1,2E+00	78,2	1,6E+04	3,4E+03	1,6E+04	2,2E+03	1,0E+03	6,1E-02
109,6	45	1,0E+00	78,7	1,4E+04	2,8E+03	1,4E+04	2,2E+03	1,0E+03	7,1E-02
116,5	45	8,4E-01	79,1	1,2E+04	2,3E+03	1,2E+04	2,3E+03	1,0E+03	8,3E-02
123,3	45	5,9E-01	79,8	8,9E+03	1,6E+03	8,7E+03	2,4E+03	1,0E+03	1,1E-01
130,9	45	4,1E-01	80,7	6,5E+03	1,0E+03	6,4E+03	2,5E+03	1,0E+03	1,5E-01
139,5	45	2,9E-01	81,6	4,7E+03	6,9E+02	4,7E+03	2,6E+03	1,0E+03	2,1E-01
149,6	45	2,0E-01	82,5	3,4E+03	4,5E+02	3,4E+03	2,7E+03	1,0E+03	2,9E-01
161,8	45	1,4E-01	83,4	2,5E+03	2,9E+02	2,5E+03	2,8E+03	1,0E+03	4,0E-01
177	45	1,0E-01	84,3	1,8E+03	1,8E+02	1,8E+03	2,8E+03	1,0E+03	5,6E-01
194,1	45	8,4E-02	84,7	1,5E+03	1,4E+02	1,5E+03	2,9E+03	1,0E+03	6,6E-01
219,6	45	4,9E-02	86,1	9,1E+02	6,1E+01	9,1E+02	2,9E+03	1,0E+03	1,1E+00
259,4	45	2,9E-02	87,5	5,4E+02	2,4E+01	5,4E+02	3,0E+03	1,0E+03	1,8E+00
323,5	45	1,7E-02	88,5	3,2E+02	8,6E+00	3,2E+02	3,0E+03	1,0E+03	3,1E+00
428,9	45	1,0E-02	89,1	1,9E+02	3,1E+00	1,9E+02	3,0E+03	1,0E+03	5,3E+00

Tableau-A I-36 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 85 min » à 60°C et 200 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	81,9	1,44E+04	2,04E+03	1,43E+04	1,61E+02	2,00E+02	1,39E-02
12,9	60	1,20E+01	82,0	1,25E+04	1,75E+03	1,24E+04	1,66E+02	2,00E+02	1,61E-02
19,6	60	1,00E+01	82,1	1,07E+04	1,47E+03	1,06E+04	1,71E+02	2,00E+02	1,88E-02
26,4	60	8,57E+00	82,2	9,39E+03	1,27E+03	9,30E+03	1,74E+02	2,00E+02	2,15E-02
33,3	60	7,14E+00	82,4	8,01E+03	1,06E+03	7,94E+03	1,78E+02	2,00E+02	2,52E-02
40	60	5,88E+00	82,6	6,74E+03	8,72E+02	6,69E+03	1,82E+02	2,00E+02	2,99E-02
46,8	60	5,00E+00	82,8	5,82E+03	7,32E+02	5,77E+03	1,85E+02	2,00E+02	3,46E-02
53,6	60	4,17E+00	83,0	4,94E+03	6,01E+02	4,90E+03	1,89E+02	2,00E+02	4,07E-02
60,6	60	3,49E+00	83,3	4,20E+03	4,92E+02	4,17E+03	1,92E+02	2,00E+02	4,79E-02
67,4	60	2,91E+00	83,5	3,56E+03	4,00E+02	3,53E+03	1,94E+02	2,00E+02	5,65E-02
74,3	60	2,44E+00	83,8	3,02E+03	3,23E+02	3,00E+03	1,97E+02	2,00E+02	6,65E-02
81,4	60	2,04E+00	84,1	2,56E+03	2,62E+02	2,54E+03	1,99E+02	2,00E+02	7,85E-02
88,4	60	1,70E+00	84,5	2,16E+03	2,09E+02	2,15E+03	2,02E+02	2,00E+02	9,27E-02
95,5	60	1,43E+00	84,8	1,83E+03	1,67E+02	1,83E+03	2,04E+02	2,00E+02	1,09E-01
102,8	60	1,20E+00	85,1	1,55E+03	1,33E+02	1,54E+03	2,06E+02	2,00E+02	1,29E-01
109,6	60	1,00E+00	85,4	1,31E+03	1,04E+02	1,30E+03	2,08E+02	2,00E+02	1,53E-01
116,5	60	8,38E-01	85,7	1,10E+03	8,20E+01	1,10E+03	2,10E+02	2,00E+02	1,81E-01
123,3	60	5,88E-01	86,4	7,85E+02	4,97E+01	7,83E+02	2,12E+02	2,00E+02	2,55E-01
130,9	60	4,13E-01	87,0	5,56E+02	2,93E+01	5,56E+02	2,15E+02	2,00E+02	3,60E-01
139,5	60	2,90E-01	87,6	3,94E+02	1,67E+01	3,93E+02	2,16E+02	2,00E+02	5,08E-01
149,6	60	2,03E-01	88,1	2,78E+02	8,96E+00	2,78E+02	2,18E+02	2,00E+02	7,20E-01
161,8	60	1,45E-01	88,5	1,96E+02	4,95E+00	1,96E+02	2,19E+02	2,00E+02	1,02E+00
177	60	1,00E-01	89,0	1,38E+02	2,51E+00	1,38E+02	2,19E+02	2,00E+02	1,45E+00
194,1	60	8,38E-02	89,1	1,16E+02	1,86E+00	1,16E+02	2,20E+02	2,00E+02	1,73E+00
219,6	60	4,92E-02	89,5	6,82E+01	6,45E-01	6,82E+01	2,20E+02	2,00E+02	2,93E+00
259,4	60	2,89E-02	89,7	4,00E+01	2,15E-01	4,00E+01	2,20E+02	2,00E+02	5,00E+00
323,5	60	1,70E-02	89,8	2,35E+01	9,85E-02	2,35E+01	2,20E+02	2,00E+02	8,50E+00
428,9	60	1,00E-02	89,8	1,38E+01	3,50E-02	1,38E+01	2,20E+02	2,00E+02	1,44E+01

Tableau-A I-37 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 150 min » à 25°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	38,1	2,75E+06	2,17E+06	1,70E+06	3,07E+04	5,00E+03	1,82E-03
12,9	25	1,20E+01	39,0	2,56E+06	1,98E+06	1,61E+06	3,39E+04	5,00E+03	1,96E-03
19,6	25	1,00E+01	40,8	2,38E+06	1,81E+06	1,56E+06	3,80E+04	5,00E+03	2,10E-03
26,4	25	8,57E+00	42,4	2,22E+06	1,64E+06	1,50E+06	4,13E+04	5,00E+03	2,25E-03
33,3	25	7,14E+00	43,9	2,04E+06	1,47E+06	1,42E+06	4,56E+04	5,00E+03	2,45E-03
40	25	5,88E+00	45,3	1,86E+06	1,31E+06	1,32E+06	5,03E+04	5,00E+03	2,69E-03
46,8	25	5,00E+00	47,0	1,70E+06	1,16E+06	1,24E+06	5,41E+04	5,00E+03	2,94E-03
53,6	25	4,17E+00	48,2	1,55E+06	1,03E+06	1,15E+06	5,91E+04	5,00E+03	3,23E-03
60,6	25	3,49E+00	50,1	1,40E+06	8,95E+05	1,07E+06	6,37E+04	5,00E+03	3,58E-03
67,4	25	2,91E+00	51,4	1,26E+06	7,87E+05	9,85E+05	6,89E+04	5,00E+03	3,97E-03
74,3	25	2,44E+00	52,6	1,13E+06	6,89E+05	9,00E+05	7,40E+04	5,00E+03	4,41E-03
81,4	25	2,04E+00	54,0	1,02E+06	5,98E+05	8,24E+05	7,94E+04	5,00E+03	4,91E-03
88,4	25	1,70E+00	54,9	9,14E+05	5,26E+05	7,48E+05	8,54E+04	5,00E+03	5,47E-03
95,5	25	1,43E+00	56,1	8,18E+05	4,56E+05	6,79E+05	9,11E+04	5,00E+03	6,11E-03
102,8	25	1,20E+00	57,0	7,29E+05	3,97E+05	6,11E+05	9,70E+04	5,00E+03	6,86E-03
109,6	25	1,00E+00	58,0	6,55E+05	3,47E+05	5,56E+05	1,04E+05	5,00E+03	7,63E-03
116,5	25	8,38E-01	58,7	5,75E+05	2,99E+05	4,92E+05	1,09E+05	5,00E+03	8,69E-03
123,3	25	5,88E-01	60,8	4,55E+05	2,22E+05	3,98E+05	1,23E+05	5,00E+03	1,10E-02
130,9	25	4,13E-01	62,1	3,54E+05	1,65E+05	3,13E+05	1,36E+05	5,00E+03	1,41E-02
139,5	25	2,90E-01	63,4	2,76E+05	1,23E+05	2,47E+05	1,51E+05	5,00E+03	1,81E-02
149,6	25	2,03E-01	64,5	2,14E+05	9,21E+04	1,93E+05	1,68E+05	5,00E+03	2,34E-02
161,8	25	1,43E-01	65,8	1,65E+05	6,75E+04	1,50E+05	1,84E+05	5,00E+03	3,04E-02
177	25	1,00E-01	66,7	1,27E+05	5,01E+04	1,16E+05	2,02E+05	5,00E+03	3,95E-02
194,1	25	8,38E-02	67,3	1,11E+05	4,28E+04	1,02E+05	2,11E+05	5,00E+03	4,50E-02
219,6	25	4,92E-02	68,6	7,41E+04	2,71E+04	6,90E+04	2,39E+05	5,00E+03	6,75E-02
259,4	25	2,89E-02	70,5	4,93E+04	1,65E+04	4,64E+04	2,71E+05	5,00E+03	1,02E-01
323,5	25	1,70E-02	72,0	3,24E+04	1,00E+04	3,08E+04	3,03E+05	5,00E+03	1,54E-01
428,9	25	1,00E-02	73,6	2,10E+04	5,93E+03	2,01E+04	3,33E+05	5,00E+03	2,39E-01

Tableau-A I-38 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 150 min » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,43E+01	59,4	9,11E+05	4,60E+05	7,88E+05	1,01E+04	5,01E+03	5,55E-03
12,9	35	1,20E+01	60,0	8,20E+05	4,11E+05	7,11E+05	1,11E+04	5,01E+03	6,11E-03
19,6	35	1,00E+01	60,7	7,35E+05	3,66E+05	6,44E+05	1,22E+04	5,01E+03	6,88E-03
26,4	35	8,57E+00	61,3	6,66E+05	3,22E+05	5,88E+05	1,22E+04	5,01E+03	7,55E-03
33,3	35	7,14E+00	61,9	5,96E+05	2,88E+05	5,22E+05	1,33E+04	5,01E+03	8,55E-03
40	35	5,99E+00	62,6	5,22E+05	2,44E+05	4,66E+05	1,44E+04	5,01E+03	9,75E-03
46,8	35	5,00E+00	63,2	4,60E+05	2,11E+05	4,11E+05	1,55E+04	5,01E+03	1,11E-02
53,6	35	4,22E+00	63,8	4,11E+05	1,88E+05	3,66E+05	1,66E+04	5,01E+03	1,22E-02
60,6	35	3,56E+00	64,4	3,66E+05	1,55E+05	3,22E+05	1,66E+04	5,01E+03	1,44E-02
67,4	35	2,96E+00	64,9	3,11E+05	1,33E+05	2,99E+05	1,77E+04	5,01E+03	1,66E-02
74,3	35	2,44E+00	65,5	2,88E+05	1,11E+05	2,55E+05	1,88E+04	5,01E+03	1,88E-02
81,4	35	2,04E+00	66,0	2,44E+05	9,99E+04	2,22E+05	1,99E+04	5,01E+03	2,11E-02
88,4	35	1,70E+00	66,5	2,11E+05	8,55E+04	1,99E+05	2,09E+04	5,01E+03	2,44E-02
95,5	35	1,43E+00	66,9	1,90E+05	7,33E+04	1,77E+05	1,77E+04	5,01E+03	2,77E-02
102,8	35	1,20E+00	67,4	1,66E+05	6,33E+04	1,55E+05	2,22E+04	5,01E+03	3,11E-02
109,6	35	1,00E+00	67,9	1,44E+05	5,44E+04	1,33E+05	2,33E+04	5,01E+03	3,55E-02
116,5	35	8,44E-01	68,3	1,22E+05	4,64E+04	1,22E+05	2,44E+04	5,01E+03	4,00E-02
123,3	35	5,99E-01	69,3	9,56E+04	3,44E+04	8,99E+04	2,66E+04	5,01E+03	5,33E-02
130,9	35	4,11E-01	70,1	7,20E+04	2,44E+04	6,88E+04	2,88E+04	5,01E+03	7,00E-02
139,5	35	2,96E-01	71,0	5,44E+04	1,88E+04	5,11E+04	3,00E+04	5,01E+03	9,22E-02
149,6	35	2,04E-01	72,0	4,11E+04	1,33E+04	3,96E+04	3,22E+04	5,01E+03	1,22E-01
161,8	35	1,43E-01	73,0	3,11E+04	8,99E+03	2,99E+04	3,44E+04	5,01E+03	1,66E-01
177	35	1,00E-01	74,1	2,33E+04	6,33E+03	2,22E+04	3,77E+04	5,01E+03	2,22E-01
194,1	35	8,44E-02	74,7	2,04E+04	5,22E+03	1,99E+04	3,88E+04	5,01E+03	2,55E-01
219,6	35	4,92E-02	76,5	1,33E+04	3,00E+03	1,22E+04	4,11E+04	5,01E+03	3,99E-01
259,4	35	2,96E-02	78,6	8,00E+03	1,66E+03	7,99E+03	4,44E+04	5,01E+03	6,22E-01
323,5	35	1,70E-02	80,9	5,00E+03	7,99E+02	5,00E+03	4,77E+04	5,01E+03	1,00E+00
428,9	35	1,00E-02	83,3	3,11E+03	3,66E+02	3,11E+03	4,99E+04	5,01E+03	1,66E+00

Tableau-A I-39 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 150 min » à 45°C et 1500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()	'()
6,1	45	1,4E+01	69,9	3,0E+05	1,0E+05	2,8E+05	3,3E+03	1,5E+03	5,1E-03
12,9	45	1,2E+01	70,0	2,6E+05	8,9E+04	2,4E+05	3,4E+03	1,5E+03	5,8E-03
19,6	45	1,0E+01	70,1	2,3E+05	7,7E+04	2,1E+05	3,6E+03	1,5E+03	6,6E-03
26,4	45	8,6E+00	70,3	2,0E+05	6,9E+04	1,9E+05	3,8E+03	1,5E+03	7,4E-03
33,3	45	7,1E+00	70,5	1,8E+05	5,9E+04	1,7E+05	3,9E+03	1,5E+03	8,5E-03
40	45	5,9E+00	70,8	1,5E+05	5,0E+04	1,4E+05	4,1E+03	1,5E+03	9,8E-03
46,8	45	5,0E+00	71,1	1,3E+05	4,4E+04	1,3E+05	4,3E+03	1,5E+03	1,1E-02
53,6	45	4,2E+00	71,4	1,2E+05	3,7E+04	1,1E+05	4,5E+03	1,5E+03	1,3E-02
60,6	45	3,5E+00	71,7	1,0E+05	3,2E+04	9,6E+04	4,6E+03	1,5E+03	1,5E-02
67,4	45	2,9E+00	72,0	8,8E+04	2,7E+04	8,4E+04	4,8E+03	1,5E+03	1,7E-02
74,3	45	2,4E+00	72,3	7,6E+04	2,3E+04	7,3E+04	5,0E+03	1,5E+03	2,0E-02
81,4	45	2,0E+00	72,8	6,6E+04	2,0E+04	6,3E+04	5,2E+03	1,5E+03	2,3E-02
88,4	45	1,7E+00	73,2	5,7E+04	1,7E+04	5,5E+04	5,4E+03	1,5E+03	2,6E-02
95,5	45	1,4E+00	73,6	5,0E+04	1,4E+04	4,8E+04	5,5E+03	1,5E+03	3,0E-02
102,8	45	1,2E+00	74,0	4,3E+04	1,2E+04	4,1E+04	5,7E+03	1,5E+03	3,5E-02
109,6	45	1,0E+00	74,4	3,7E+04	9,9E+03	3,6E+04	5,9E+03	1,5E+03	4,1E-02
116,5	45	8,4E-01	74,8	3,2E+04	8,4E+03	3,1E+04	6,1E+03	1,5E+03	4,7E-02
123,3	45	5,9E-01	75,8	2,4E+04	5,8E+03	2,3E+04	6,5E+03	1,5E+03	6,3E-02
130,9	45	4,1E-01	76,7	1,8E+04	4,1E+03	1,7E+04	6,8E+03	1,5E+03	8,5E-02
139,5	45	2,9E-01	77,7	1,3E+04	2,8E+03	1,3E+04	7,2E+03	1,5E+03	1,1E-01
149,6	45	2,0E-01	78,8	9,6E+03	1,9E+03	9,4E+03	7,5E+03	1,5E+03	1,6E-01
161,8	45	1,4E-01	79,8	7,0E+03	1,2E+03	6,9E+03	7,8E+03	1,5E+03	2,1E-01
177	45	1,0E-01	80,9	5,1E+03	8,1E+02	5,0E+03	8,1E+03	1,5E+03	2,9E-01
194,1	45	8,4E-02	81,5	4,4E+03	6,4E+02	4,3E+03	8,3E+03	1,5E+03	3,4E-01
219,6	45	4,9E-02	83,2	2,7E+03	3,2E+02	2,7E+03	8,6E+03	1,5E+03	5,6E-01
259,4	45	2,9E-02	84,9	1,6E+03	1,4E+02	1,6E+03	8,9E+03	1,5E+03	9,2E-01
323,5	45	1,7E-02	86,7	9,7E+02	5,7E+01	9,7E+02	9,1E+03	1,5E+03	1,5E+00
428,9	45	1,0E-02	88,0	5,8E+02	2,1E+01	5,8E+02	9,2E+03	1,5E+03	2,6E+00

Tableau-A I-40 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 150 min » à 60°C et 100 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()	'()
6,1	60	1,43E+01	78,6	2,81E+04	5,56E+03	2,75E+04	3,13E+02	3,00E+02	1,09E-02
12,9	60	1,20E+01	78,5	2,43E+04	4,83E+03	2,38E+04	3,22E+02	3,00E+02	1,26E-02
19,6	60	1,00E+01	78,5	2,08E+04	4,14E+03	2,04E+04	3,32E+02	3,00E+02	1,46E-02
26,4	60	8,57E+00	78,6	1,83E+04	3,62E+03	1,80E+04	3,40E+02	3,00E+02	1,66E-02
33,3	60	7,14E+00	78,8	1,57E+04	3,05E+03	1,54E+04	3,50E+02	3,00E+02	1,93E-02
40	60	5,88E+00	79,0	1,33E+04	2,54E+03	1,31E+04	3,60E+02	3,00E+02	2,27E-02
46,8	60	5,00E+00	79,2	1,16E+04	2,17E+03	1,14E+04	3,68E+02	3,00E+02	2,61E-02
53,6	60	4,17E+00	79,5	9,86E+03	1,80E+03	9,69E+03	3,77E+02	3,00E+02	3,06E-02
60,6	60	3,49E+00	79,8	8,46E+03	1,50E+03	8,33E+03	3,86E+02	3,00E+02	3,56E-02
67,4	60	2,91E+00	80,1	7,21E+03	1,24E+03	7,10E+03	3,94E+02	3,00E+02	4,17E-02
74,3	60	2,44E+00	80,4	6,17E+03	1,03E+03	6,08E+03	4,02E+02	3,00E+02	4,88E-02
81,4	60	2,04E+00	80,8	5,27E+03	8,42E+02	5,20E+03	4,11E+02	3,00E+02	5,70E-02
88,4	60	1,70E+00	81,2	4,49E+03	6,87E+02	4,44E+03	4,19E+02	3,00E+02	6,70E-02
95,5	60	1,43E+00	81,6	3,83E+03	5,62E+02	3,79E+03	4,26E+02	3,00E+02	7,85E-02
102,8	60	1,20E+00	81,9	3,26E+03	4,58E+02	3,23E+03	4,35E+02	3,00E+02	9,20E-02
109,6	60	1,00E+00	82,4	2,78E+03	3,68E+02	2,75E+03	4,42E+02	3,00E+02	1,08E-01
116,5	60	8,38E-01	82,7	2,37E+03	2,99E+02	2,35E+03	4,50E+02	3,00E+02	1,27E-01
123,3	60	5,88E-01	83,5	1,71E+03	1,91E+02	1,69E+03	4,61E+02	3,00E+02	1,76E-01
130,9	60	4,13E-01	84,4	1,23E+03	1,20E+02	1,22E+03	4,73E+02	3,00E+02	2,45E-01
139,5	60	2,90E-01	85,2	8,78E+02	7,33E+01	8,75E+02	4,83E+02	3,00E+02	3,42E-01
149,6	60	2,03E-01	86,0	6,26E+02	4,37E+01	6,24E+02	4,90E+02	3,00E+02	4,79E-01
161,8	60	1,43E-01	86,8	4,45E+02	2,52E+01	4,44E+02	4,97E+02	3,00E+02	6,74E-01
177	60	1,00E-01	87,4	3,15E+02	1,41E+01	3,15E+02	5,02E+02	3,00E+02	9,52E-01
194,1	60	8,38E-02	87,7	2,65E+02	1,05E+01	2,65E+02	5,04E+02	3,00E+02	1,13E+00
219,6	60	4,92E-02	88,6	1,57E+02	3,84E+00	1,57E+02	5,07E+02	3,00E+02	1,91E+00
259,4	60	2,89E-02	89,1	9,25E+01	1,35E+00	9,25E+01	5,09E+02	3,00E+02	3,24E+00
323,5	60	1,70E-02	89,5	5,44E+01	4,70E-01	5,44E+01	5,09E+02	3,00E+02	5,52E+00
428,9	60	1,00E-02	89,7	3,20E+01	1,84E-01	3,20E+01	5,09E+02	3,00E+02	9,38E+00

Tableau-A I-41 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 300min » à 25°C et 10000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	49,1	8,15E+06	5,33E+06	6,16E+06	9,08E+04	1,00E+04	1,29E-03
12,9	25	1,20E+01	49,0	7,45E+06	4,88E+06	5,63E+06	9,88E+04	1,00E+04	1,40E-03
19,6	25	1,00E+01	49,1	6,81E+06	4,46E+06	5,15E+06	1,08E+05	1,00E+04	1,51E-03
26,4	25	8,57E+00	49,2	6,29E+06	4,11E+06	4,76E+06	1,17E+05	1,00E+04	1,63E-03
33,3	25	7,14E+00	49,3	5,71E+06	3,72E+06	4,34E+06	1,27E+05	1,00E+04	1,78E-03
40	25	5,88E+00	49,6	5,15E+06	3,34E+06	3,92E+06	1,39E+05	1,00E+04	1,97E-03
46,8	25	5,00E+00	49,8	4,72E+06	3,05E+06	3,60E+06	1,50E+05	1,00E+04	2,15E-03
53,6	25	4,17E+00	50,0	4,27E+06	2,74E+06	3,27E+06	1,63E+05	1,00E+04	2,36E-03
60,6	25	3,49E+00	50,3	3,87E+06	2,47E+06	2,98E+06	1,77E+05	1,00E+04	2,60E-03
67,4	25	2,91E+00	50,5	3,51E+06	2,23E+06	2,70E+06	1,92E+05	1,00E+04	2,87E-03
74,3	25	2,44E+00	50,8	3,17E+06	2,00E+06	2,46E+06	2,07E+05	1,00E+04	3,17E-03
81,4	25	2,04E+00	51,1	2,87E+06	1,80E+06	2,23E+06	2,24E+05	1,00E+04	3,50E-03
88,4	25	1,70E+00	51,3	2,59E+06	1,62E+06	2,02E+06	2,42E+05	1,00E+04	3,87E-03
95,5	25	1,43E+00	51,7	2,35E+06	1,45E+06	1,84E+06	2,61E+05	1,00E+04	4,27E-03
102,8	25	1,20E+00	52,0	2,11E+06	1,30E+06	1,66E+06	2,81E+05	1,00E+04	4,74E-03
109,6	25	1,00E+00	52,1	1,91E+06	1,17E+06	1,51E+06	3,03E+05	1,00E+04	5,25E-03
116,5	25	8,38E-01	52,6	1,72E+06	1,04E+06	1,37E+06	3,26E+05	1,00E+04	5,82E-03
123,3	25	5,88E-01	53,2	1,39E+06	8,34E+05	1,12E+06	3,77E+05	1,00E+04	7,18E-03
130,9	25	4,13E-01	53,8	1,13E+06	6,67E+05	9,14E+05	4,36E+05	1,00E+04	8,84E-03
139,5	25	2,90E-01	54,4	9,14E+05	5,32E+05	7,43E+05	5,02E+05	1,00E+04	1,09E-02
149,6	25	2,03E-01	55,0	7,37E+05	4,23E+05	6,04E+05	5,77E+05	1,00E+04	1,36E-02
161,8	25	1,43E-01	55,8	5,92E+05	3,33E+05	4,89E+05	6,61E+05	1,00E+04	1,69E-02
177	25	1,00E-01	56,2	4,76E+05	2,65E+05	3,95E+05	7,57E+05	1,00E+04	2,10E-02
194,1	25	8,38E-02	56,6	4,26E+05	2,35E+05	3,56E+05	8,10E+05	1,00E+04	2,35E-02
219,6	25	4,92E-02	57,6	3,06E+05	1,64E+05	2,59E+05	9,90E+05	1,00E+04	3,27E-02
259,4	25	2,89E-02	58,4	2,20E+05	1,15E+05	1,87E+05	1,21E+06	1,00E+04	4,55E-02
323,5	25	1,70E-02	59,5	1,54E+05	7,82E+04	1,33E+05	1,44E+06	1,00E+04	6,48E-02
428,9	25	1,00E-02	61,2	1,08E+05	5,20E+04	9,45E+04	1,72E+06	1,00E+04	9,27E-02

Tableau-A I-42 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 300 min » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,4E+01	42,6	2,1E+06	1,5E+06	1,4E+06	2,3E+04	5,0E+03	3,1E-03
12,9	35	1,2E+01	42,6	1,9E+06	1,4E+06	1,3E+06	2,6E+04	5,0E+03	3,1E-03
19,6	35	1,0E+01	42,5	1,8E+06	1,3E+06	1,2E+06	2,8E+04	5,0E+03	3,2E-03
26,4	35	8,6E+00	42,5	1,7E+06	1,2E+06	1,1E+06	3,1E+04	5,0E+03	3,3E-03
33,3	35	7,1E+00	42,4	1,5E+06	1,1E+06	1,0E+06	3,4E+04	5,0E+03	3,5E-03
40	35	5,9E+00	42,4	1,4E+06	1,1E+06	9,6E+05	3,8E+04	5,0E+03	3,7E-03
46,8	35	5,0E+00	42,3	1,3E+06	9,8E+05	8,9E+05	4,2E+04	5,0E+03	4,0E-03
53,6	35	4,2E+00	42,3	1,2E+06	9,0E+05	8,2E+05	4,6E+04	5,0E+03	4,3E-03
60,6	35	3,5E+00	42,3	1,1E+06	8,3E+05	7,5E+05	5,1E+04	5,0E+03	4,6E-03
67,4	35	2,9E+00	42,4	1,0E+06	7,6E+05	6,9E+05	5,6E+04	5,0E+03	5,0E-03
74,3	35	2,4E+00	42,5	9,5E+05	7,0E+05	6,4E+05	6,2E+04	5,0E+03	5,4E-03
81,4	35	2,0E+00	42,5	8,7E+05	6,4E+05	5,9E+05	6,8E+04	5,0E+03	5,8E-03
88,4	35	1,7E+00	42,7	8,0E+05	5,9E+05	5,4E+05	7,5E+04	5,0E+03	6,3E-03
95,5	35	1,4E+00	42,8	7,4E+05	5,4E+05	5,0E+05	8,2E+04	5,0E+03	6,8E-03
102,8	35	1,2E+00	42,9	6,8E+05	5,0E+05	4,6E+05	9,0E+04	5,0E+03	7,4E-03
109,6	35	1,0E+00	43,1	6,2E+05	4,5E+05	4,2E+05	9,9E+04	5,0E+03	8,1E-03
116,5	35	8,4E-01	43,3	5,7E+05	4,2E+05	3,9E+05	1,1E+05	5,0E+03	8,8E-03
123,3	35	5,9E-01	43,6	4,8E+05	3,5E+05	3,3E+05	1,3E+05	5,0E+03	1,0E-02
130,9	35	4,1E-01	44,0	4,1E+05	2,9E+05	2,8E+05	1,6E+05	5,0E+03	1,2E-02
139,5	35	2,9E-01	44,5	3,4E+05	2,4E+05	2,4E+05	1,9E+05	5,0E+03	1,5E-02
149,6	35	2,0E-01	45,0	2,9E+05	2,0E+05	2,0E+05	2,2E+05	5,0E+03	1,7E-02
161,8	35	1,4E-01	45,5	2,4E+05	1,7E+05	1,7E+05	2,7E+05	5,0E+03	2,1E-02
177	35	1,0E-01	46,2	2,0E+05	1,4E+05	1,5E+05	3,2E+05	5,0E+03	2,5E-02
194,1	35	8,4E-02	46,5	1,8E+05	1,3E+05	1,3E+05	3,5E+05	5,0E+03	2,7E-02
219,6	35	4,9E-02	47,3	1,4E+05	9,5E+04	1,0E+05	4,5E+05	5,0E+03	3,6E-02
259,4	35	2,9E-02	48,9	1,1E+05	7,0E+04	8,0E+04	5,9E+05	5,0E+03	4,7E-02
323,5	35	1,7E-02	50,0	8,0E+04	5,2E+04	6,2E+04	7,5E+05	5,0E+03	6,2E-02
428,9	35	1,0E-02	51,4	5,9E+04	3,7E+04	4,6E+04	9,5E+05	5,0E+03	8,4E-02

Tableau-A I-43 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 300 min » à 45°C et 2500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	60,8	6,2E+05	3,0E+05	5,4E+05	6,9E+03	2,5E+03	3,8E-03
12,9	45	1,2E+01	61,0	5,6E+05	2,7E+05	4,9E+05	7,4E+03	2,5E+03	4,7E-03
19,6	45	1,0E+01	61,5	5,0E+05	2,4E+05	4,4E+05	8,0E+03	2,5E+03	5,6E-03
26,4	45	8,6E+00	62,2	4,6E+05	2,2E+05	4,1E+05	8,6E+03	2,5E+03	6,1E-03
33,3	45	7,1E+00	62,2	4,1E+05	1,9E+05	3,6E+05	9,1E+03	2,5E+03	6,9E-03
40	45	5,9E+00	62,3	3,6E+05	1,7E+05	3,2E+05	9,8E+03	2,5E+03	7,7E-03
46,8	45	5,0E+00	62,5	3,3E+05	1,5E+05	2,9E+05	1,0E+04	2,5E+03	8,4E-03
53,6	45	4,2E+00	62,5	2,9E+05	1,3E+05	2,6E+05	1,1E+04	2,5E+03	9,4E-03
60,6	45	3,5E+00	62,6	2,6E+05	1,2E+05	2,3E+05	1,2E+04	2,5E+03	1,0E-02
67,4	45	2,9E+00	62,7	2,3E+05	1,0E+05	2,0E+05	1,2E+04	2,5E+03	1,2E-02
74,3	45	2,4E+00	62,8	2,0E+05	9,1E+04	1,8E+05	1,3E+04	2,5E+03	1,3E-02
81,4	45	2,0E+00	63,0	1,8E+05	8,0E+04	1,6E+05	1,4E+04	2,5E+03	1,5E-02
88,4	45	1,7E+00	63,2	1,6E+05	7,0E+04	1,4E+05	1,5E+04	2,5E+03	1,7E-02
95,5	45	1,4E+00	63,4	1,4E+05	6,2E+04	1,2E+05	1,5E+04	2,5E+03	1,9E-02
102,8	45	1,2E+00	63,7	1,2E+05	5,4E+04	1,1E+05	1,6E+04	2,5E+03	2,1E-02
109,6	45	1,0E+00	64,0	1,1E+05	4,7E+04	9,6E+04	1,7E+04	2,5E+03	2,4E-02
116,5	45	8,4E-01	64,2	9,5E+04	4,1E+04	8,5E+04	1,8E+04	2,5E+03	2,7E-02
123,3	45	5,9E-01	64,8	7,4E+04	3,1E+04	6,7E+04	2,0E+04	2,5E+03	3,4E-02
130,9	45	4,1E-01	65,5	5,7E+04	2,4E+04	5,2E+04	2,2E+04	2,5E+03	4,4E-02
139,5	45	2,9E-01	66,4	4,4E+04	1,8E+04	4,0E+04	2,4E+04	2,5E+03	5,7E-02
149,6	45	2,0E-01	67,2	3,4E+04	1,3E+04	3,1E+04	2,6E+04	2,5E+03	7,4E-02
161,8	45	1,4E-01	68,2	2,6E+04	9,6E+03	2,4E+04	2,9E+04	2,5E+03	9,7E-02
177	45	1,0E-01	69,3	2,0E+04	7,0E+03	1,8E+04	3,1E+04	2,5E+03	1,3E-01
194,1	45	8,4E-02	69,8	1,7E+04	6,0E+03	1,6E+04	3,3E+04	2,5E+03	1,4E-01
219,6	45	4,9E-02	71,6	1,1E+04	3,6E+03	1,1E+04	3,7E+04	2,5E+03	2,2E-01
259,4	45	2,9E-02	73,8	7,4E+03	2,1E+03	7,1E+03	4,1E+04	2,5E+03	3,4E-01
323,5	45	1,7E-02	76,1	4,8E+03	1,1E+03	4,6E+03	4,5E+04	2,5E+03	5,2E-01
428,9	45	1,0E-02	78,7	3,0E+03	5,9E+02	3,0E+03	4,8E+04	2,5E+03	8,3E-01

Tableau-A I-44 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B RTFO 300 min » à 60°C et 300 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	54,7	7,42E+04	4,29E+04	6,04E+04	8,27E+02	3,00E+02	4,72E-04
12,9	60	1,20E+01	62,8	7,40E+04	3,39E+04	6,53E+04	9,82E+02	3,00E+02	6,70E-04
19,6	60	1,00E+01	67,7	6,95E+04	2,63E+04	6,40E+04	1,11E+03	3,00E+02	9,63E-04
26,4	60	8,57E+00	67,9	6,46E+04	2,43E+04	5,99E+04	1,20E+03	3,00E+02	1,32E-03
33,3	60	7,14E+00	67,3	5,87E+04	2,27E+04	5,41E+04	1,31E+03	3,00E+02	1,92E-03
40	60	5,88E+00	68,7	5,18E+04	1,88E+04	4,83E+04	1,40E+03	3,00E+02	2,80E-03
46,8	60	5,00E+00	69,3	4,65E+04	1,64E+04	4,35E+04	1,48E+03	3,00E+02	3,78E-03
53,6	60	4,17E+00	70,2	4,10E+04	1,39E+04	3,86E+04	1,57E+03	3,00E+02	5,15E-03
60,6	60	3,49E+00	70,8	3,63E+04	1,19E+04	3,42E+04	1,65E+03	3,00E+02	6,74E-03
67,4	60	2,91E+00	71,4	3,19E+04	1,02E+04	3,02E+04	1,74E+03	3,00E+02	8,54E-03
74,3	60	2,44E+00	71,5	2,78E+04	8,82E+03	2,64E+04	1,82E+03	3,00E+02	1,05E-02
81,4	60	2,04E+00	71,5	2,41E+04	7,67E+03	2,29E+04	1,88E+03	3,00E+02	1,27E-02
88,4	60	1,70E+00	71,4	2,08E+04	6,62E+03	1,97E+04	1,94E+03	3,00E+02	1,50E-02
95,5	60	1,43E+00	71,8	1,80E+04	5,64E+03	1,71E+04	2,01E+03	3,00E+02	1,75E-02
102,8	60	1,20E+00	72,3	1,56E+04	4,77E+03	1,49E+04	2,08E+03	3,00E+02	2,01E-02
109,6	60	1,00E+00	72,7	1,36E+04	4,04E+03	1,30E+04	2,16E+03	3,00E+02	2,31E-02
116,5	60	8,38E-01	73,2	1,18E+04	3,41E+03	1,13E+04	2,25E+03	3,00E+02	2,64E-02
123,3	60	5,88E-01	74,3	8,86E+03	2,40E+03	8,53E+03	2,40E+03	3,00E+02	3,48E-02
130,9	60	4,13E-01	75,4	6,64E+03	1,68E+03	6,42E+03	2,56E+03	3,00E+02	4,60E-02
139,5	60	2,90E-01	76,5	4,94E+03	1,16E+03	4,80E+03	2,71E+03	3,00E+02	6,15E-02
149,6	60	2,03E-01	77,6	3,64E+03	7,82E+02	3,56E+03	2,85E+03	3,00E+02	8,30E-02
161,8	60	1,43E-01	78,7	2,67E+03	5,22E+02	2,62E+03	2,98E+03	3,00E+02	1,13E-01
177	60	1,00E-01	79,9	1,96E+03	3,45E+02	1,93E+03	3,11E+03	3,00E+02	1,54E-01
194,1	60	8,38E-02	80,4	1,67E+03	2,79E+02	1,65E+03	3,18E+03	3,00E+02	1,80E-01
219,6	60	4,92E-02	82,1	1,04E+03	1,43E+02	1,03E+03	3,35E+03	3,00E+02	2,90E-01
259,4	60	2,89E-02	83,8	6,33E+02	6,88E+01	6,29E+02	3,48E+03	3,00E+02	4,74E-01
323,5	60	1,70E-02	85,4	3,83E+02	3,04E+01	3,82E+02	3,58E+03	3,00E+02	7,84E-01
428,9	60	1,00E-02	86,9	2,29E+02	1,25E+01	2,29E+02	3,65E+03	3,00E+02	1,31E+00

Tableau-A I-45 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 20 heures » à 25°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	51,7	6,48E+06	4,02E+06	5,08E+06	7,22E+04	5,00E+03	8,22E-04
12,9	25	1,20E+01	51,7	5,92E+06	3,67E+06	4,65E+06	7,85E+04	5,00E+03	8,87E-04
19,6	25	1,00E+01	51,8	5,37E+06	3,32E+06	4,22E+06	8,55E+04	5,00E+03	9,67E-04
26,4	25	8,57E+00	51,9	4,95E+06	3,05E+06	3,90E+06	9,19E+04	5,00E+03	1,04E-03
33,3	25	7,14E+00	52,1	4,48E+06	2,75E+06	3,53E+06	9,98E+04	5,00E+03	1,14E-03
40	25	5,88E+00	52,3	4,03E+06	2,46E+06	3,19E+06	1,09E+05	5,00E+03	1,26E-03
46,8	25	5,00E+00	52,5	3,67E+06	2,23E+06	2,91E+06	1,17E+05	5,00E+03	1,38E-03
53,6	25	4,17E+00	52,8	3,31E+06	2,00E+06	2,63E+06	1,26E+05	5,00E+03	1,53E-03
60,6	25	3,49E+00	53,1	2,99E+06	1,79E+06	2,39E+06	1,36E+05	5,00E+03	1,69E-03
67,4	25	2,91E+00	53,4	2,69E+06	1,60E+06	2,16E+06	1,47E+05	5,00E+03	1,87E-03
74,3	25	2,44E+00	53,7	2,42E+06	1,43E+06	1,95E+06	1,58E+05	5,00E+03	2,08E-03
81,4	25	2,04E+00	54,1	2,18E+06	1,28E+06	1,76E+06	1,70E+05	5,00E+03	2,30E-03
88,4	25	1,70E+00	54,4	1,95E+06	1,14E+06	1,59E+06	1,82E+05	5,00E+03	2,57E-03
95,5	25	1,43E+00	54,8	1,76E+06	1,01E+06	1,44E+06	1,96E+05	5,00E+03	2,85E-03
102,8	25	1,20E+00	55,1	1,58E+06	9,02E+05	1,29E+06	2,10E+05	5,00E+03	3,18E-03
109,6	25	1,00E+00	55,5	1,41E+06	8,01E+05	1,16E+06	2,25E+05	5,00E+03	3,54E-03
116,5	25	8,38E-01	55,9	1,27E+06	7,11E+05	1,05E+06	2,41E+05	5,00E+03	3,95E-03
123,3	25	5,88E-01	56,6	1,02E+06	5,59E+05	8,48E+05	2,75E+05	5,00E+03	4,92E-03
130,9	25	4,13E-01	57,3	8,12E+05	4,39E+05	6,84E+05	3,13E+05	5,00E+03	6,16E-03
139,5	25	2,90E-01	58,0	6,47E+05	3,43E+05	5,49E+05	3,56E+05	5,00E+03	7,73E-03
149,6	25	2,03E-01	58,7	5,15E+05	2,68E+05	4,40E+05	4,04E+05	5,00E+03	9,70E-03
161,8	25	1,43E-01	59,5	4,09E+05	2,07E+05	3,52E+05	4,56E+05	5,00E+03	1,22E-02
177	25	1,00E-01	60,1	3,23E+05	1,61E+05	2,80E+05	5,14E+05	5,00E+03	1,55E-02
194,1	25	8,38E-02	60,6	2,87E+05	1,41E+05	2,50E+05	5,46E+05	5,00E+03	1,74E-02
219,6	25	4,92E-02	61,8	2,00E+05	9,47E+04	1,76E+05	6,47E+05	5,00E+03	2,50E-02
259,4	25	2,89E-02	62,9	1,40E+05	6,38E+04	1,25E+05	7,71E+05	5,00E+03	3,57E-02
323,5	25	1,70E-02	64,1	9,57E+04	4,18E+04	8,61E+04	8,95E+05	5,00E+03	5,22E-02
428,9	25	1,00E-02	65,8	6,49E+04	2,66E+04	5,92E+04	1,03E+06	5,00E+03	7,70E-02

Tableau-A I-46 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 20 heures » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,43E+01	59,5	1,7E+06	8,4E+05	1,4E+06	1,8E+04	5,0E+03	3,5E-03
12,9	35	1,20E+01	60,0	1,5E+06	7,6E+05	1,3E+06	2,0E+04	5,0E+03	3,7E-03
19,6	35	1,00E+01	60,0	1,4E+06	6,8E+05	1,2E+06	2,1E+04	5,0E+03	4,1E-03
26,4	35	8,6E+00	60,1	1,2E+06	6,1E+05	1,1E+06	2,3E+04	5,0E+03	4,5E-03
33,3	35	7,1E+00	60,2	1,1E+06	5,4E+05	9,5E+05	2,4E+04	5,0E+03	4,9E-03
40	35	5,9E+00	60,4	9,7E+05	4,8E+05	8,4E+05	2,6E+04	5,0E+03	5,4E-03
46,8	35	5,0E+00	60,6	8,7E+05	4,3E+05	7,6E+05	2,8E+04	5,0E+03	6,0E-03
53,6	35	4,2E+00	60,7	7,7E+05	3,8E+05	6,7E+05	2,9E+04	5,0E+03	6,7E-03
60,6	35	3,5E+00	60,9	6,9E+05	3,3E+05	6,0E+05	3,1E+04	5,0E+03	7,5E-03
67,4	35	2,9E+00	61,2	6,1E+05	2,9E+05	5,3E+05	3,3E+04	5,0E+03	8,4E-03
74,3	35	2,4E+00	61,4	5,4E+05	2,6E+05	4,7E+05	3,5E+04	5,0E+03	9,4E-03
81,4	35	2,0E+00	61,6	4,8E+05	2,3E+05	4,2E+05	3,7E+04	5,0E+03	1,1E-02
88,4	35	1,7E+00	61,9	4,2E+05	2,0E+05	3,7E+05	4,0E+04	5,0E+03	1,2E-02
95,5	35	1,4E+00	62,2	3,8E+05	1,8E+05	3,3E+05	4,2E+04	5,0E+03	1,3E-02
102,8	35	1,2E+00	62,5	3,3E+05	1,5E+05	2,9E+05	4,4E+04	5,0E+03	1,5E-02
109,6	35	1,0E+00	62,7	2,9E+05	1,3E+05	2,6E+05	4,7E+04	5,0E+03	1,7E-02
116,5	35	8,4E-01	63,1	2,6E+05	1,2E+05	2,3E+05	4,9E+04	5,0E+03	1,9E-02
123,3	35	5,9E-01	63,7	2,0E+05	8,9E+04	1,8E+05	5,4E+04	5,0E+03	2,5E-02
130,9	35	4,1E-01	64,4	1,6E+05	6,8E+04	1,4E+05	6,0E+04	5,0E+03	3,2E-02
139,5	35	2,9E-01	65,1	1,2E+05	5,1E+04	1,1E+05	6,7E+04	5,0E+03	4,1E-02
149,6	35	2,0E-01	65,8	9,4E+04	3,9E+04	8,6E+04	7,4E+04	5,0E+03	5,3E-02
161,8	35	1,4E-01	66,6	7,3E+04	2,9E+04	6,7E+04	8,1E+04	5,0E+03	6,9E-02
177	35	1,0E-01	67,5	5,6E+04	2,1E+04	5,2E+04	8,9E+04	5,0E+03	8,9E-02
194,1	35	8,4E-02	68,1	4,9E+04	1,8E+04	4,5E+04	9,3E+04	5,0E+03	1,0E-01
219,6	35	4,9E-02	69,5	3,3E+04	1,1E+04	3,1E+04	1,1E+05	5,0E+03	1,5E-01
259,4	35	2,9E-02	71,4	2,2E+04	6,9E+03	2,1E+04	1,2E+05	5,0E+03	2,3E-01
323,5	35	1,7E-02	73,5	1,4E+04	4,0E+03	1,4E+04	1,3E+05	5,0E+03	3,5E-01
428,9	35	1,0E-02	75,8	9,1E+03	2,2E+03	8,8E+03	1,5E+05	5,0E+03	5,5E-01

Tableau-A I-47 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 20 heures » à 45°C et 2500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	63,0	3,8E+05	1,7E+05	3,4E+05	4,3E+03	2,5E+03	4,1E-03
12,9	45	1,2E+01	64,7	3,5E+05	1,5E+05	3,2E+05	4,6E+03	2,5E+03	5,5E-03
19,6	45	1,0E+01	66,5	3,2E+05	1,3E+05	2,9E+05	5,0E+03	2,5E+03	7,0E-03
26,4	45	8,6E+00	66,1	2,9E+05	1,2E+05	2,6E+05	5,3E+03	2,5E+03	8,6E-03
33,3	45	7,1E+00	65,9	2,5E+05	1,0E+05	2,3E+05	5,6E+03	2,5E+03	1,0E-02
40	45	5,9E+00	66,1	2,2E+05	8,9E+04	2,0E+05	5,9E+03	2,5E+03	1,2E-02
46,8	45	5,0E+00	66,3	1,9E+05	7,8E+04	1,8E+05	6,2E+03	2,5E+03	1,4E-02
53,6	45	4,2E+00	66,5	1,7E+05	6,8E+04	1,6E+05	6,5E+03	2,5E+03	1,6E-02
60,6	45	3,5E+00	66,8	1,5E+05	5,9E+04	1,4E+05	6,9E+03	2,5E+03	1,8E-02
67,4	45	2,9E+00	67,1	1,3E+05	5,1E+04	1,2E+05	7,2E+03	2,5E+03	2,0E-02
74,3	45	2,4E+00	67,3	1,2E+05	4,5E+04	1,1E+05	7,6E+03	2,5E+03	2,3E-02
81,4	45	2,0E+00	67,7	1,0E+05	3,9E+04	9,4E+04	7,9E+03	2,5E+03	2,6E-02
88,4	45	1,7E+00	68,0	8,9E+04	3,3E+04	8,3E+04	8,3E+03	2,5E+03	2,9E-02
95,5	45	1,4E+00	68,3	7,8E+04	2,9E+04	7,3E+04	8,7E+03	2,5E+03	3,3E-02
102,8	45	1,2E+00	68,7	6,8E+04	2,5E+04	6,4E+04	9,1E+03	2,5E+03	3,7E-02
109,6	45	1,0E+00	69,0	6,0E+04	2,1E+04	5,6E+04	9,5E+03	2,5E+03	4,3E-02
116,5	45	8,4E-01	69,4	5,2E+04	1,8E+04	4,9E+04	9,9E+03	2,5E+03	4,9E-02
123,3	45	5,9E-01	70,2	4,0E+04	1,4E+04	3,8E+04	1,1E+04	2,5E+03	6,3E-02
130,9	45	4,1E-01	71,1	3,0E+04	9,8E+03	2,9E+04	1,2E+04	2,5E+03	8,3E-02
139,5	45	2,9E-01	72,1	2,3E+04	7,0E+03	2,2E+04	1,3E+04	2,5E+03	1,1E-01
149,6	45	2,0E-01	73,1	1,7E+04	5,0E+03	1,7E+04	1,4E+04	2,5E+03	1,5E-01
161,8	45	1,4E-01	74,3	1,3E+04	3,5E+03	1,2E+04	1,4E+04	2,5E+03	1,9E-01
177	45	1,0E-01	75,5	9,6E+03	2,4E+03	9,3E+03	1,5E+04	2,5E+03	2,6E-01
194,1	45	8,4E-02	76,1	8,3E+03	2,0E+03	8,0E+03	1,6E+04	2,5E+03	3,0E-01
219,6	45	4,9E-02	78,1	5,3E+03	1,1E+03	5,2E+03	1,7E+04	2,5E+03	4,7E-01
259,4	45	2,9E-02	80,3	3,3E+03	5,5E+02	3,2E+03	1,8E+04	2,5E+03	7,6E-01
323,5	45	1,7E-02	82,6	2,0E+03	2,6E+02	2,0E+03	1,9E+04	2,5E+03	1,2E+00
428,9	45	1,0E-02	84,9	1,2E+03	1,1E+02	1,2E+03	1,9E+04	2,5E+03	2,0E+00

Tableau-A I-48 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 20 heures » à 60°C et 300 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	37,3	3,59E+04	2,92E+04	1,98E+04	4,00E+02	3,00E+02	4,64E-04
12,9	60	1,20E+01	47,1	3,93E+04	2,69E+04	2,82E+04	5,21E+02	3,00E+02	6,65E-04
19,6	60	1,00E+01	63,6	3,54E+04	1,58E+04	3,14E+04	5,64E+02	3,00E+02	9,46E-04
26,4	60	8,57E+00	64,3	3,44E+04	1,49E+04	3,09E+04	6,39E+02	3,00E+02	1,30E-03
33,3	60	7,14E+00	69,3	3,14E+04	1,11E+04	2,94E+04	7,01E+02	3,00E+02	1,87E-03
40	60	5,88E+00	69,5	2,82E+04	9,87E+03	2,64E+04	7,63E+02	3,00E+02	2,78E-03
46,8	60	5,00E+00	72,7	2,53E+04	7,53E+03	2,42E+04	8,06E+02	3,00E+02	3,79E-03
53,6	60	4,17E+00	74,9	2,24E+04	5,82E+03	2,16E+04	8,54E+02	3,00E+02	5,36E-03
60,6	60	3,49E+00	74,4	1,96E+04	5,25E+03	1,89E+04	8,93E+02	3,00E+02	7,54E-03
67,4	60	2,91E+00	74,6	1,71E+04	4,53E+03	1,65E+04	9,33E+02	3,00E+02	1,04E-02
74,3	60	2,44E+00	73,8	1,47E+04	4,10E+03	1,41E+04	9,60E+02	3,00E+02	1,43E-02
81,4	60	2,04E+00	74,6	1,27E+04	3,38E+03	1,23E+04	9,92E+02	3,00E+02	1,86E-02
88,4	60	1,70E+00	75,3	1,10E+04	2,79E+03	1,06E+04	1,03E+03	3,00E+02	2,37E-02
95,5	60	1,43E+00	75,9	9,54E+03	2,32E+03	9,25E+03	1,06E+03	3,00E+02	2,92E-02
102,8	60	1,20E+00	76,6	8,28E+03	1,91E+03	8,06E+03	1,10E+03	3,00E+02	3,51E-02
109,6	60	1,00E+00	77,1	7,10E+03	1,58E+03	6,92E+03	1,13E+03	3,00E+02	4,20E-02
116,5	60	8,38E-01	77,6	6,10E+03	1,32E+03	5,95E+03	1,16E+03	3,00E+02	4,97E-02
123,3	60	5,88E-01	78,5	4,48E+03	8,93E+02	4,39E+03	1,21E+03	3,00E+02	6,82E-02
130,9	60	4,13E-01	79,5	3,29E+03	5,98E+02	3,23E+03	1,27E+03	3,00E+02	9,27E-02
139,5	60	2,90E-01	80,5	2,39E+03	3,95E+02	2,36E+03	1,32E+03	3,00E+02	1,27E-01
149,6	60	2,03E-01	81,5	1,74E+03	2,56E+02	1,72E+03	1,36E+03	3,00E+02	1,74E-01
161,8	60	1,43E-01	82,6	1,26E+03	1,64E+02	1,25E+03	1,41E+03	3,00E+02	2,39E-01
177	60	1,00E-01	83,6	9,10E+02	1,02E+02	9,04E+02	1,45E+03	3,00E+02	3,31E-01
194,1	60	8,38E-02	84,1	7,73E+02	7,96E+01	7,69E+02	1,47E+03	3,00E+02	3,89E-01
219,6	60	4,92E-02	85,5	4,66E+02	3,65E+01	4,64E+02	1,50E+03	3,00E+02	6,45E-01
259,4	60	2,89E-02	86,9	2,80E+02	1,53E+01	2,80E+02	1,54E+03	3,00E+02	1,07E+00
323,5	60	1,70E-02	88,1	1,66E+02	5,39E+00	1,66E+02	1,55E+03	3,00E+02	1,81E+00
428,9	60	1,00E-02	88,8	9,79E+01	2,12E+00	9,79E+01	1,56E+03	3,00E+02	3,07E+00

Tableau-A I-49 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 30heures » à 25°C et 10000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	47,1	8,83E+06	6,01E+06	6,47E+06	9,84E+04	1,00E+04	3,64E-03
12,9	25	1,20E+01	47,1	8,20E+06	5,58E+06	6,00E+06	1,09E+05	1,00E+04	3,87E-03
19,6	25	1,00E+01	47,1	7,52E+06	5,12E+06	5,50E+06	1,20E+05	1,00E+04	4,18E-03
26,4	25	8,57E+00	47,1	6,94E+06	4,72E+06	5,09E+06	1,29E+05	1,00E+04	4,51E-03
33,3	25	7,14E+00	47,3	6,34E+06	4,30E+06	4,66E+06	1,41E+05	1,00E+04	4,90E-03
40	25	5,88E+00	47,5	5,77E+06	3,90E+06	4,25E+06	1,56E+05	1,00E+04	5,37E-03
46,8	25	5,00E+00	47,7	5,31E+06	3,58E+06	3,93E+06	1,69E+05	1,00E+04	5,80E-03
53,6	25	4,17E+00	47,9	4,84E+06	3,24E+06	3,60E+06	1,85E+05	1,00E+04	6,35E-03
60,6	25	3,49E+00	48,2	4,41E+06	2,94E+06	3,29E+06	2,01E+05	1,00E+04	6,96E-03
67,4	25	2,91E+00	48,5	4,02E+06	2,66E+06	3,01E+06	2,19E+05	1,00E+04	7,64E-03
74,3	25	2,44E+00	48,9	3,65E+06	2,40E+06	2,75E+06	2,38E+05	1,00E+04	8,40E-03
81,4	25	2,04E+00	49,1	3,31E+06	2,17E+06	2,50E+06	2,58E+05	1,00E+04	9,24E-03
88,4	25	1,70E+00	49,4	3,00E+06	1,95E+06	2,28E+06	2,80E+05	1,00E+04	1,02E-02
95,5	25	1,43E+00	49,8	2,72E+06	1,76E+06	2,08E+06	3,04E+05	1,00E+04	1,12E-02
102,8	25	1,20E+00	50,2	2,47E+06	1,58E+06	1,90E+06	3,29E+05	1,00E+04	1,24E-02
109,6	25	1,00E+00	50,5	2,23E+06	1,42E+06	1,72E+06	3,56E+05	1,00E+04	1,37E-02
116,5	25	8,38E-01	50,9	2,02E+06	1,28E+06	1,57E+06	3,84E+05	1,00E+04	1,51E-02
123,3	25	5,88E-01	51,6	1,66E+06	1,03E+06	1,30E+06	4,48E+05	1,00E+04	1,84E-02
130,9	25	4,13E-01	52,4	1,35E+06	8,24E+05	1,07E+06	5,21E+05	1,00E+04	2,26E-02
139,5	25	2,90E-01	53,2	1,10E+06	6,57E+05	8,79E+05	6,03E+05	1,00E+04	2,78E-02
149,6	25	2,03E-01	53,9	8,88E+05	5,23E+05	7,18E+05	6,96E+05	1,00E+04	3,44E-02
161,8	25	1,43E-01	54,8	7,16E+05	4,12E+05	5,85E+05	7,99E+05	1,00E+04	4,27E-02
177	25	1,00E-01	55,6	5,75E+05	3,25E+05	4,74E+05	9,15E+05	1,00E+04	5,31E-02
194,1	25	8,38E-02	56,0	5,15E+05	2,88E+05	4,27E+05	9,78E+05	1,00E+04	5,93E-02
219,6	25	4,92E-02	57,1	3,70E+05	2,01E+05	3,11E+05	1,20E+06	1,00E+04	8,25E-02
259,4	25	2,89E-02	58,6	2,64E+05	1,38E+05	2,26E+05	1,45E+06	1,00E+04	1,15E-01
323,5	25	1,70E-02	60,1	1,87E+05	9,35E+04	1,62E+05	1,75E+06	1,00E+04	1,63E-01
428,9	25	1,00E-02	61,6	1,32E+05	6,28E+04	1,16E+05	2,10E+06	1,00E+04	2,31E-01

Tableau-A I-50 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 30 heures » à 35°C et 5000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,44E+01	54,3	2,7E+06	1,6E+06	2,2E+06	3,1E+04	5,0E+03	2,1E-03
12,9	35	1,21E+01	54,2	2,5E+06	1,5E+06	2,0E+06	3,3E+04	5,0E+03	2,2E-03
19,6	35	1,01E+01	54,3	2,2E+06	1,3E+06	1,8E+06	3,5E+04	5,0E+03	2,4E-03
26,4	35	8,66E+00	54,3	2,0E+06	1,2E+06	1,7E+06	3,8E+04	5,0E+03	2,6E-03
33,3	35	7,11E+00	54,4	1,8E+06	1,1E+06	1,5E+06	4,1E+04	5,0E+03	2,9E-03
40	35	5,99E+00	54,6	1,6E+06	9,5E+05	1,3E+06	4,4E+04	5,0E+03	3,2E-03
46,8	35	5,01E+00	54,7	1,5E+06	8,6E+05	1,2E+06	4,8E+04	5,0E+03	3,5E-03
53,6	35	4,22E+00	54,9	1,3E+06	7,7E+05	1,1E+06	5,1E+04	5,0E+03	3,8E-03
60,6	35	3,51E+00	55,1	1,2E+06	6,9E+05	9,9E+05	5,5E+04	5,0E+03	4,2E-03
67,4	35	2,99E+00	55,4	1,1E+06	6,1E+05	8,9E+05	5,9E+04	5,0E+03	4,7E-03
74,3	35	2,44E+00	55,6	9,7E+05	5,5E+05	8,0E+05	6,3E+04	5,0E+03	5,2E-03
81,4	35	2,01E+00	55,8	8,7E+05	4,9E+05	7,2E+05	6,8E+04	5,0E+03	5,8E-03
88,4	35	1,71E+00	56,0	7,7E+05	4,3E+05	6,4E+05	7,2E+04	5,0E+03	6,5E-03
95,5	35	1,44E+00	56,3	6,9E+05	3,8E+05	5,8E+05	7,7E+04	5,0E+03	7,2E-03
102,8	35	1,21E+00	56,6	6,2E+05	3,4E+05	5,2E+05	8,2E+04	5,0E+03	8,1E-03
109,6	35	1,01E+00	56,9	5,5E+05	3,0E+05	4,6E+05	8,8E+04	5,0E+03	9,1E-03
116,5	35	8,41E-01	57,1	5,0E+05	2,7E+05	4,2E+05	9,4E+04	5,0E+03	1,0E-02
123,3	35	5,99E-01	57,7	4,0E+05	2,1E+05	3,4E+05	1,1E+05	5,0E+03	1,3E-02
130,9	35	4,11E-01	58,3	3,2E+05	1,7E+05	2,7E+05	1,2E+05	5,0E+03	1,6E-02
139,5	35	2,99E-01	59,0	2,5E+05	1,3E+05	2,2E+05	1,4E+05	5,0E+03	2,0E-02
149,6	35	2,01E-01	59,7	2,0E+05	1,0E+05	1,7E+05	1,6E+05	5,0E+03	2,5E-02
161,8	35	1,44E-01	60,4	1,6E+05	7,8E+04	1,4E+05	1,8E+05	5,0E+03	3,2E-02
177	35	1,01E-01	61,1	1,2E+05	6,0E+04	1,1E+05	2,0E+05	5,0E+03	4,0E-02
194,1	35	8,42E-02	61,6	1,1E+05	5,3E+04	9,7E+04	2,1E+05	5,0E+03	4,5E-02
219,6	35	4,99E-02	62,8	7,7E+04	3,5E+04	6,9E+04	2,5E+05	5,0E+03	6,5E-02
259,4	35	2,99E-02	64,3	5,3E+04	2,3E+04	4,8E+04	2,9E+05	5,0E+03	9,4E-02
323,5	35	1,71E-02	66,4	3,6E+04	1,4E+04	3,3E+04	3,4E+05	5,0E+03	1,4E-01
428,9	35	1,01E-02	68,4	2,4E+04	9,0E+03	2,3E+04	3,9E+05	5,0E+03	2,0E-01

Tableau-A I-51 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 30 heures » à 45°C et 1500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	61,5	7,0E+05	3,3E+05	6,1E+05	7,8E+03	1,5E+03	2,1E-03
12,9	45	1,2E+01	61,4	6,3E+05	3,0E+05	5,5E+05	8,3E+03	1,5E+03	2,6E-03
19,6	45	1,0E+01	61,9	5,7E+05	2,7E+05	5,0E+05	9,0E+03	1,5E+03	3,0E-03
26,4	45	8,6E+00	61,8	5,1E+05	2,4E+05	4,5E+05	9,5E+03	1,5E+03	3,3E-03
33,3	45	7,1E+00	61,7	4,5E+05	2,1E+05	4,0E+05	1,0E+04	1,5E+03	3,7E-03
40	45	5,9E+00	61,7	4,0E+05	1,9E+05	3,5E+05	1,1E+04	1,5E+03	4,2E-03
46,8	45	5,0E+00	61,9	3,6E+05	1,7E+05	3,1E+05	1,1E+04	1,5E+03	4,6E-03
53,6	45	4,2E+00	62,0	3,1E+05	1,5E+05	2,8E+05	1,2E+04	1,5E+03	5,1E-03
60,6	45	3,5E+00	62,2	2,8E+05	1,3E+05	2,5E+05	1,3E+04	1,5E+03	5,7E-03
67,4	45	2,9E+00	62,4	2,5E+05	1,1E+05	2,2E+05	1,3E+04	1,5E+03	6,4E-03
74,3	45	2,4E+00	62,6	2,2E+05	1,0E+05	1,9E+05	1,4E+04	1,5E+03	7,2E-03
81,4	45	2,0E+00	62,8	1,9E+05	8,8E+04	1,7E+05	1,5E+04	1,5E+03	8,1E-03
88,4	45	1,7E+00	63,1	1,7E+05	7,7E+04	1,5E+05	1,6E+04	1,5E+03	9,1E-03
95,5	45	1,4E+00	63,4	1,5E+05	6,7E+04	1,3E+05	1,7E+04	1,5E+03	1,0E-02
102,8	45	1,2E+00	63,6	1,3E+05	5,9E+04	1,2E+05	1,8E+04	1,5E+03	1,2E-02
109,6	45	1,0E+00	64,0	1,2E+05	5,1E+04	1,0E+05	1,9E+04	1,5E+03	1,3E-02
116,5	45	8,4E-01	64,3	1,0E+05	4,5E+04	9,3E+04	2,0E+04	1,5E+03	1,5E-02
123,3	45	5,9E-01	65,0	8,0E+04	3,4E+04	7,3E+04	2,2E+04	1,5E+03	1,9E-02
130,9	45	4,1E-01	65,7	6,2E+04	2,6E+04	5,7E+04	2,4E+04	1,5E+03	2,4E-02
139,5	45	2,9E-01	66,6	4,8E+04	1,9E+04	4,4E+04	2,6E+04	1,5E+03	3,1E-02
149,6	45	2,0E-01	67,6	3,7E+04	1,4E+04	3,4E+04	2,9E+04	1,5E+03	4,0E-02
161,8	45	1,4E-01	68,7	2,8E+04	1,0E+04	2,7E+04	3,2E+04	1,5E+03	5,3E-02
177	45	1,0E-01	69,7	2,2E+04	7,6E+03	2,0E+04	3,5E+04	1,5E+03	6,9E-02
194,1	45	8,4E-02	70,3	1,9E+04	6,4E+03	1,8E+04	3,6E+04	1,5E+03	7,9E-02
219,6	45	4,9E-02	72,0	1,3E+04	3,9E+03	1,2E+04	4,0E+04	1,5E+03	1,2E-01
259,4	45	2,9E-02	74,3	8,1E+03	2,2E+03	7,8E+03	4,5E+04	1,5E+03	1,8E-01
323,5	45	1,7E-02	76,5	5,2E+03	1,2E+03	5,1E+03	4,9E+04	1,5E+03	2,9E-01
428,9	45	1,0E-02	78,6	3,3E+03	6,5E+02	3,2E+03	5,3E+04	1,5E+03	4,5E-01

Tableau-A I-52 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 30 heures » à 60°C et 100 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	44,9	6,80E+04	4,81E+04	4,79E+04	7,57E+02	1,00E+02	1,59E-04
12,9	60	1,20E+01	56,0	6,58E+04	3,68E+04	5,38E+04	8,72E+02	1,00E+02	2,26E-04
19,6	60	1,00E+01	60,7	6,31E+04	3,09E+04	5,47E+04	1,00E+03	1,00E+02	3,28E-04
26,4	60	8,57E+00	64,9	5,86E+04	2,49E+04	5,31E+04	1,09E+03	1,00E+02	4,45E-04
33,3	60	7,14E+00	67,2	5,26E+04	2,03E+04	4,85E+04	1,17E+03	1,00E+02	6,39E-04
40	60	5,88E+00	68,9	4,70E+04	1,69E+04	4,38E+04	1,27E+03	1,00E+02	9,33E-04
46,8	60	5,00E+00	69,2	4,23E+04	1,51E+04	3,96E+04	1,35E+03	1,00E+02	1,27E-03
53,6	60	4,17E+00	70,3	3,76E+04	1,26E+04	3,54E+04	1,44E+03	1,00E+02	1,75E-03
60,6	60	3,49E+00	70,6	3,31E+04	1,10E+04	3,12E+04	1,51E+03	1,00E+02	2,34E-03
67,4	60	2,91E+00	70,6	2,88E+04	9,57E+03	2,72E+04	1,57E+03	1,00E+02	3,04E-03
74,3	60	2,44E+00	70,6	2,51E+04	8,36E+03	2,37E+04	1,64E+03	1,00E+02	3,81E-03
81,4	60	2,04E+00	70,8	2,18E+04	7,18E+03	2,06E+04	1,70E+03	1,00E+02	4,62E-03
88,4	60	1,70E+00	71,2	1,89E+04	6,09E+03	1,79E+04	1,77E+03	1,00E+02	5,48E-03
95,5	60	1,43E+00	71,6	1,65E+04	5,18E+03	1,56E+04	1,83E+03	1,00E+02	6,37E-03
102,8	60	1,20E+00	72,2	1,43E+04	4,39E+03	1,37E+04	1,91E+03	1,00E+02	7,32E-03
109,6	60	1,00E+00	72,9	1,25E+04	3,69E+03	1,20E+04	1,99E+03	1,00E+02	8,36E-03
116,5	60	8,38E-01	73,4	1,08E+04	3,10E+03	1,04E+04	2,06E+03	1,00E+02	9,60E-03
123,3	60	5,88E-01	74,3	8,15E+03	2,20E+03	7,84E+03	2,20E+03	1,00E+02	1,26E-02
130,9	60	4,13E-01	75,5	6,10E+03	1,53E+03	5,90E+03	2,35E+03	1,00E+02	1,67E-02
139,5	60	2,90E-01	76,7	4,54E+03	1,04E+03	4,41E+03	2,49E+03	1,00E+02	2,23E-02
149,6	60	2,03E-01	77,8	3,35E+03	7,06E+02	3,28E+03	2,63E+03	1,00E+02	3,01E-02
161,8	60	1,43E-01	79,0	2,46E+03	4,68E+02	2,41E+03	2,74E+03	1,00E+02	4,09E-02
177	60	1,00E-01	80,2	1,79E+03	3,05E+02	1,76E+03	2,85E+03	1,00E+02	5,60E-02
194,1	60	8,38E-02	80,7	1,53E+03	2,48E+02	1,51E+03	2,91E+03	1,00E+02	6,54E-02
219,6	60	4,92E-02	82,5	9,44E+02	1,24E+02	9,36E+02	3,05E+03	1,00E+02	1,06E-01
259,4	60	2,89E-02	84,0	5,75E+02	5,97E+01	5,72E+02	3,16E+03	1,00E+02	1,74E-01
323,5	60	1,70E-02	85,7	3,48E+02	2,64E+01	3,47E+02	3,26E+03	1,00E+02	2,87E-01
428,9	60	1,00E-02	86,9	2,09E+02	1,14E+01	2,08E+02	3,32E+03	1,00E+02	4,79E-01

Tableau-A I-53 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 40heures » à 25°C et 10000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	25	1,43E+01	49,2	8,40E+06	5,50E+06	6,36E+06	9,36E+04	1,00E+04	1,25E-03
12,9	25	1,20E+01	49,1	7,67E+06	5,02E+06	5,80E+06	1,02E+05	1,00E+04	1,36E-03
19,6	25	1,00E+01	49,1	6,99E+06	4,58E+06	5,28E+06	1,11E+05	1,00E+04	1,48E-03
26,4	25	8,57E+00	49,2	6,46E+06	4,23E+06	4,89E+06	1,20E+05	1,00E+04	1,59E-03
33,3	25	7,14E+00	49,2	5,87E+06	3,83E+06	4,45E+06	1,31E+05	1,00E+04	1,74E-03
40	25	5,88E+00	49,4	5,31E+06	3,45E+06	4,03E+06	1,44E+05	1,00E+04	1,91E-03
46,8	25	5,00E+00	49,7	4,85E+06	3,14E+06	3,70E+06	1,54E+05	1,00E+04	2,08E-03
53,6	25	4,17E+00	49,9	4,41E+06	2,84E+06	3,37E+06	1,68E+05	1,00E+04	2,29E-03
60,6	25	3,49E+00	50,1	3,99E+06	2,56E+06	3,06E+06	1,82E+05	1,00E+04	2,52E-03
67,4	25	2,91E+00	50,3	3,62E+06	2,31E+06	2,79E+06	1,98E+05	1,00E+04	2,78E-03
74,3	25	2,44E+00	50,6	3,28E+06	2,08E+06	2,54E+06	2,14E+05	1,00E+04	3,06E-03
81,4	25	2,04E+00	50,9	2,97E+06	1,87E+06	2,30E+06	2,31E+05	1,00E+04	3,38E-03
88,4	25	1,70E+00	51,2	2,68E+06	1,68E+06	2,09E+06	2,51E+05	1,00E+04	3,74E-03
95,5	25	1,43E+00	51,5	2,43E+06	1,51E+06	1,90E+06	2,71E+05	1,00E+04	4,12E-03
102,8	25	1,20E+00	51,8	2,19E+06	1,36E+06	1,72E+06	2,92E+05	1,00E+04	4,56E-03
109,6	25	1,00E+00	52,1	1,98E+06	1,21E+06	1,56E+06	3,15E+05	1,00E+04	5,06E-03
116,5	25	8,38E-01	52,4	1,79E+06	1,09E+06	1,42E+06	3,40E+05	1,00E+04	5,60E-03
123,3	25	5,88E-01	53,0	1,45E+06	8,75E+05	1,16E+06	3,93E+05	1,00E+04	6,88E-03
130,9	25	4,13E-01	53,6	1,18E+06	6,98E+05	9,46E+05	4,53E+05	1,00E+04	8,51E-03
139,5	25	2,90E-01	54,2	9,50E+05	5,55E+05	7,71E+05	5,22E+05	1,00E+04	1,05E-02
149,6	25	2,03E-01	54,7	7,68E+05	4,43E+05	6,27E+05	6,02E+05	1,00E+04	1,30E-02
161,8	25	1,43E-01	55,4	6,16E+05	3,50E+05	5,07E+05	6,88E+05	1,00E+04	1,62E-02
177	25	1,00E-01	55,9	4,94E+05	2,77E+05	4,09E+05	7,87E+05	1,00E+04	2,02E-02
194,1	25	8,38E-02	56,3	4,42E+05	2,45E+05	3,68E+05	8,40E+05	1,00E+04	2,26E-02
219,6	25	4,92E-02	57,2	3,17E+05	1,71E+05	2,66E+05	1,02E+06	1,00E+04	3,16E-02
259,4	25	2,89E-02	58,3	2,26E+05	1,19E+05	1,92E+05	1,24E+06	1,00E+04	4,42E-02
323,5	25	1,70E-02	59,5	1,60E+05	8,10E+04	1,38E+05	1,49E+06	1,00E+04	6,26E-02
428,9	25	1,00E-02	60,9	1,12E+05	5,44E+04	9,77E+04	1,78E+06	1,00E+04	8,94E-02

Tableau-A I-54 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 40heures » à 35°C et 10000 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	35	1,4E+01	55,9	2,3E+06	1,3E+06	1,9E+06	2,6E+04	1,0E+04	4,9E-03
12,9	35	1,2E+01	55,7	2,1E+06	1,2E+06	1,7E+06	2,8E+04	1,0E+04	5,3E-03
19,6	35	1,0E+01	55,8	1,9E+06	1,1E+06	1,6E+06	3,0E+04	1,0E+04	5,8E-03
26,4	35	8,6E+00	55,8	1,8E+06	9,8E+05	1,4E+06	3,2E+04	1,0E+04	6,2E-03
33,3	35	7,1E+00	55,9	1,6E+06	8,8E+05	1,3E+06	3,5E+04	1,0E+04	6,7E-03
40	35	5,9E+00	56,0	1,4E+06	7,9E+05	1,2E+06	3,8E+04	1,0E+04	7,4E-03
46,8	35	5,0E+00	56,1	1,3E+06	7,2E+05	1,1E+06	4,1E+04	1,0E+04	8,1E-03
53,6	35	4,2E+00	56,2	1,2E+06	6,4E+05	9,6E+05	4,4E+04	1,0E+04	8,9E-03
60,6	35	3,5E+00	56,4	1,0E+06	5,7E+05	8,6E+05	4,7E+04	1,0E+04	9,9E-03
67,4	35	2,9E+00	56,5	9,3E+05	5,1E+05	7,7E+05	5,1E+04	1,0E+04	1,1E-02
74,3	35	2,4E+00	56,6	8,3E+05	4,5E+05	6,9E+05	5,4E+04	1,0E+04	1,2E-02
81,4	35	2,0E+00	56,9	7,4E+05	4,0E+05	6,2E+05	5,8E+04	1,0E+04	1,4E-02
88,4	35	1,7E+00	57,0	6,6E+05	3,6E+05	5,5E+05	6,2E+04	1,0E+04	1,5E-02
95,5	35	1,4E+00	57,3	5,9E+05	3,2E+05	5,0E+05	6,6E+04	1,0E+04	1,7E-02
102,8	35	1,2E+00	57,5	5,3E+05	2,8E+05	4,4E+05	7,0E+04	1,0E+04	1,9E-02
109,6	35	1,0E+00	57,7	4,7E+05	2,5E+05	4,0E+05	7,5E+04	1,0E+04	2,1E-02
116,5	35	8,4E-01	57,9	4,2E+05	2,2E+05	3,6E+05	8,0E+04	1,0E+04	2,4E-02
123,3	35	5,9E-01	58,4	3,3E+05	1,7E+05	2,8E+05	9,0E+04	1,0E+04	3,0E-02
130,9	35	4,1E-01	58,9	2,6E+05	1,4E+05	2,3E+05	1,0E+05	1,0E+04	3,8E-02
139,5	35	2,9E-01	59,5	2,1E+05	1,1E+05	1,8E+05	1,2E+05	1,0E+04	4,8E-02
149,6	35	2,0E-01	60,1	1,7E+05	8,3E+04	1,4E+05	1,3E+05	1,0E+04	6,0E-02
161,8	35	1,4E-01	60,8	1,3E+05	6,4E+04	1,1E+05	1,5E+05	1,0E+04	7,6E-02
177	35	1,0E-01	61,6	1,0E+05	4,9E+04	9,0E+04	1,6E+05	1,0E+04	9,7E-02
194,1	35	8,4E-02	61,9	9,1E+04	4,3E+04	8,1E+04	1,7E+05	1,0E+04	1,1E-01
219,6	35	4,9E-02	63,1	6,4E+04	2,9E+04	5,7E+04	2,1E+05	1,0E+04	1,6E-01
259,4	35	2,9E-02	65,0	4,4E+04	1,9E+04	4,0E+04	2,4E+05	1,0E+04	2,3E-01
323,5	35	1,7E-02	66,9	3,0E+04	1,2E+04	2,7E+04	2,8E+05	1,0E+04	3,4E-01
428,9	35	1,0E-02	69,1	2,0E+04	7,2E+03	1,9E+04	3,2E+05	1,0E+04	5,0E-01

Tableau-A I-55 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 40 heures » à 45°C et 1500 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	45	1,4E+01	57,8	5,8E+05	3,1E+05	4,9E+05	6,5E+03	1,5E+03	2,4E-03
12,9	45	1,2E+01	59,2	5,3E+05	2,7E+05	4,6E+05	7,0E+03	1,5E+03	3,0E-03
19,6	45	1,0E+01	59,4	4,8E+05	2,4E+05	4,1E+05	7,6E+03	1,5E+03	3,6E-03
26,4	45	8,6E+00	59,9	4,4E+05	2,2E+05	3,8E+05	8,1E+03	1,5E+03	4,0E-03
33,3	45	7,1E+00	60,2	3,9E+05	1,9E+05	3,4E+05	8,7E+03	1,5E+03	4,4E-03
40	45	5,9E+00	60,4	3,5E+05	1,7E+05	3,0E+05	9,4E+03	1,5E+03	4,9E-03
46,8	45	5,0E+00	60,4	3,1E+05	1,5E+05	2,7E+05	9,9E+03	1,5E+03	5,3E-03
53,6	45	4,2E+00	60,5	2,8E+05	1,4E+05	2,4E+05	1,1E+04	1,5E+03	5,9E-03
60,6	45	3,5E+00	60,6	2,5E+05	1,2E+05	2,1E+05	1,1E+04	1,5E+03	6,5E-03
67,4	45	2,9E+00	60,7	2,2E+05	1,1E+05	1,9E+05	1,2E+04	1,5E+03	7,3E-03
74,3	45	2,4E+00	60,8	1,9E+05	9,5E+04	1,7E+05	1,3E+04	1,5E+03	8,1E-03
81,4	45	2,0E+00	61,0	1,7E+05	8,4E+04	1,5E+05	1,3E+04	1,5E+03	9,0E-03
88,4	45	1,7E+00	61,2	1,5E+05	7,4E+04	1,3E+05	1,4E+04	1,5E+03	1,0E-02
95,5	45	1,4E+00	61,3	1,4E+05	6,5E+04	1,2E+05	1,5E+04	1,5E+03	1,1E-02
102,8	45	1,2E+00	61,6	1,2E+05	5,7E+04	1,1E+05	1,6E+04	1,5E+03	1,3E-02
109,6	45	1,0E+00	61,8	1,1E+05	5,0E+04	9,4E+04	1,7E+04	1,5E+03	1,4E-02
116,5	45	8,4E-01	62,1	9,5E+04	4,4E+04	8,4E+04	1,8E+04	1,5E+03	1,6E-02
123,3	45	5,9E-01	62,7	7,4E+04	3,4E+04	6,6E+04	2,0E+04	1,5E+03	2,0E-02
130,9	45	4,1E-01	63,4	5,8E+04	2,6E+04	5,2E+04	2,2E+04	1,5E+03	2,6E-02
139,5	45	2,9E-01	64,1	4,5E+04	2,0E+04	4,1E+04	2,5E+04	1,5E+03	3,3E-02
149,6	45	2,0E-01	64,9	3,5E+04	1,5E+04	3,2E+04	2,8E+04	1,5E+03	4,3E-02
161,8	45	1,4E-01	66,0	2,7E+04	1,1E+04	2,5E+04	3,0E+04	1,5E+03	5,5E-02
177	45	1,0E-01	66,9	2,1E+04	8,3E+03	1,9E+04	3,4E+04	1,5E+03	7,1E-02
194,1	45	8,4E-02	67,5	1,8E+04	7,1E+03	1,7E+04	3,5E+04	1,5E+03	8,1E-02
219,6	45	4,9E-02	69,3	1,2E+04	4,4E+03	1,2E+04	4,0E+04	1,5E+03	1,2E-01
259,4	45	2,9E-02	71,3	8,2E+03	2,6E+03	7,8E+03	4,5E+04	1,5E+03	1,8E-01
323,5	45	1,7E-02	73,5	5,3E+03	1,5E+03	5,1E+03	5,0E+04	1,5E+03	2,8E-01
428,9	45	1,0E-02	76,0	3,4E+03	8,3E+02	3,3E+03	5,5E+04	1,5E+03	4,4E-01

Tableau-A I-56 Résultats de l'essai DSR du « Bitume B PAV 40 heures » à 60°C et – 200 Pa

Time	Temperature	Frequency	Phase Angle	Complex Modulus	Elastic Modulus	Viscous Modulus	Complex Viscosity	Shear Stress	Strain
'(s)	'(°C)	'(Hz)	'(°)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pa)	'(Pas)	'(Pa)	'()
6,1	60	1,43E+01	43,7	7,58E+04	5,48E+04	5,24E+04	8,45E+02	2,00E+02	3,21E-04
12,9	60	1,20E+01	57,1	6,97E+04	3,79E+04	5,83E+04	9,24E+02	2,00E+02	4,51E-04
19,6	60	1,00E+01	63,5	6,58E+04	2,94E+04	5,88E+04	1,05E+03	2,00E+02	6,50E-04
26,4	60	8,57E+00	65,9	6,15E+04	2,51E+04	5,61E+04	1,14E+03	2,00E+02	8,87E-04
33,3	60	7,14E+00	67,3	5,60E+04	2,16E+04	5,17E+04	1,25E+03	2,00E+02	1,28E-03
40	60	5,88E+00	68,3	4,97E+04	1,84E+04	4,61E+04	1,34E+03	2,00E+02	1,87E-03
46,8	60	5,00E+00	68,6	4,45E+04	1,62E+04	4,14E+04	1,42E+03	2,00E+02	2,55E-03
53,6	60	4,17E+00	69,2	3,93E+04	1,39E+04	3,68E+04	1,50E+03	2,00E+02	3,51E-03
60,6	60	3,49E+00	69,7	3,47E+04	1,20E+04	3,25E+04	1,58E+03	2,00E+02	4,64E-03
67,4	60	2,91E+00	70,2	3,04E+04	1,03E+04	2,86E+04	1,66E+03	2,00E+02	5,93E-03
74,3	60	2,44E+00	70,4	2,66E+04	8,89E+03	2,51E+04	1,73E+03	2,00E+02	7,33E-03
81,4	60	2,04E+00	70,8	2,31E+04	7,61E+03	2,19E+04	1,81E+03	2,00E+02	8,80E-03
88,4	60	1,70E+00	71,3	2,01E+04	6,47E+03	1,91E+04	1,88E+03	2,00E+02	1,04E-02
95,5	60	1,43E+00	71,7	1,75E+04	5,51E+03	1,66E+04	1,95E+03	2,00E+02	1,20E-02
102,8	60	1,20E+00	72,1	1,52E+04	4,68E+03	1,45E+04	2,03E+03	2,00E+02	1,38E-02
109,6	60	1,00E+00	72,6	1,32E+04	3,96E+03	1,26E+04	2,10E+03	2,00E+02	1,58E-02
116,5	60	8,38E-01	73,1	1,14E+04	3,33E+03	1,10E+04	2,17E+03	2,00E+02	1,82E-02
123,3	60	5,88E-01	74,2	8,58E+03	2,34E+03	8,25E+03	2,32E+03	2,00E+02	2,40E-02
130,9	60	4,13E-01	75,2	6,41E+03	1,64E+03	6,20E+03	2,47E+03	2,00E+02	3,18E-02
139,5	60	2,90E-01	76,3	4,78E+03	1,13E+03	4,64E+03	2,62E+03	2,00E+02	4,24E-02
149,6	60	2,03E-01	77,5	3,52E+03	7,62E+02	3,44E+03	2,76E+03	2,00E+02	5,72E-02
161,8	60	1,43E-01	78,7	2,59E+03	5,09E+02	2,54E+03	2,89E+03	2,00E+02	7,75E-02
177	60	1,00E-01	79,9	1,90E+03	3,34E+02	1,87E+03	3,03E+03	2,00E+02	1,06E-01
194,1	60	8,38E-02	80,4	1,62E+03	2,71E+02	1,60E+03	3,08E+03	2,00E+02	1,24E-01
219,6	60	4,92E-02	82,1	1,01E+03	1,39E+02	9,96E+02	3,25E+03	2,00E+02	1,99E-01
259,4	60	2,89E-02	83,5	6,16E+02	6,96E+01	6,12E+02	3,39E+03	2,00E+02	3,25E-01
323,5	60	1,70E-02	85,0	3,73E+02	3,28E+01	3,72E+02	3,49E+03	2,00E+02	5,36E-01
428,9	60	1,00E-02	86,3	2,24E+02	1,45E+01	2,23E+02	3,56E+03	2,00E+02	8,94E-01

ANNEXE II

REPRÉSENTATION GRAPHIQUES DES ISOTHERMES DES DIFFÉRENTS BITUMES

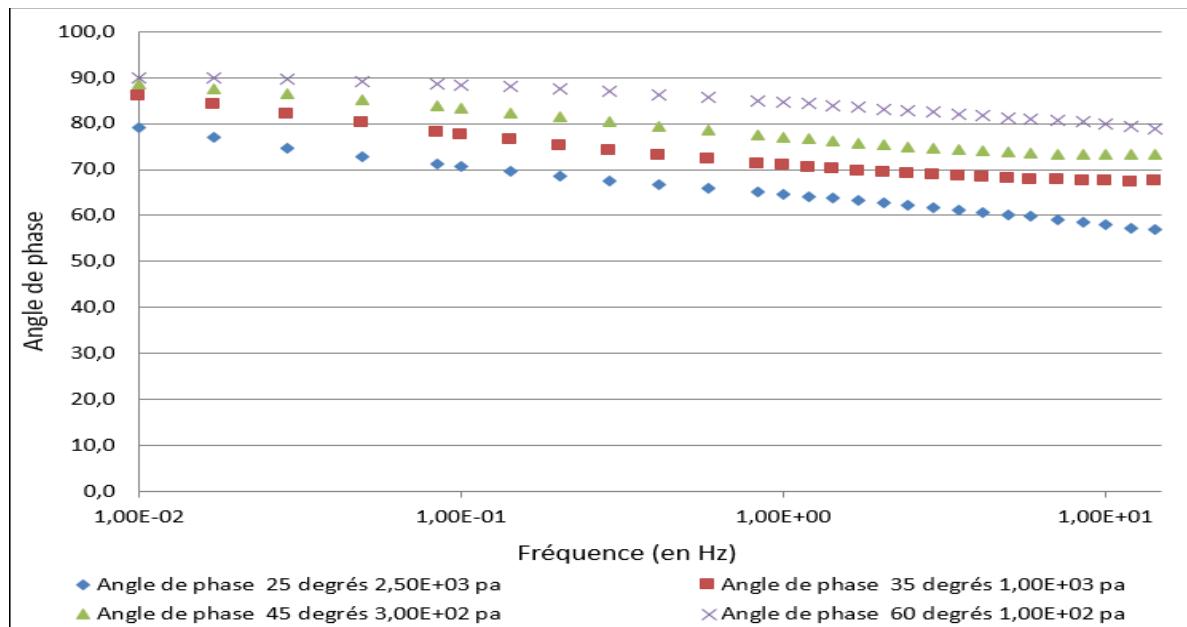


Figure-A II-1 Superposition des isothermes de l'angle de phase du Bitume A Original

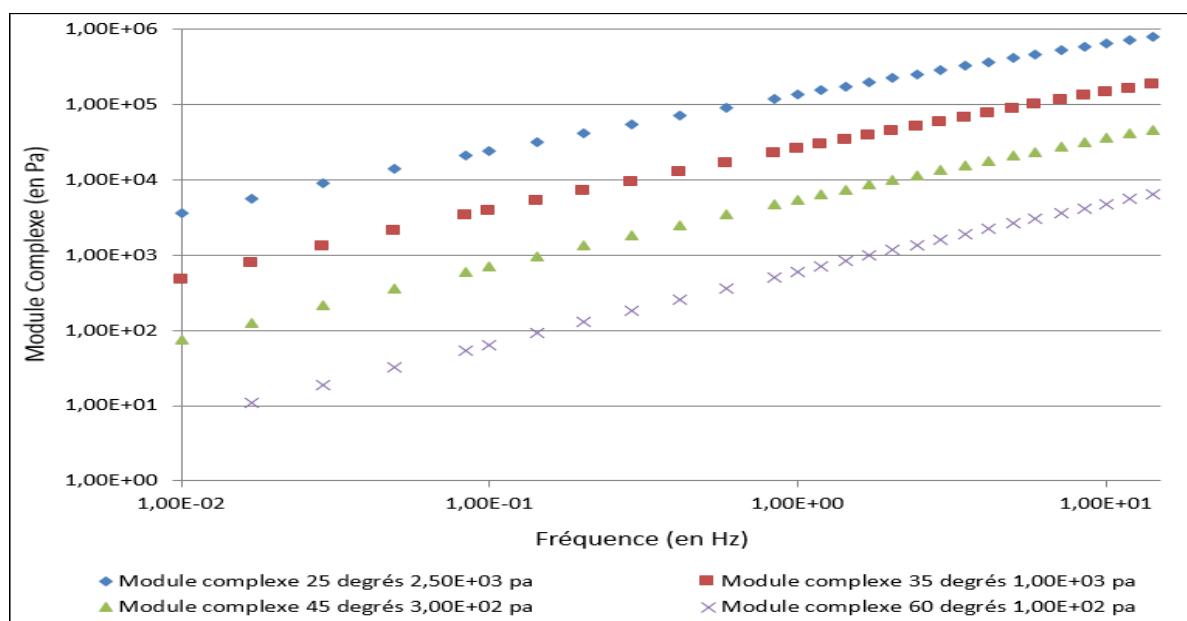


Figure-A II-2 Superposition des isothermes de module complexe du Bitume A Original

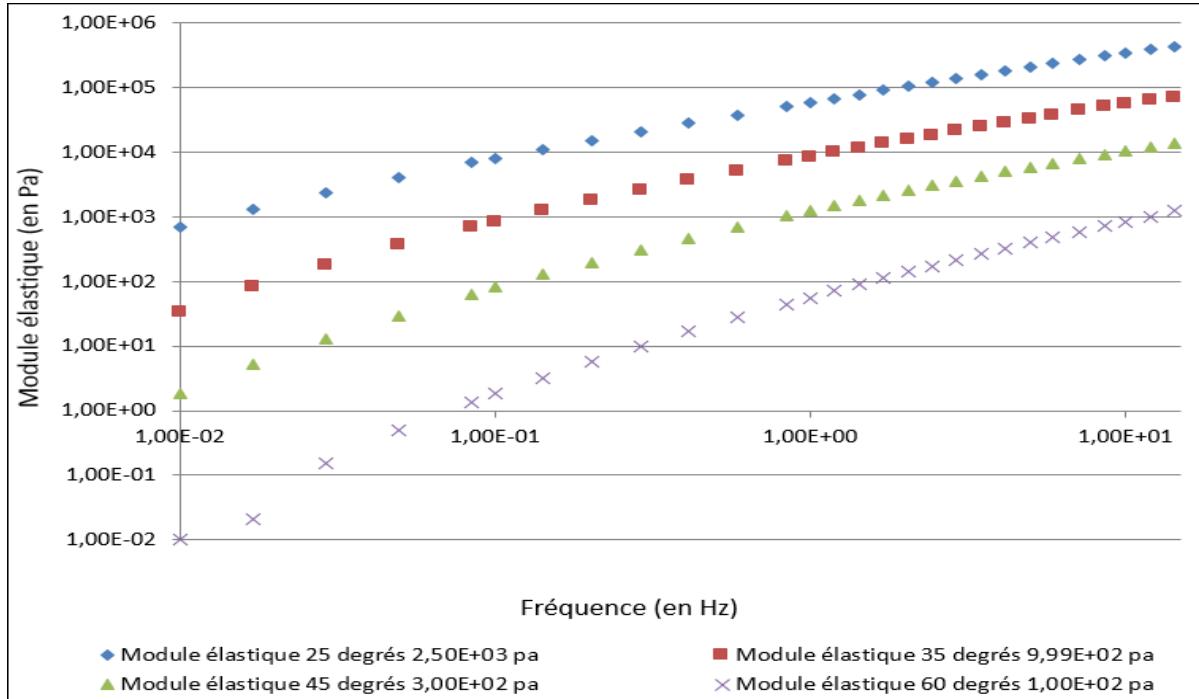


Figure-A II-3 Superposition des isothermes de module élastique du Bitume A Original

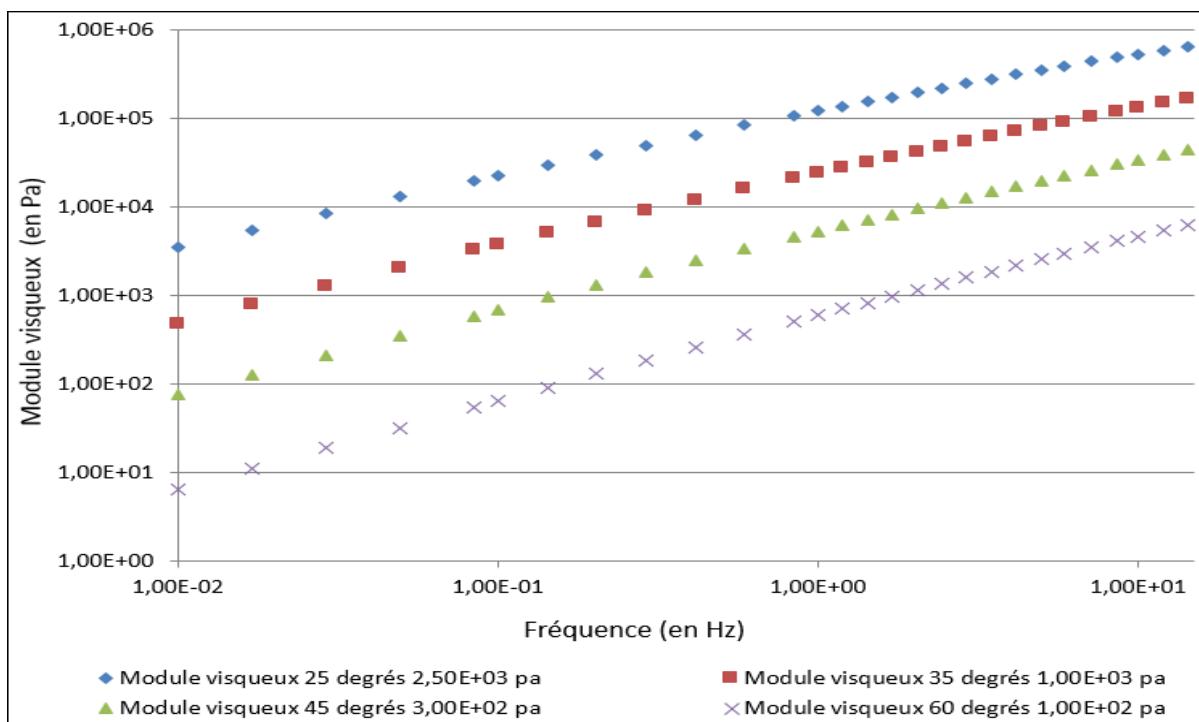


Figure-A II-4 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume A Original

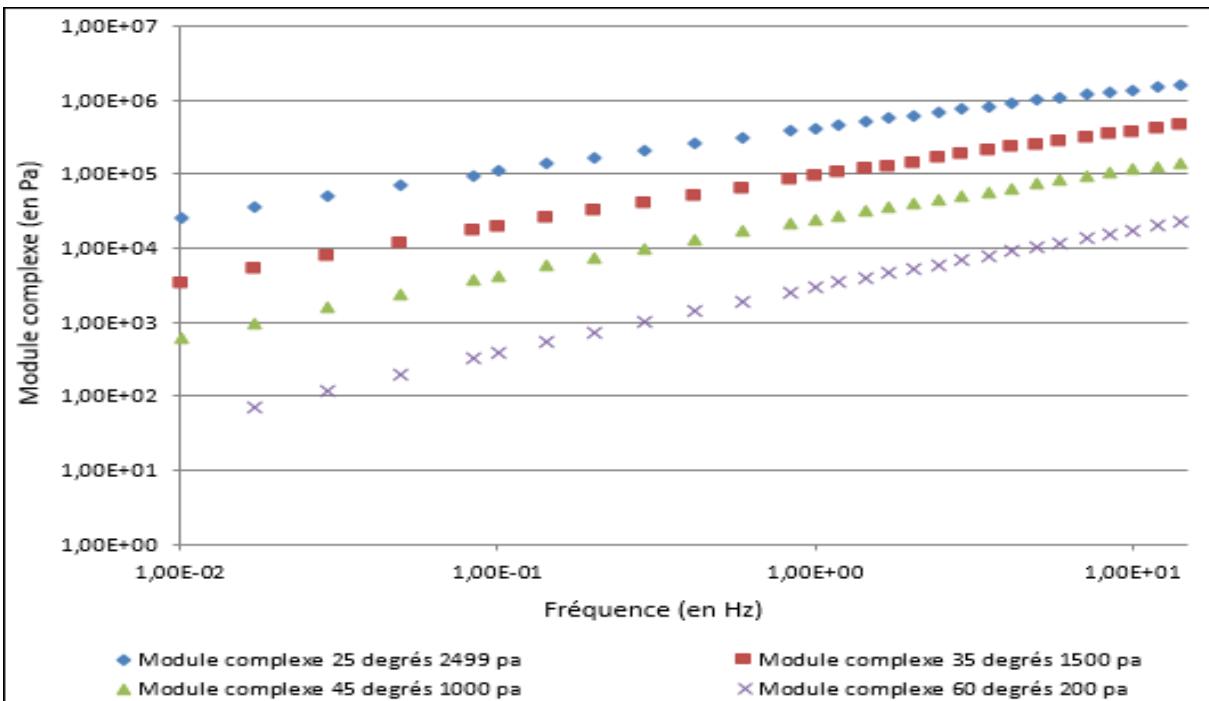
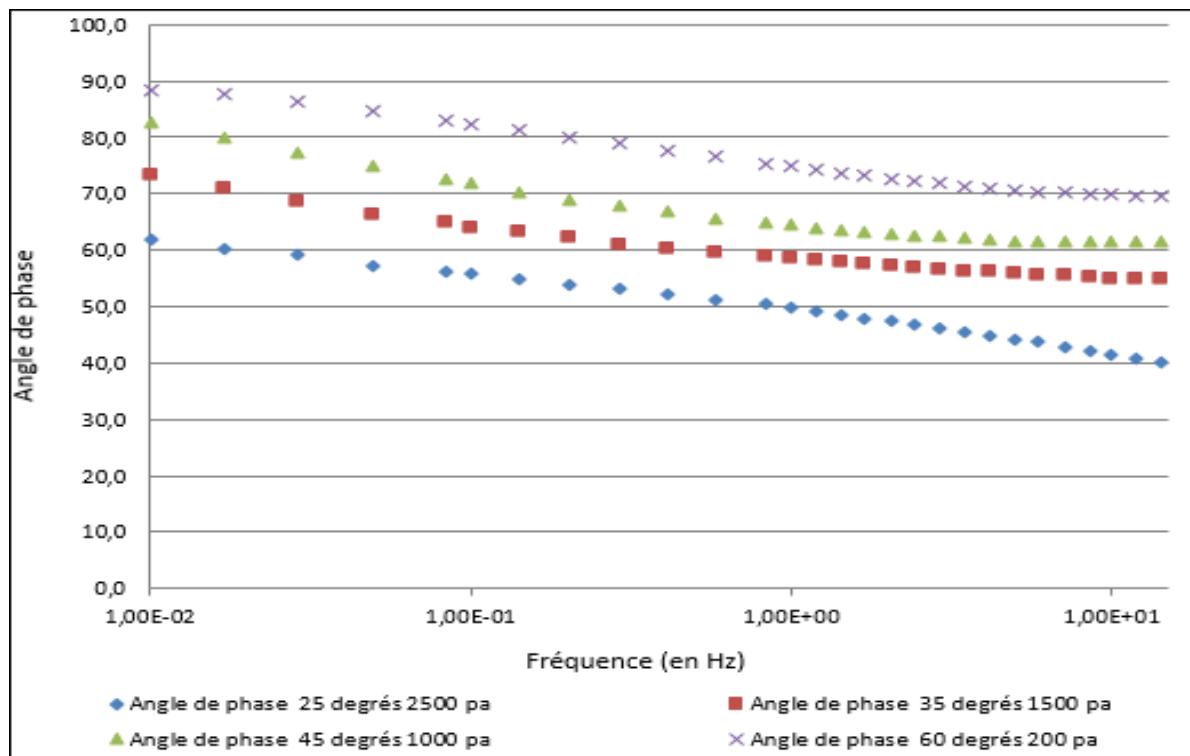


Figure-A II-6 Superposition des isothermes de module complexe du Bitume A RTFO 85 min

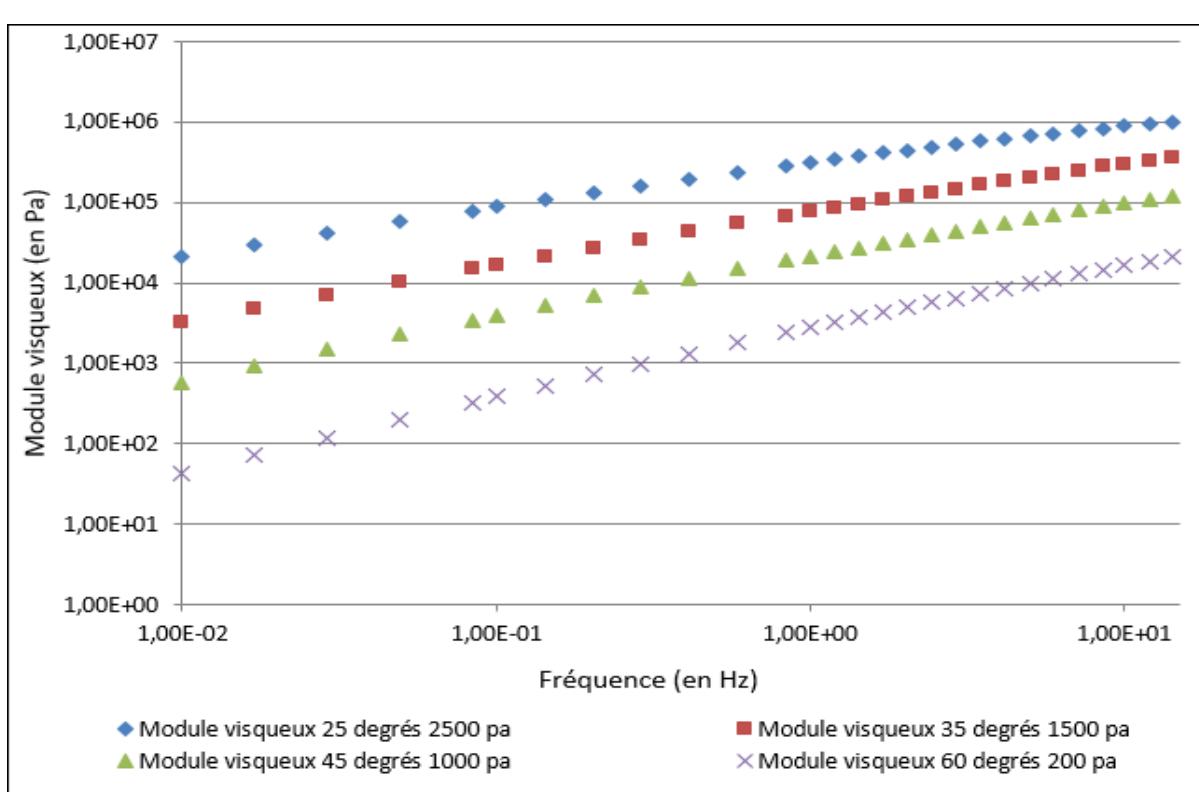
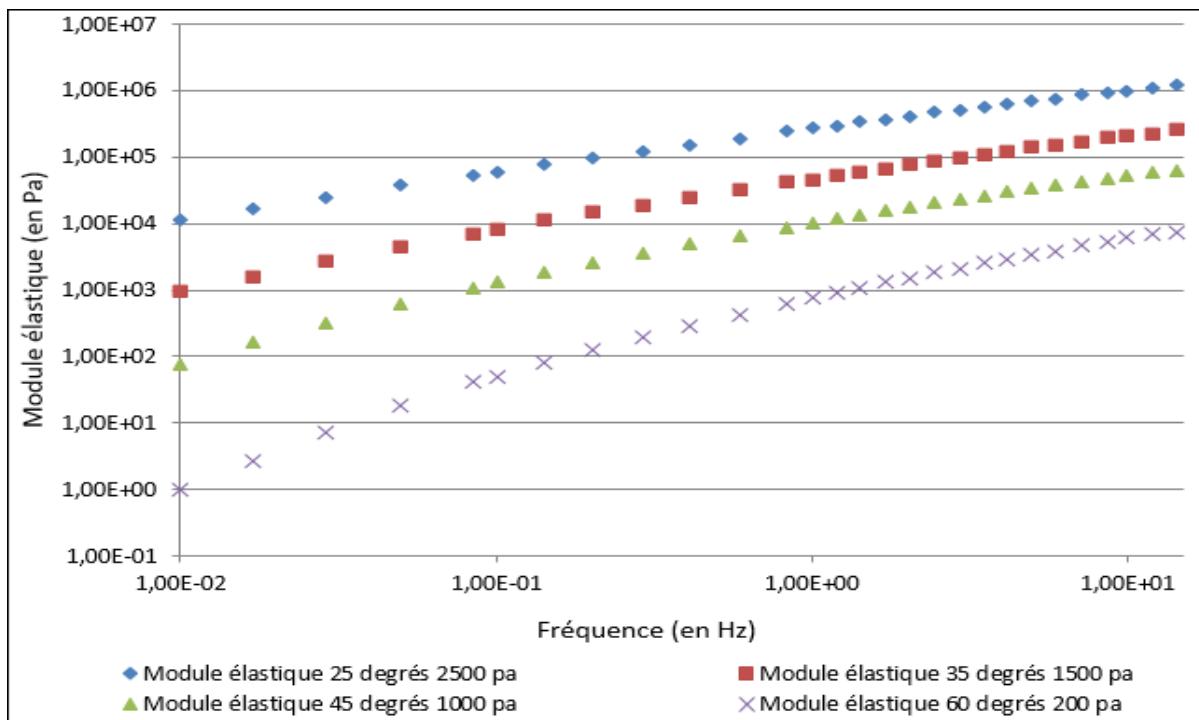


Figure-A II-8 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume A RTFO 85 min

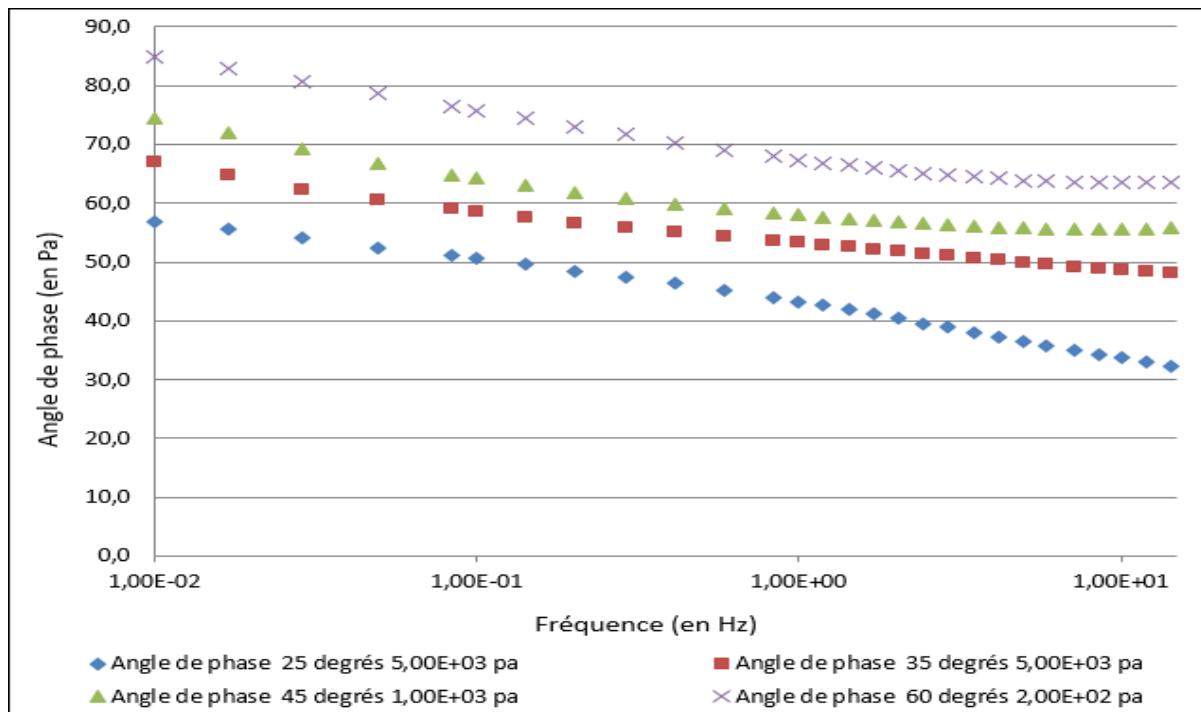


Figure-A II-9 Superposition des isothermes de l'angle de phase du Bitume A RTFO 150 min

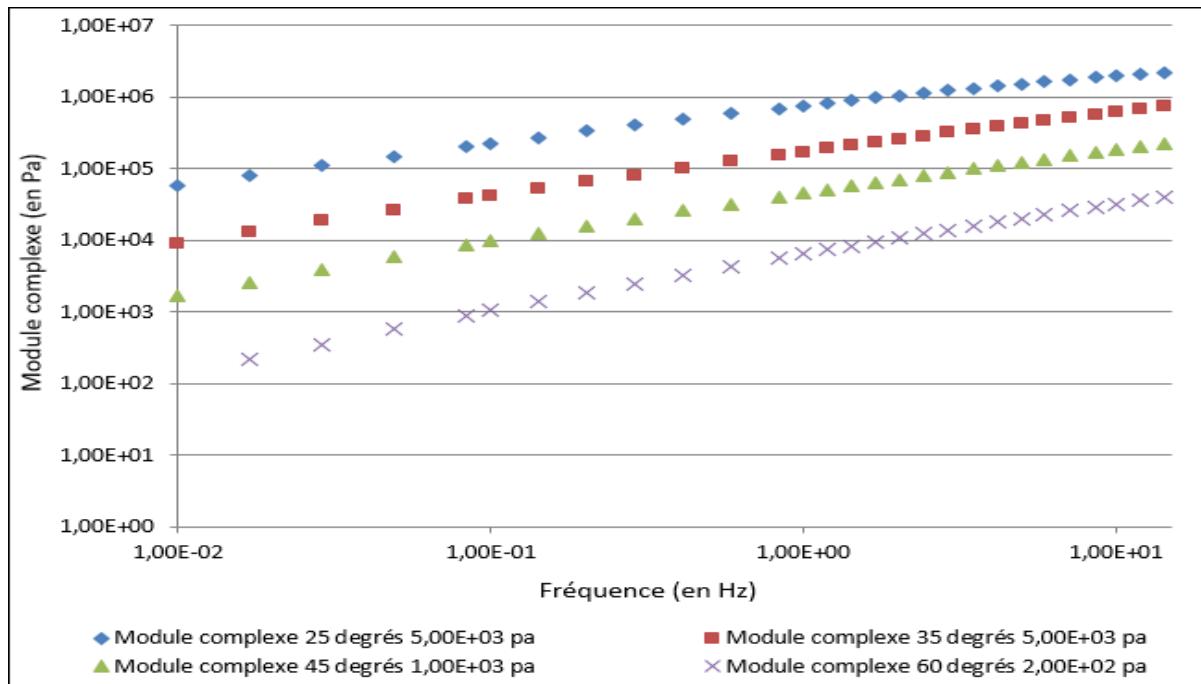


Figure-A II-10 Superposition des isothermes de module complexe du Bitume A RTFO 150 min

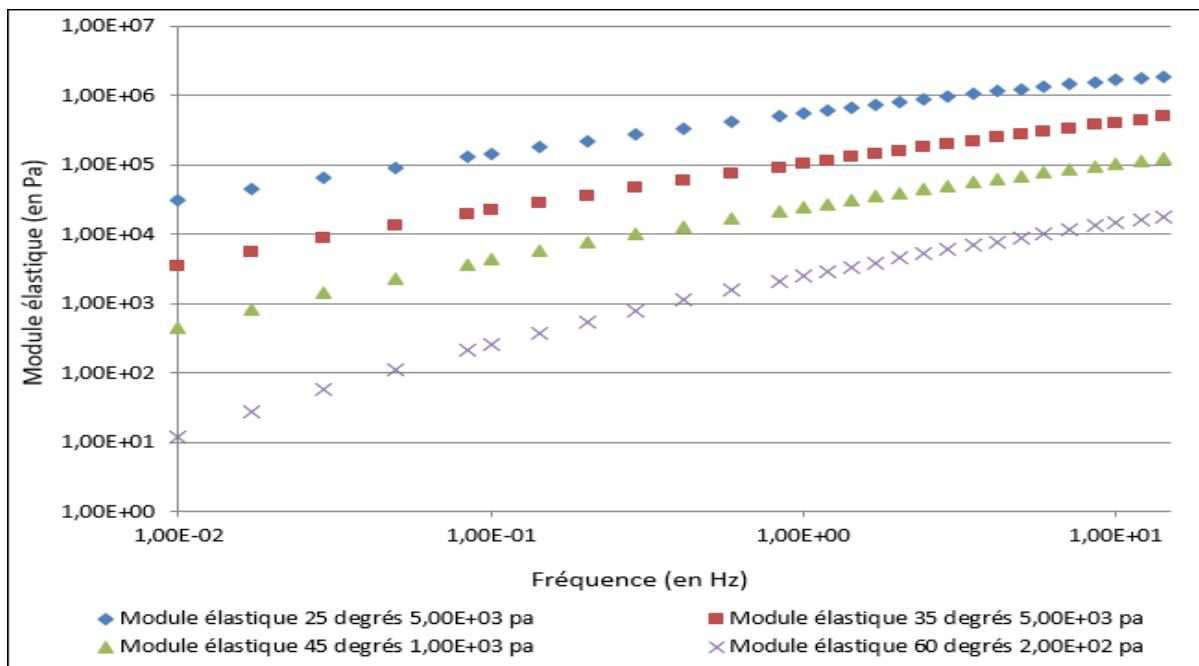


Figure-A II-11 Superposition des isothermes de module élastique du Bitume A RTFO

300 min

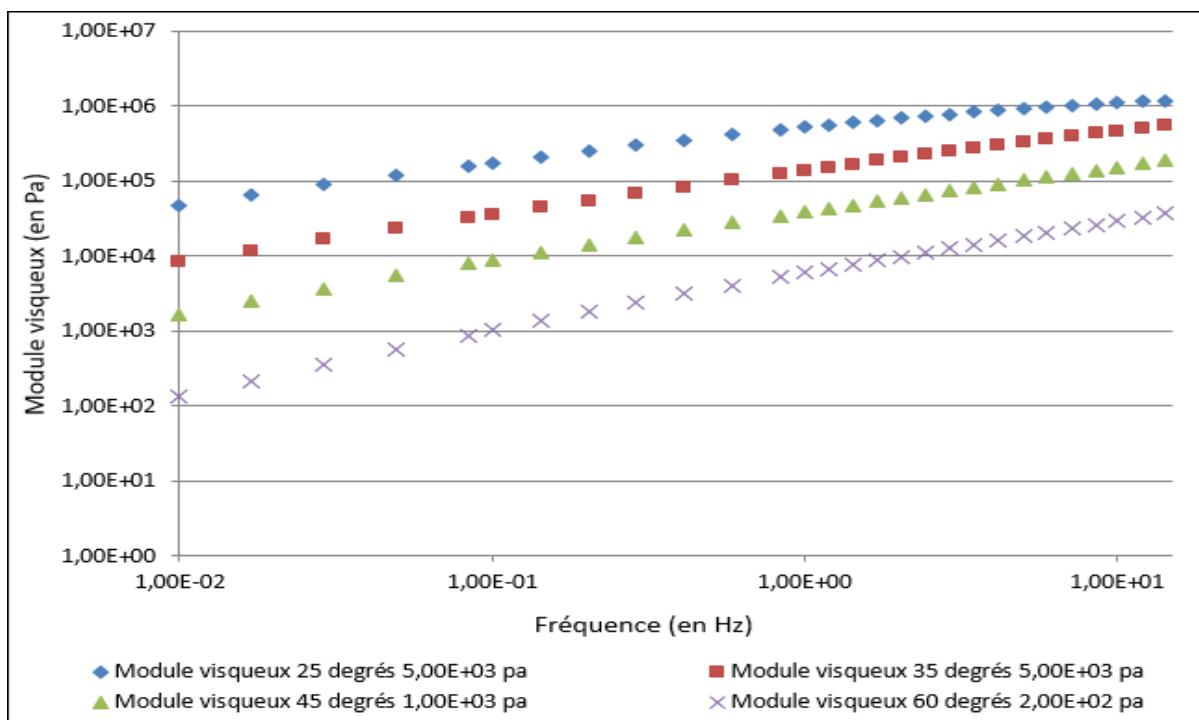
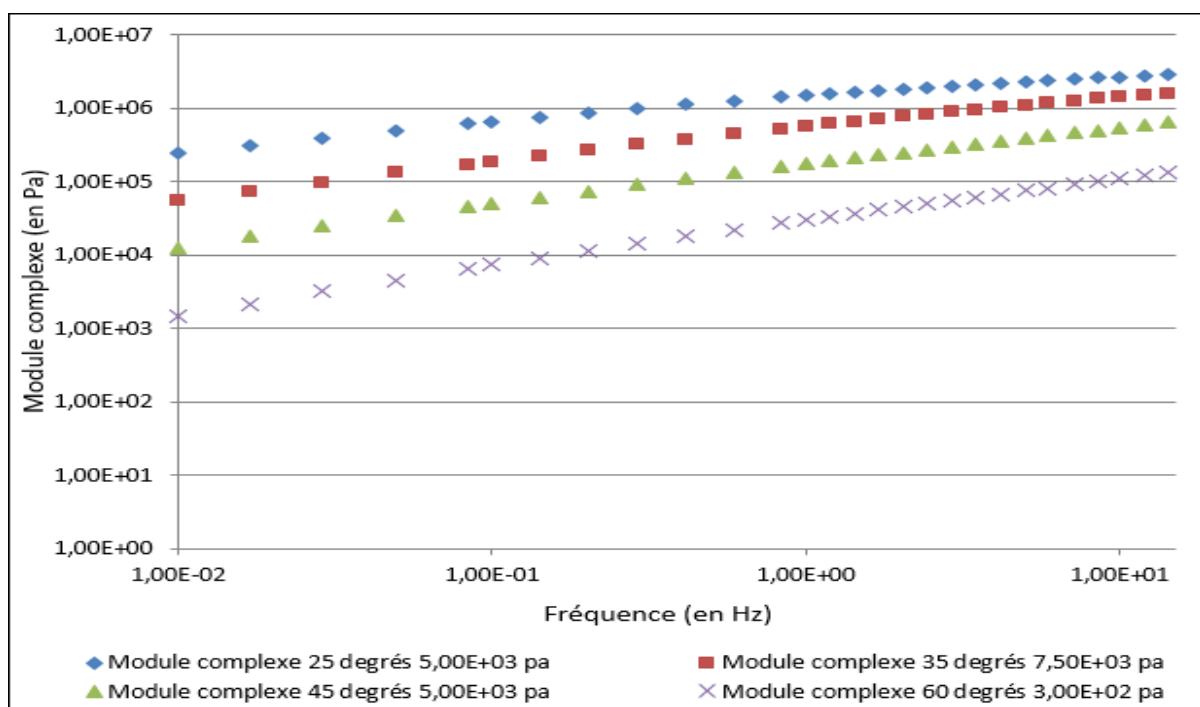
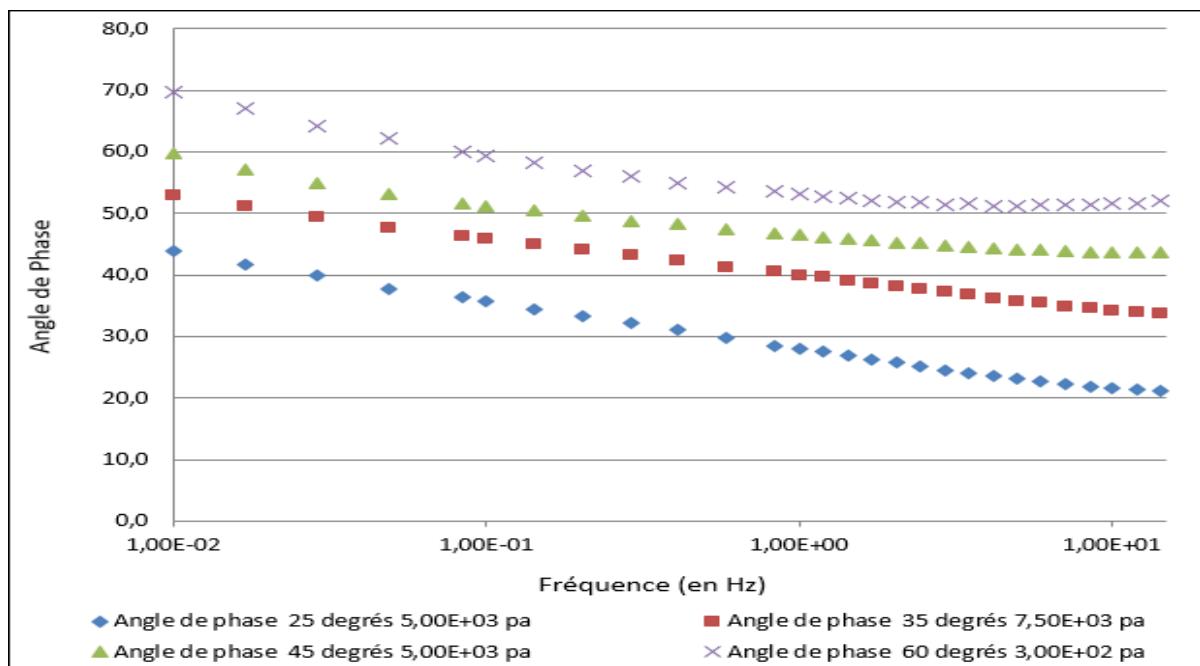
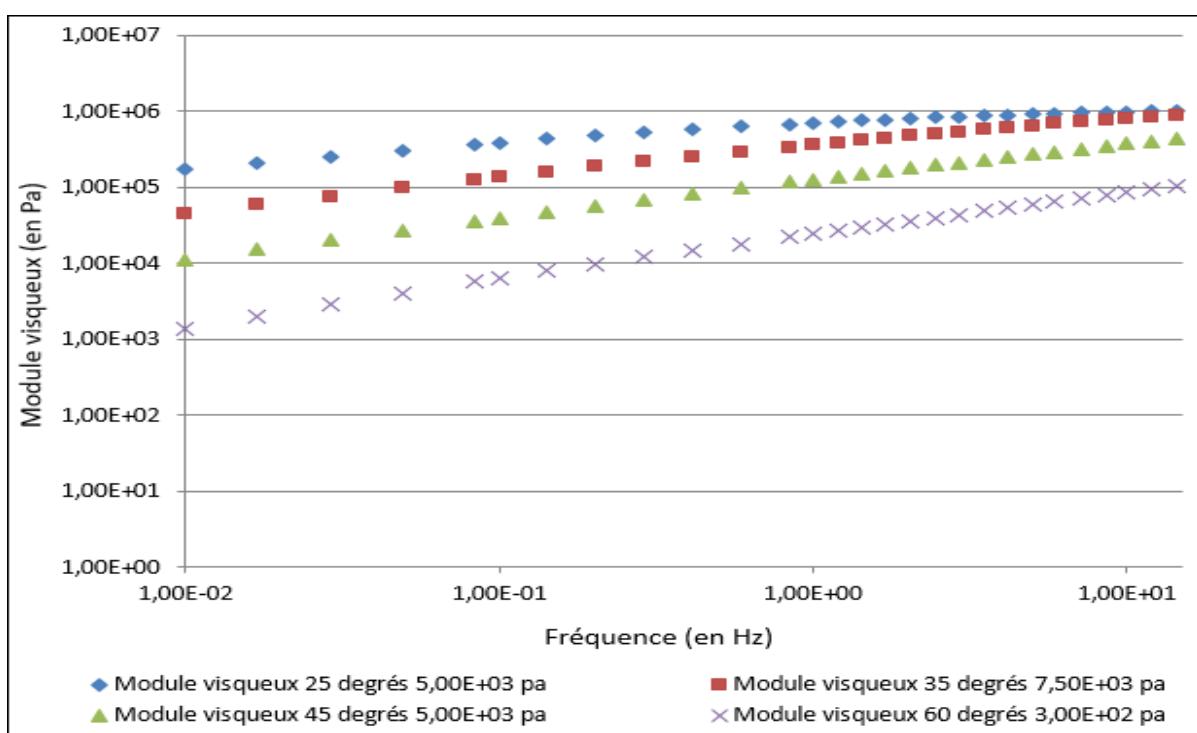
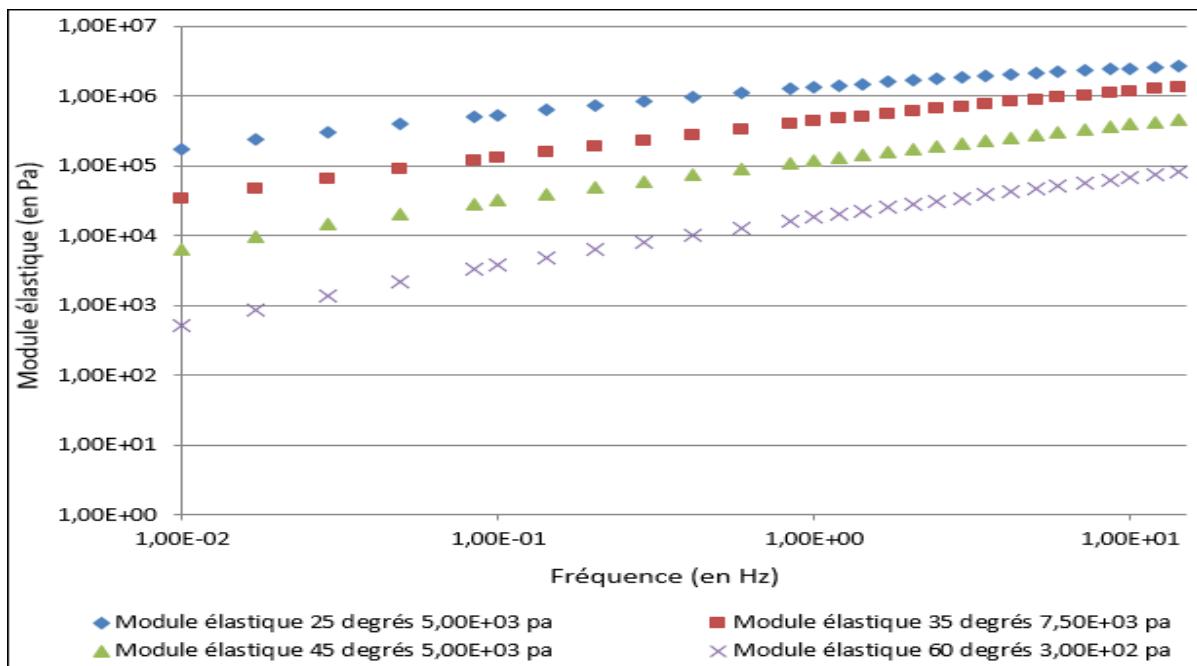
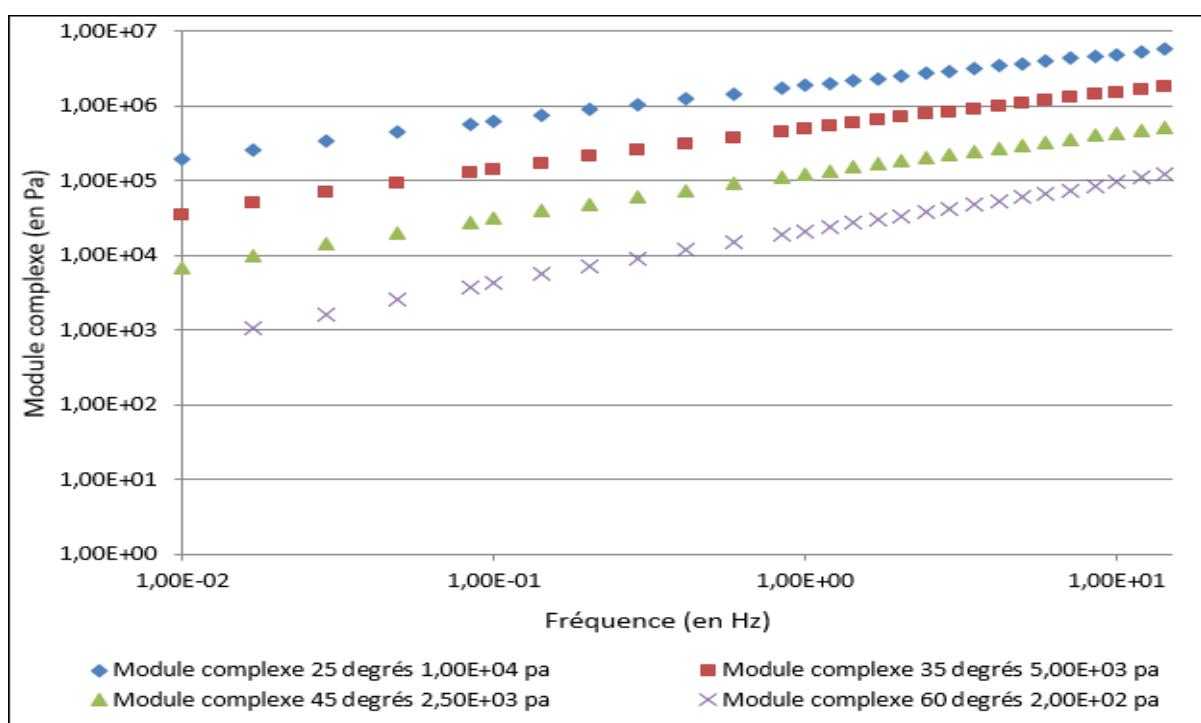
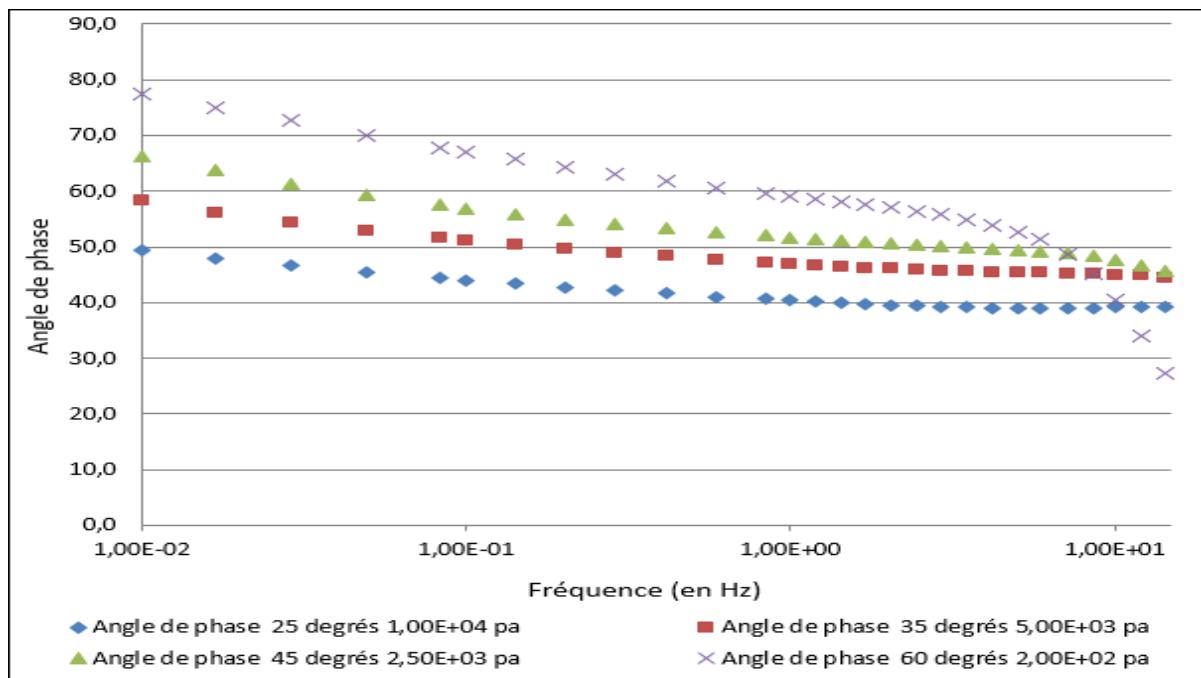


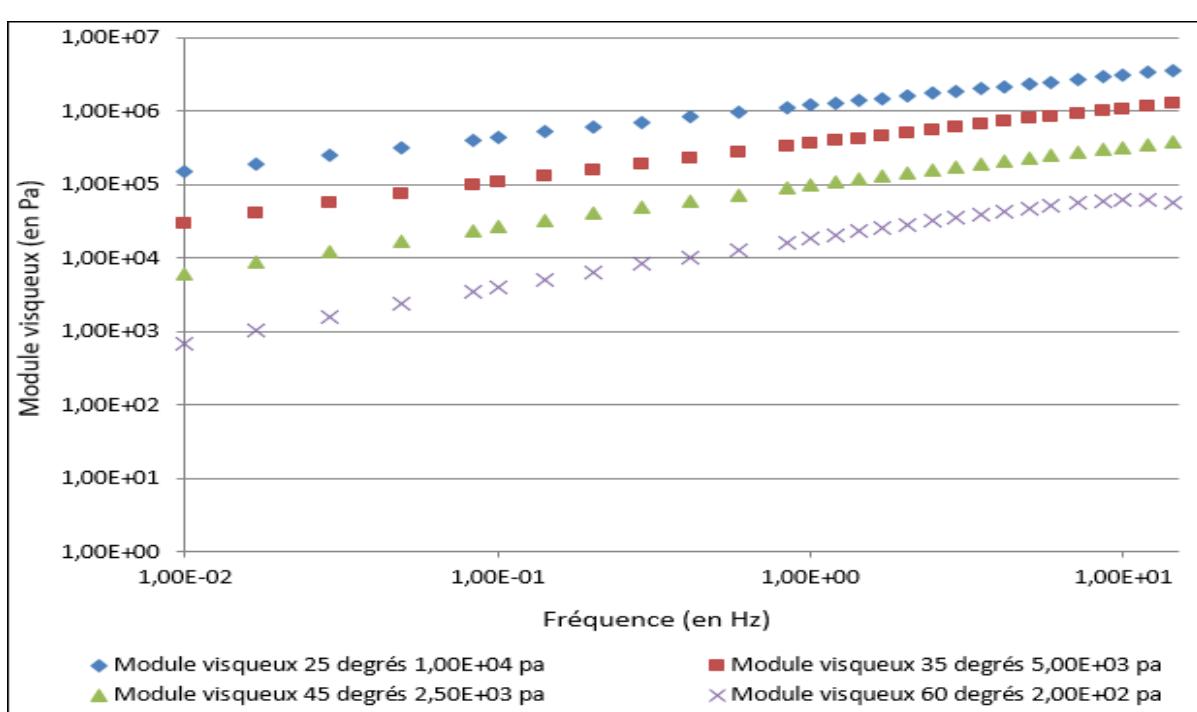
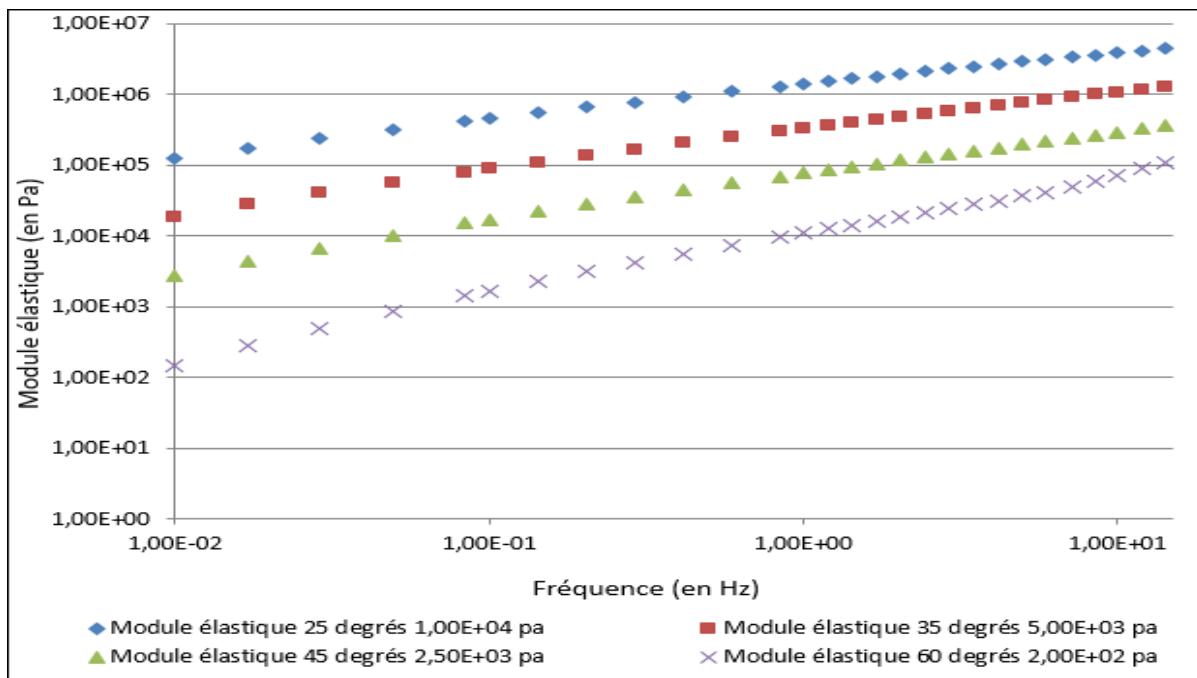
Figure-A II-12 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume A RTFO

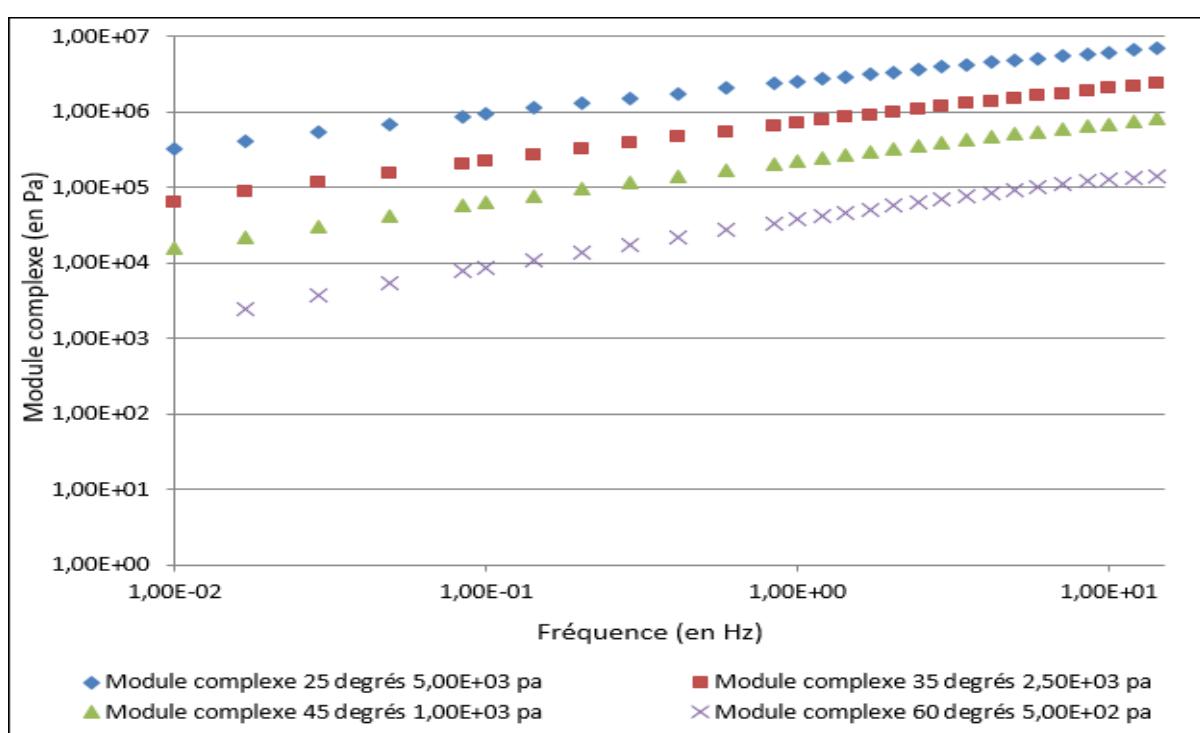
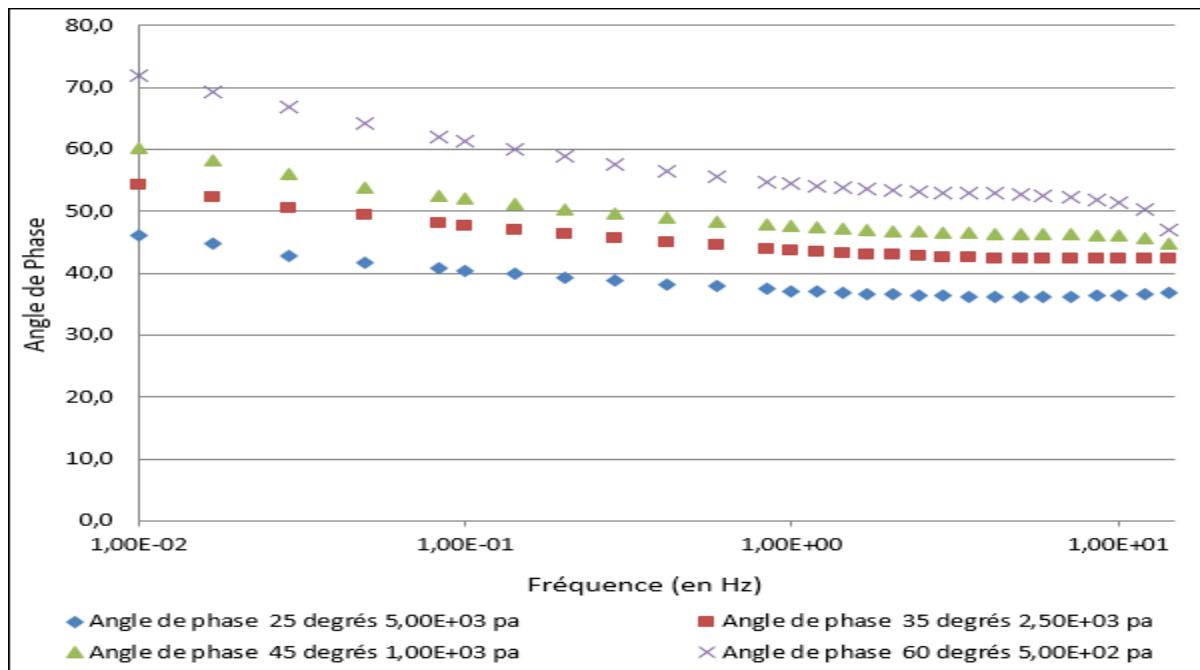
300 min











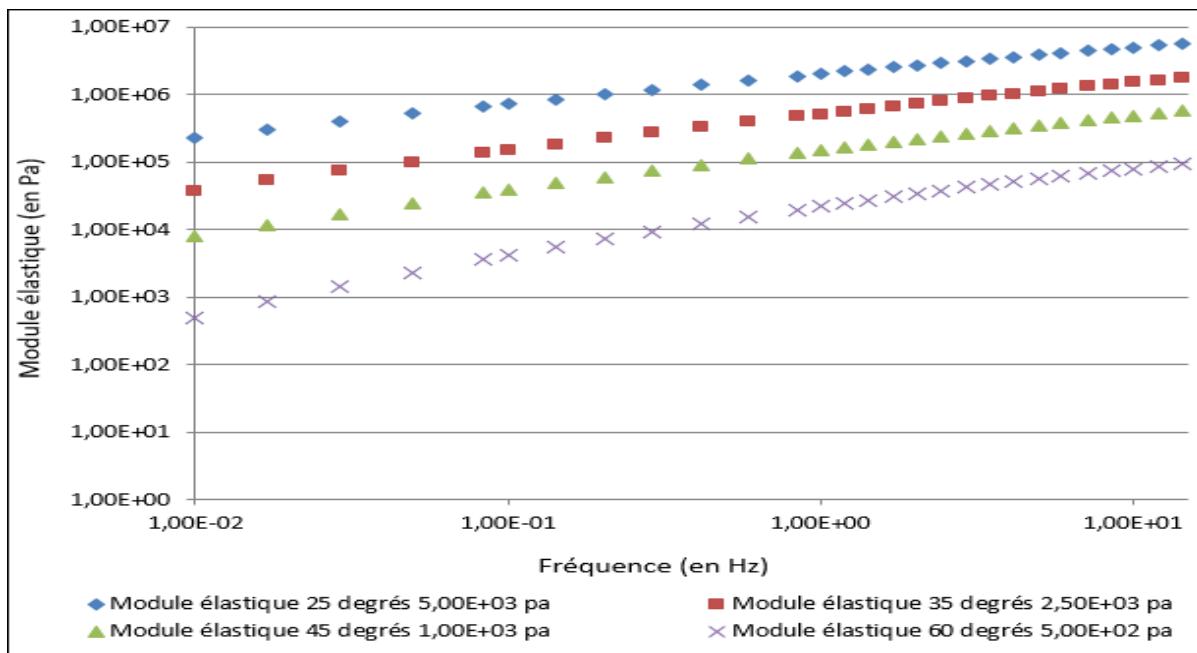


Figure-A II-23 Superposition des isothermes de module élastique du Bitume A PAV
0 heures

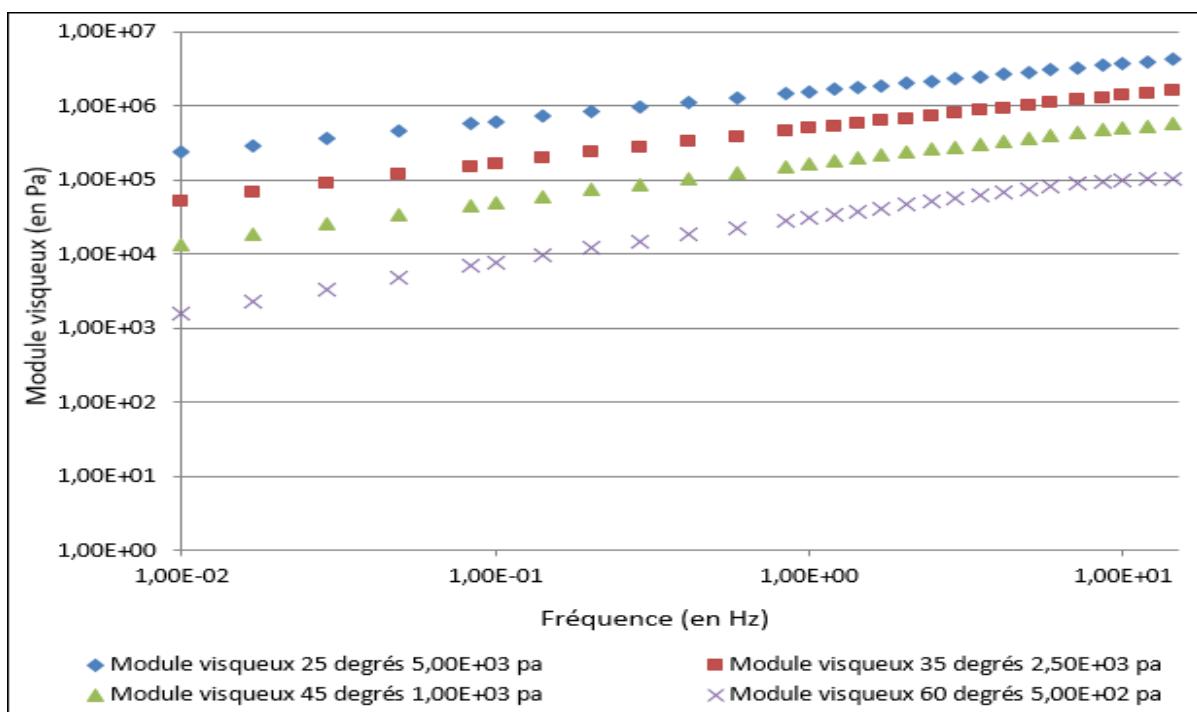
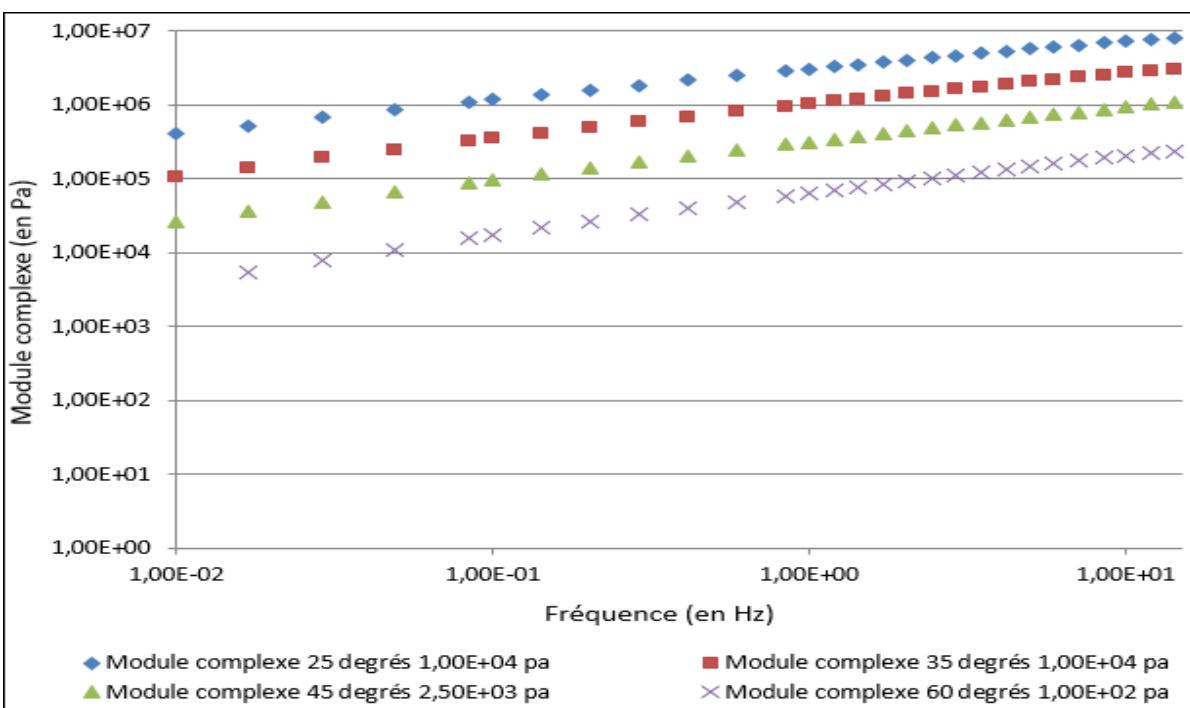
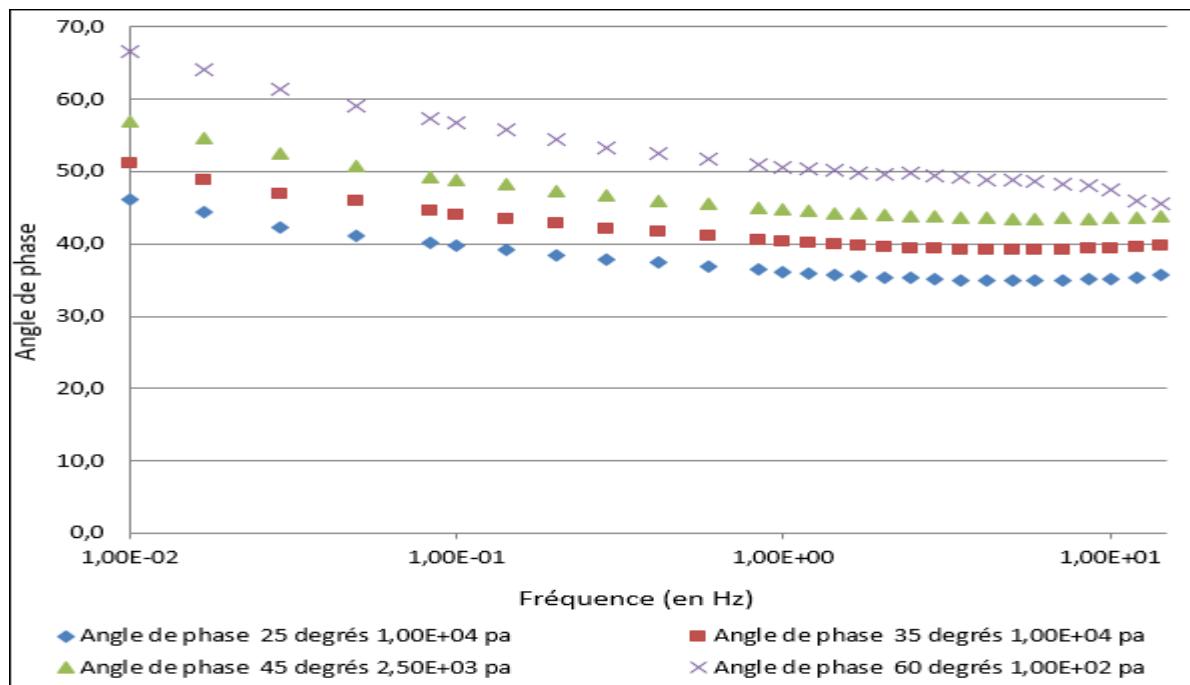
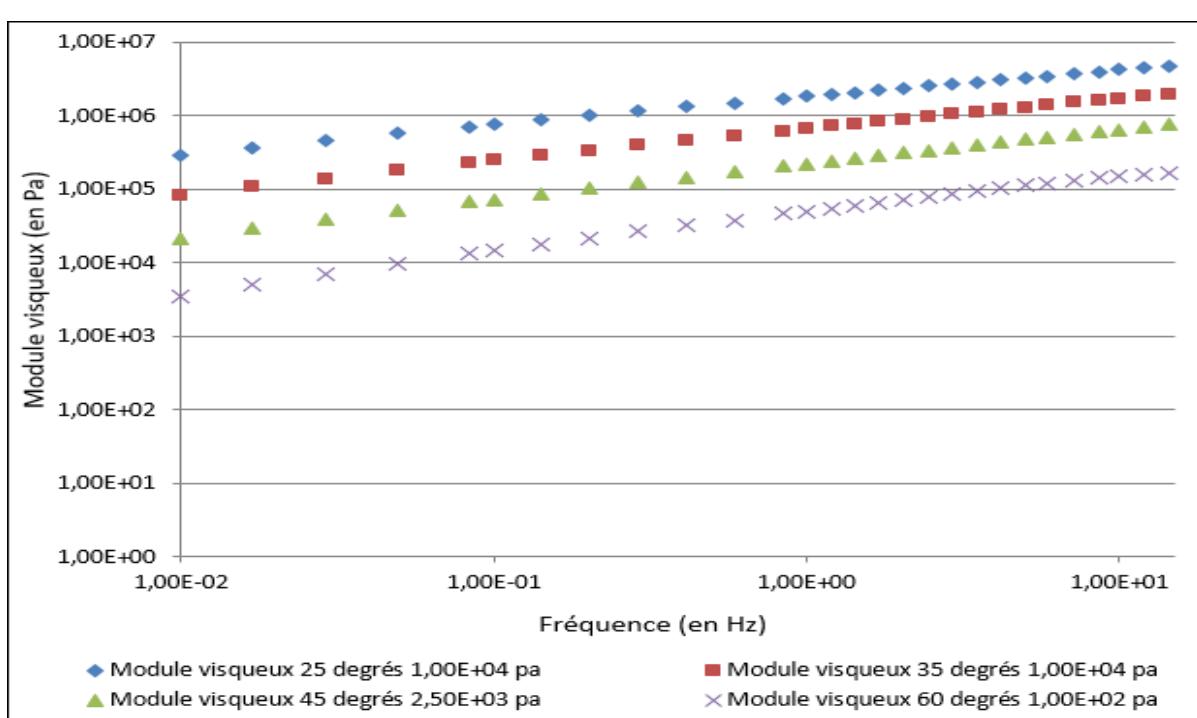
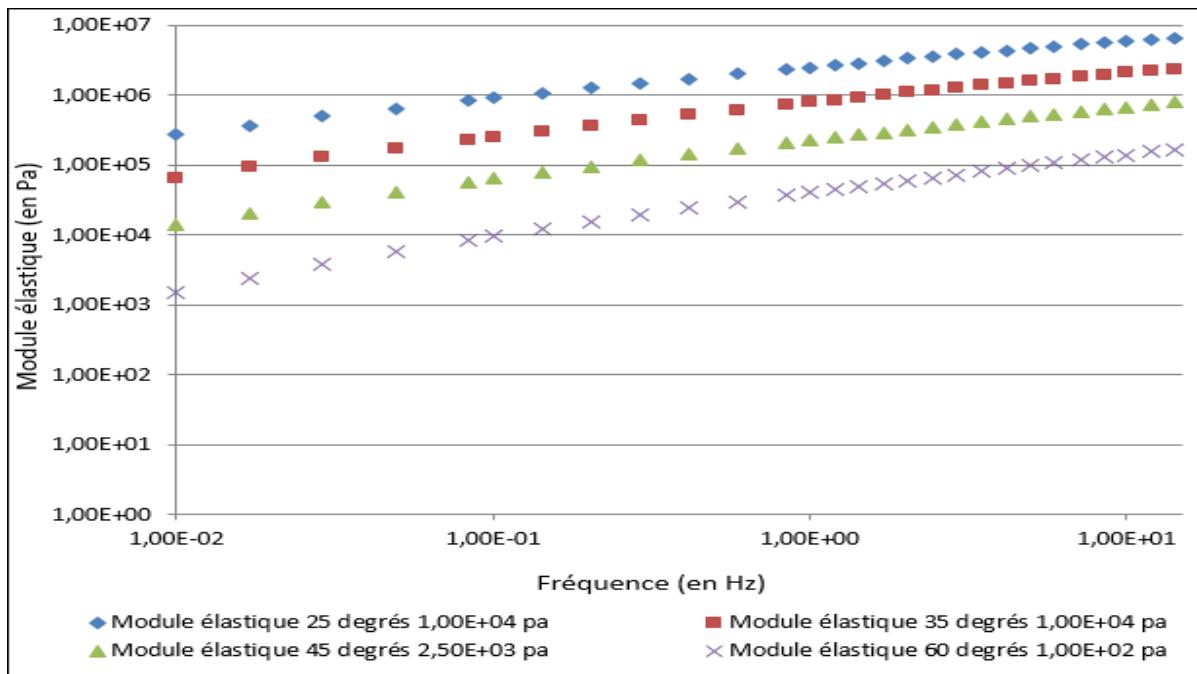
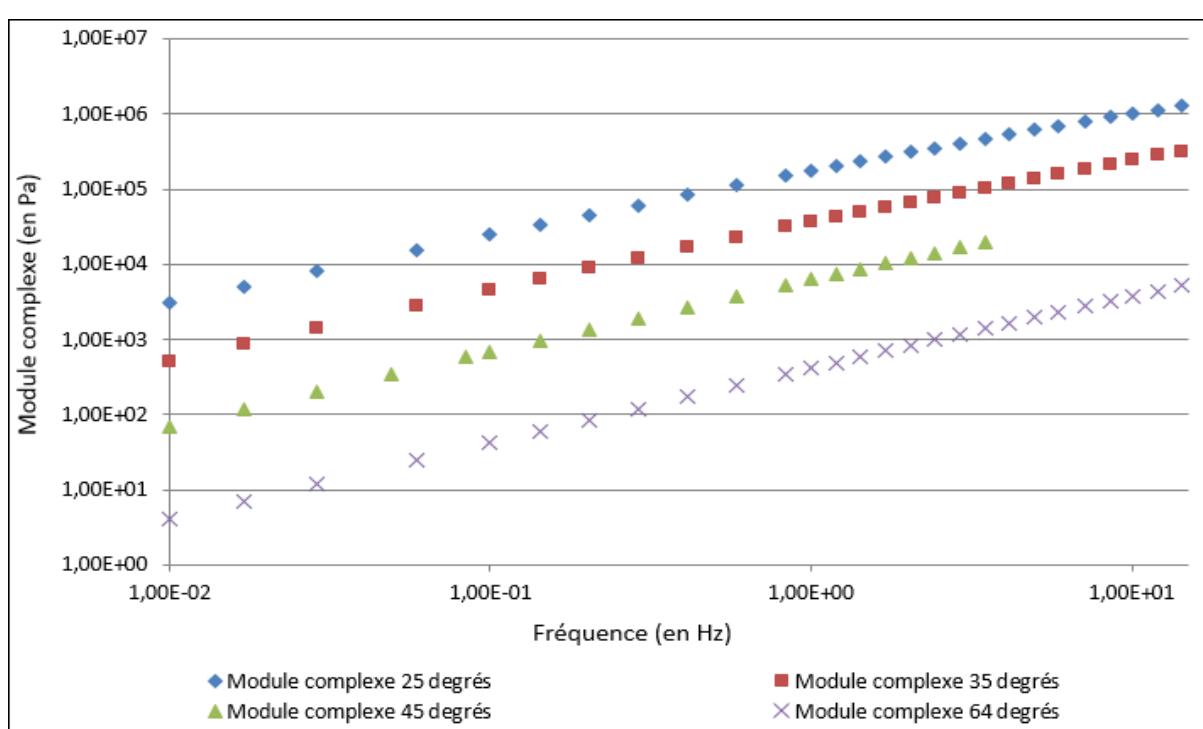
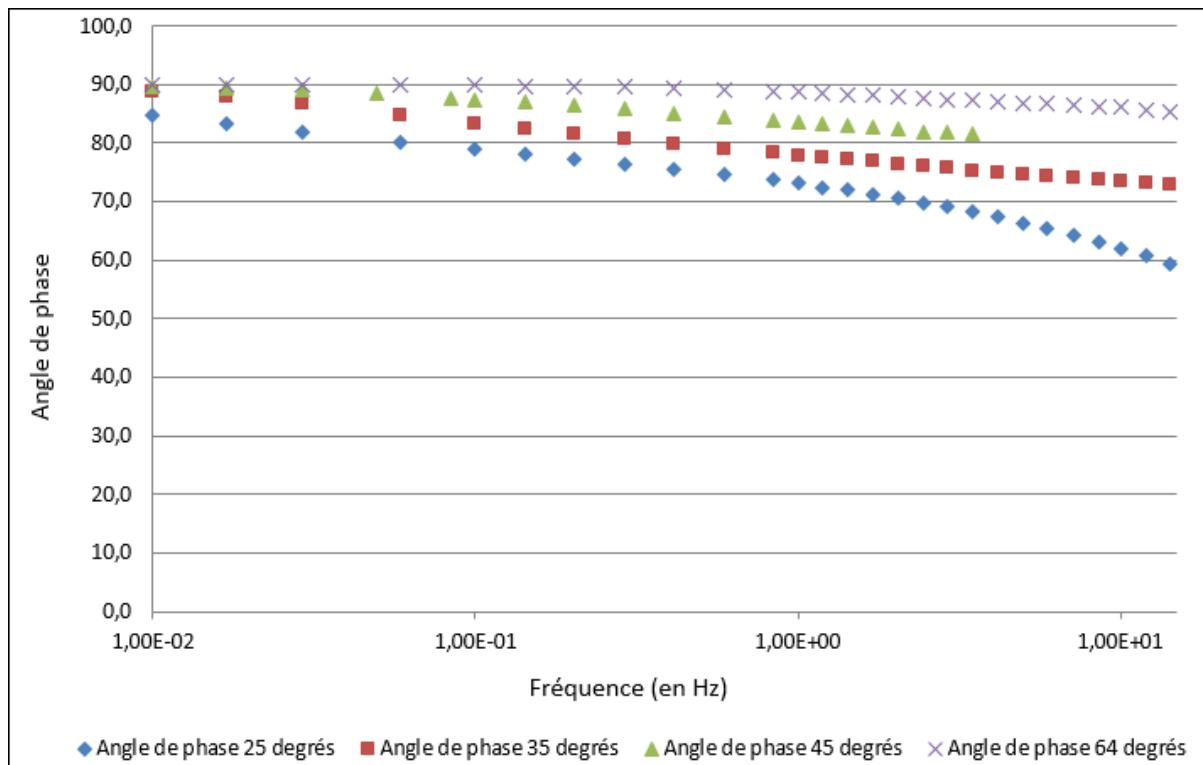


Figure-A II-24 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume A PAV
30 heures







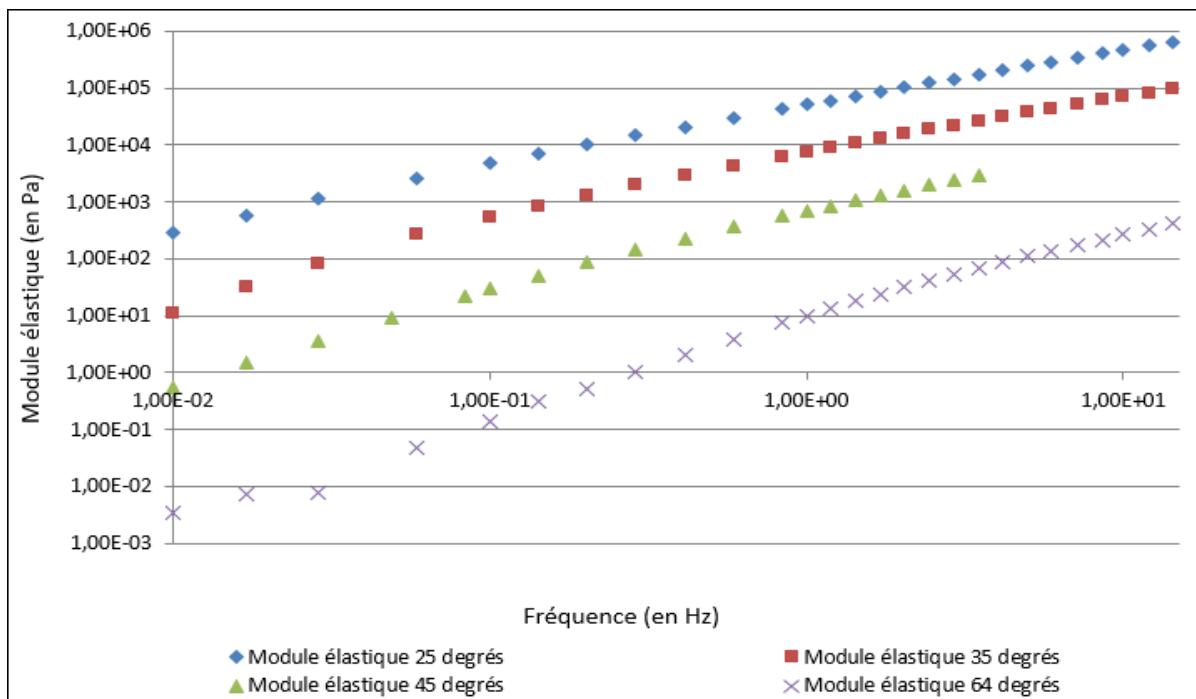


Figure-A II-31 Superposition des isothermes de module élastique du Bitume B Original

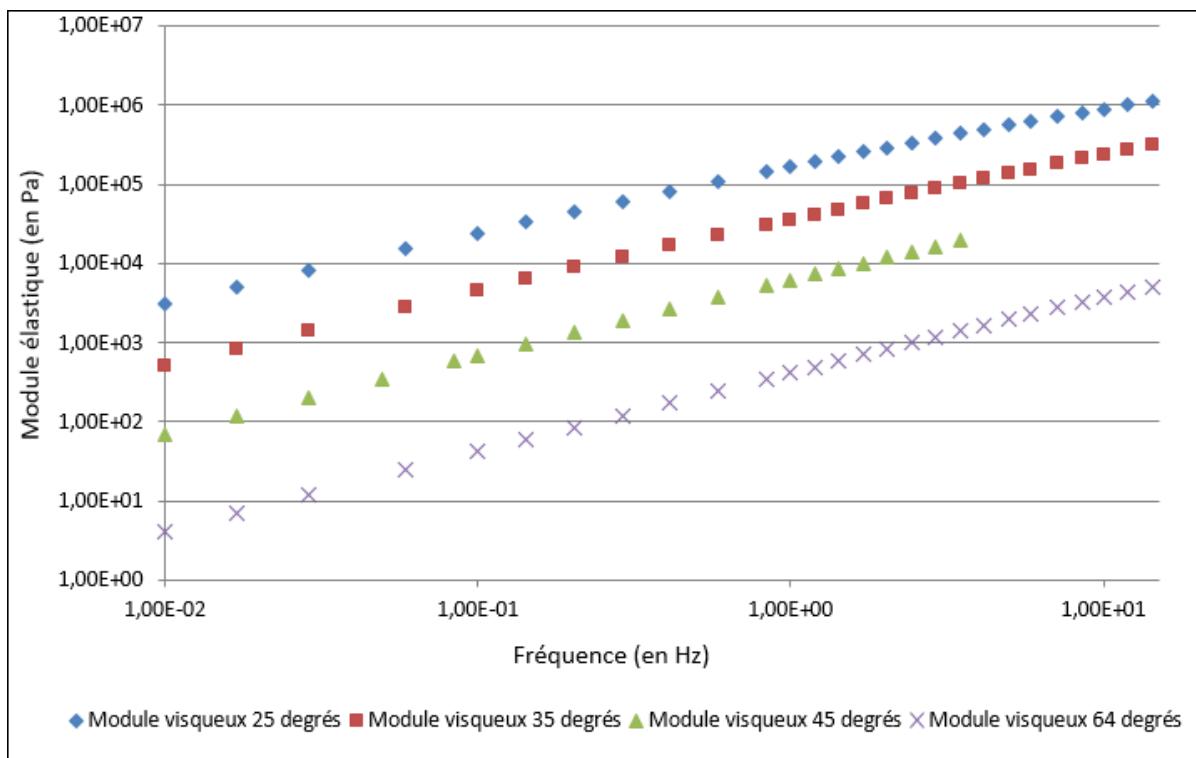


Figure-A II-32 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume B Original

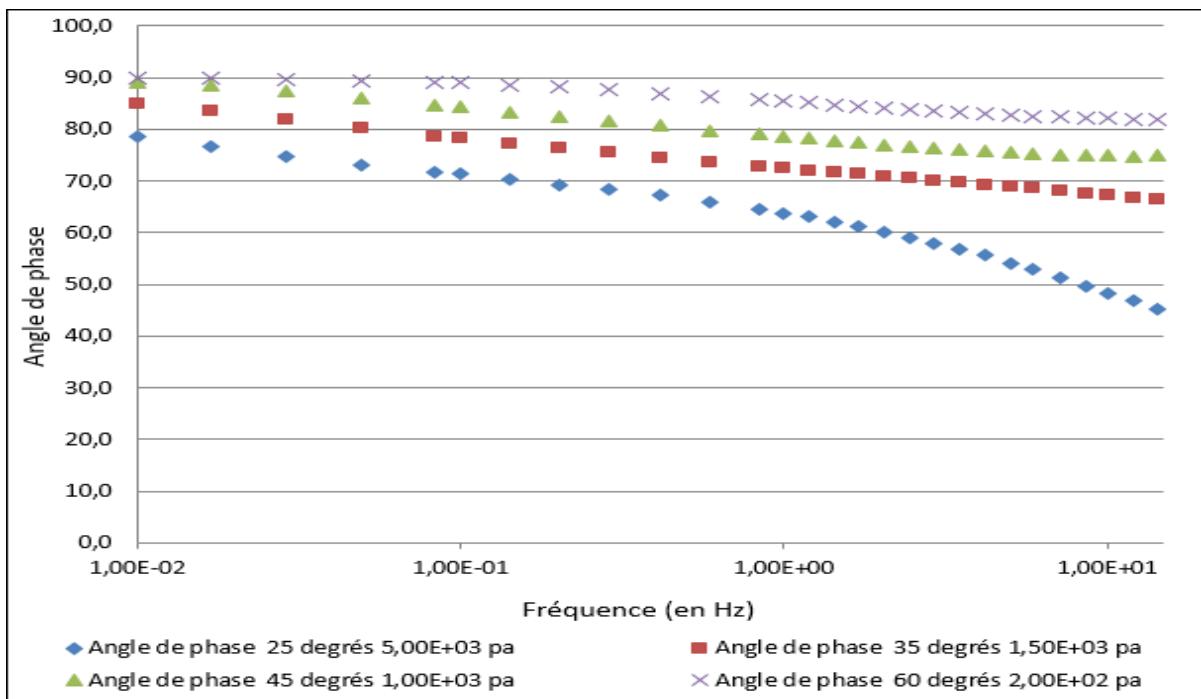


Figure-A II-33 Superposition des isothermes de l'angle de phase du Bitume B RTFO 85 min

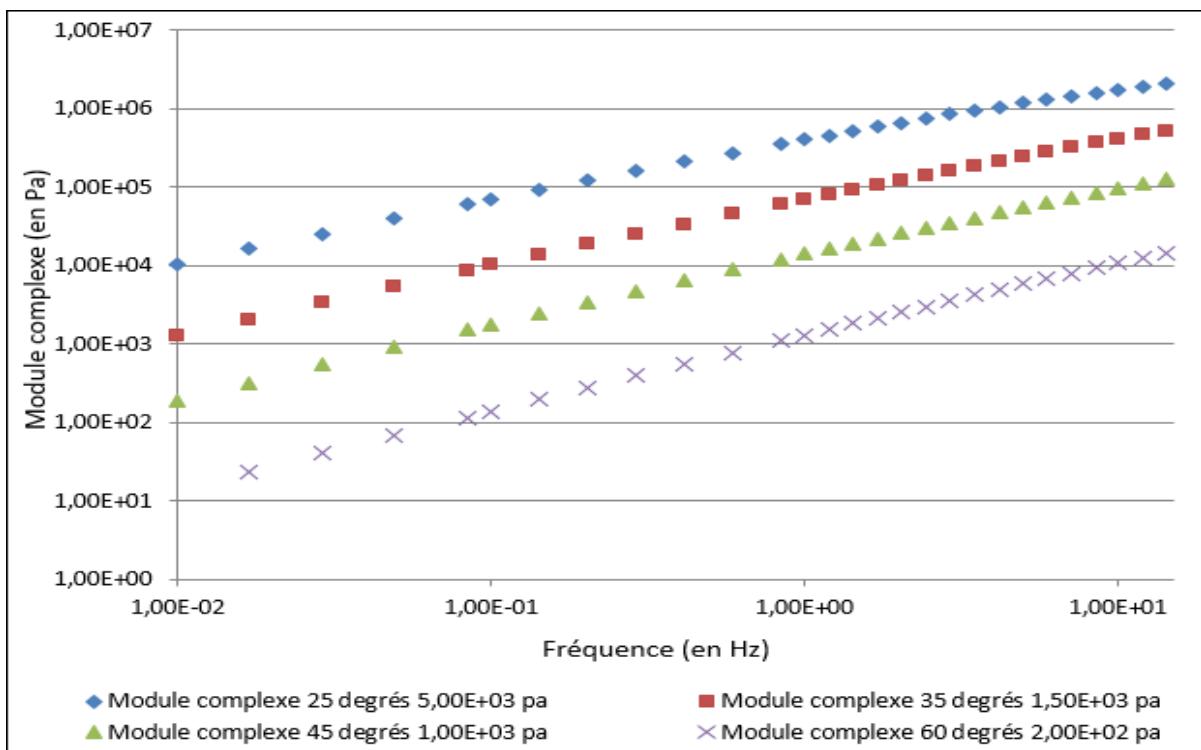


Figure-A II-34 Superposition des isothermes de module complexe du Bitume B RTFO 85 min

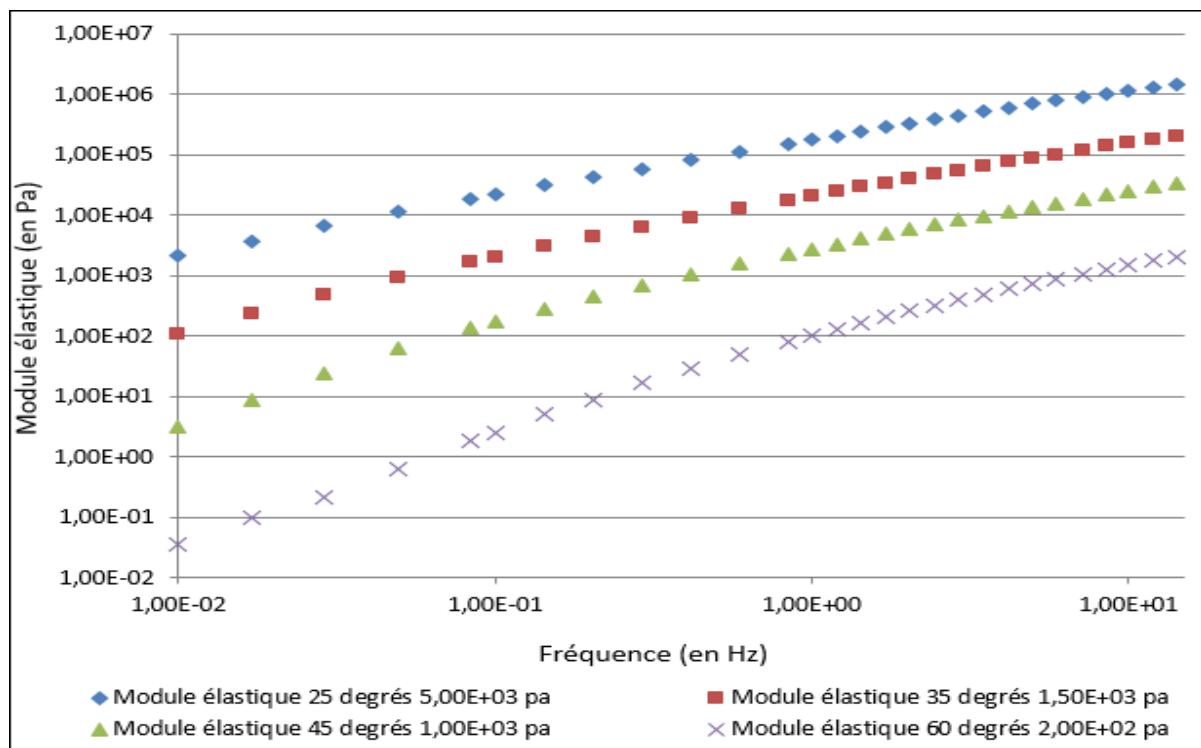


Figure-A II-35 Superposition des isothermes de module élastique du Bitume B RTFO 85 min

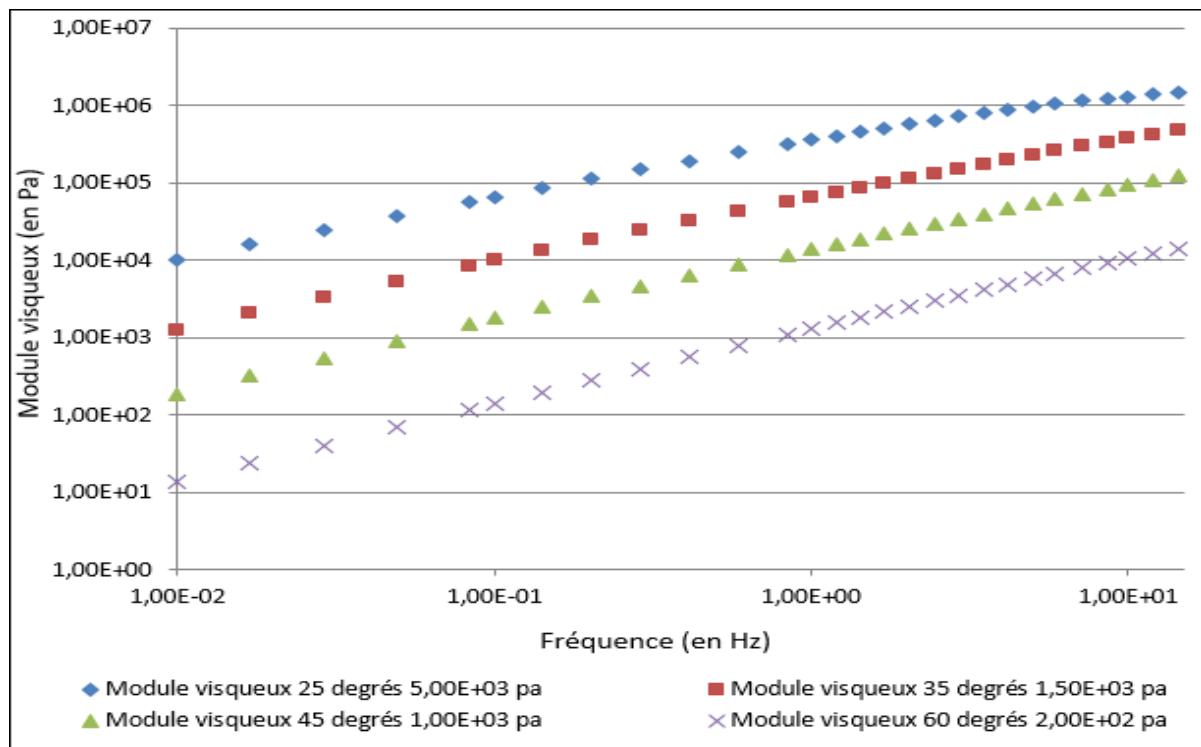
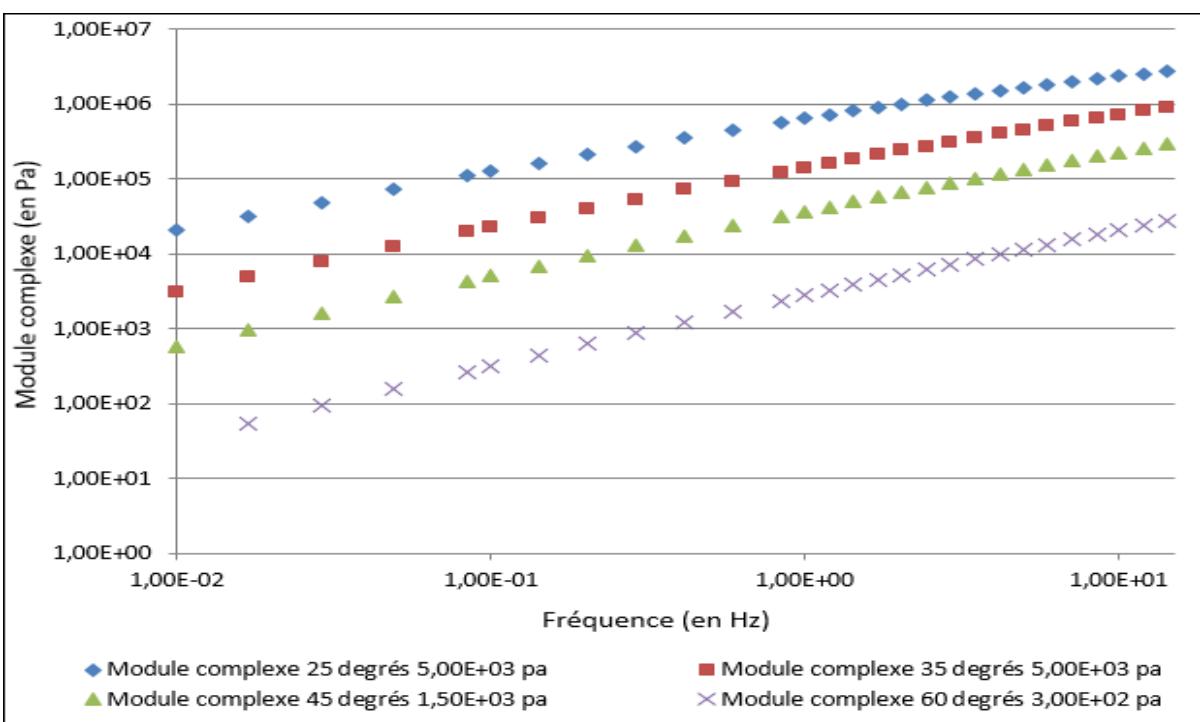
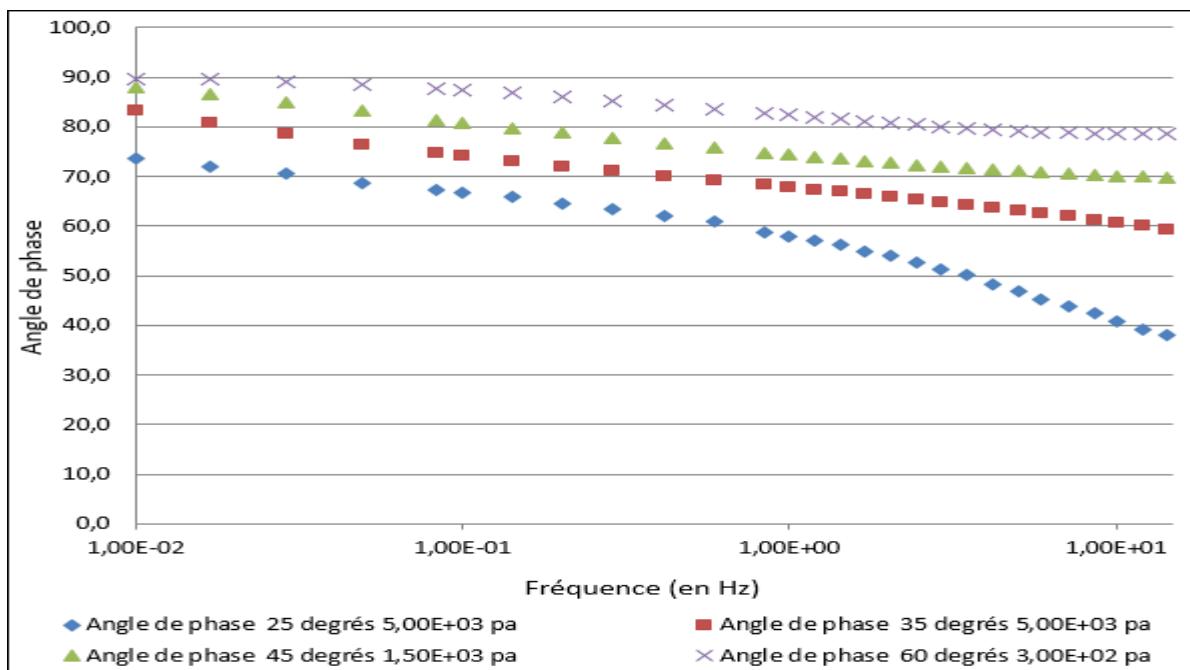
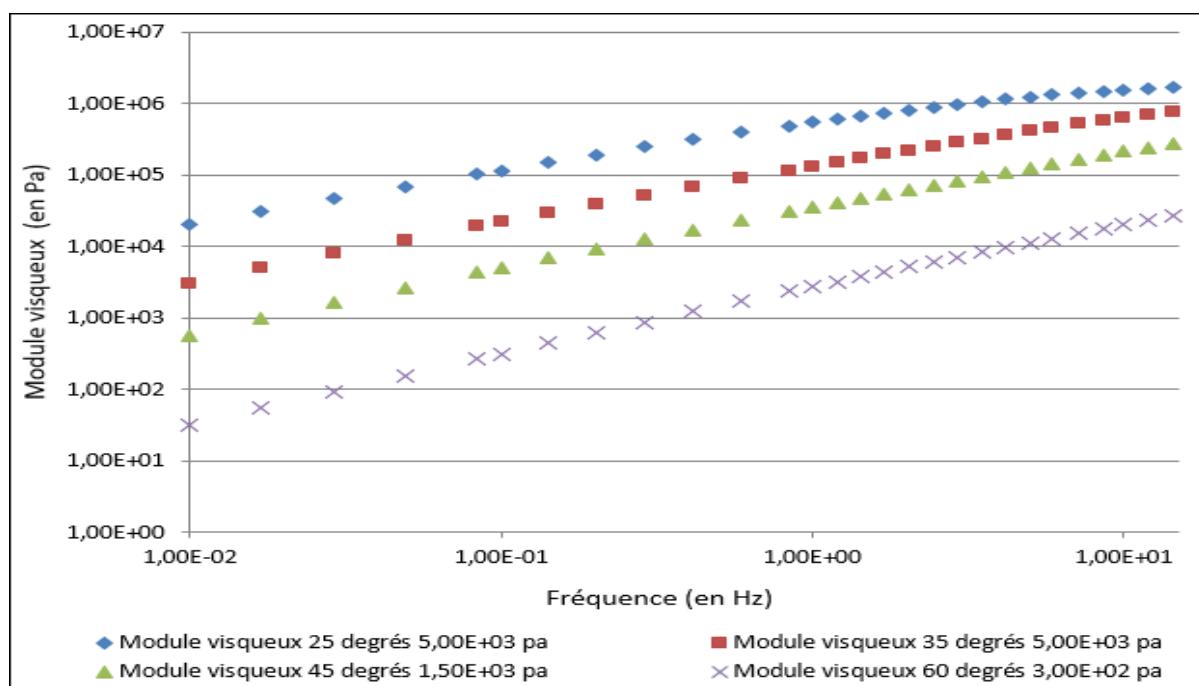
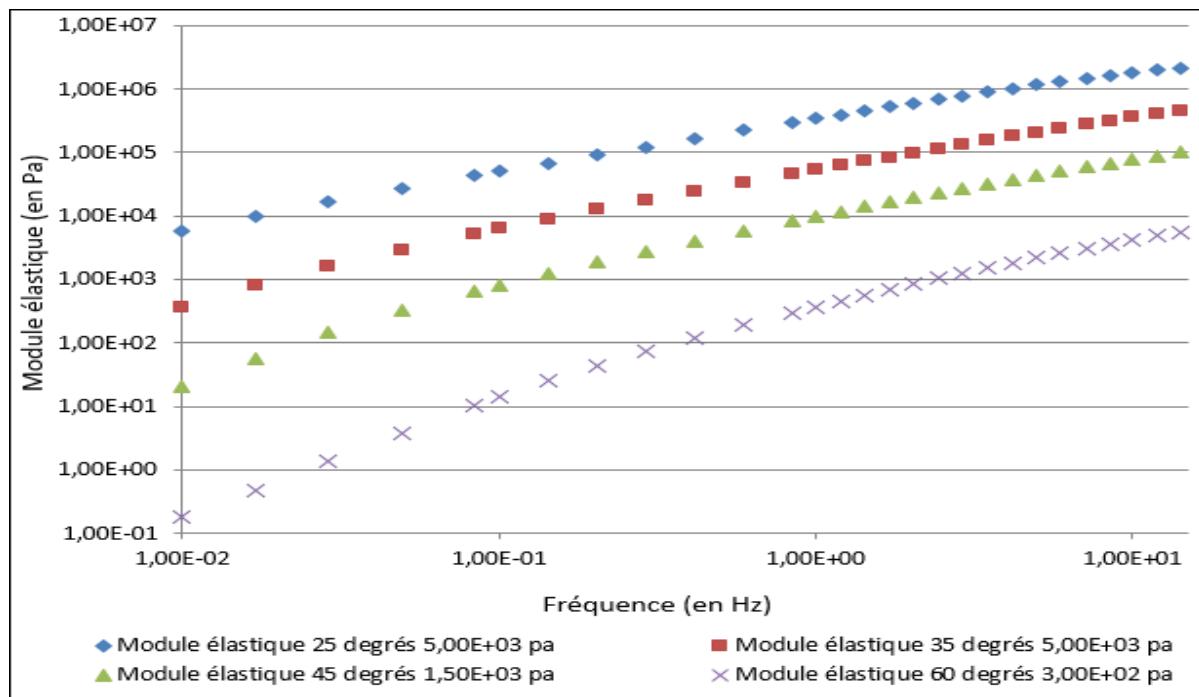
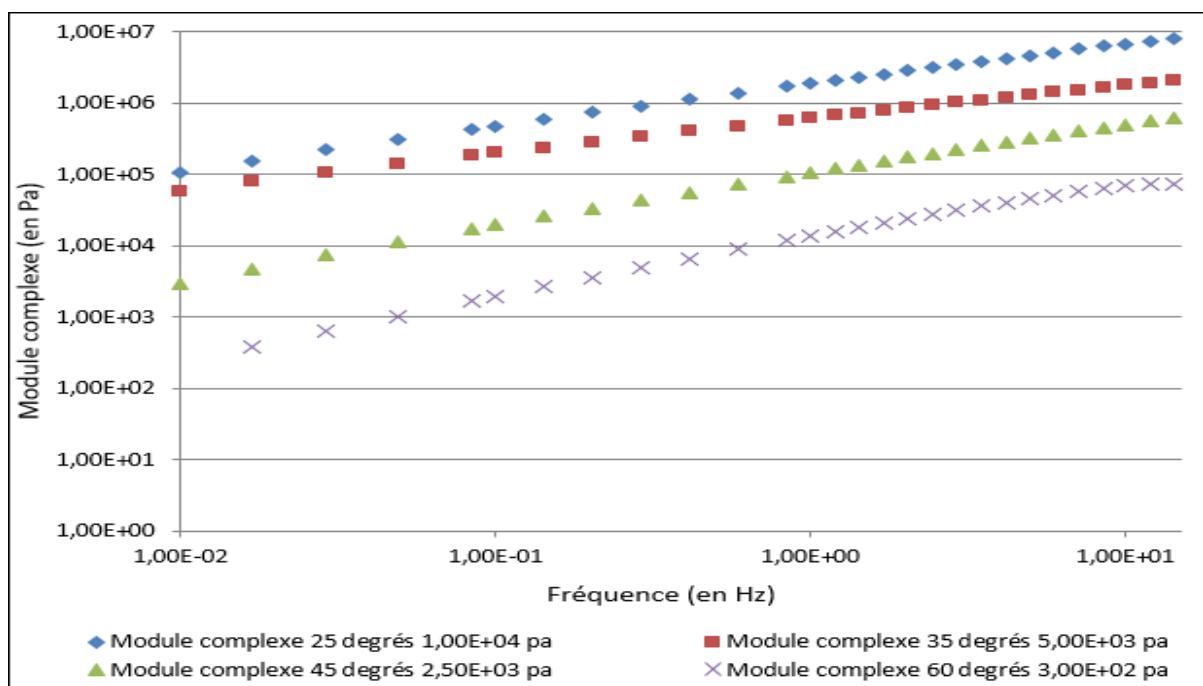
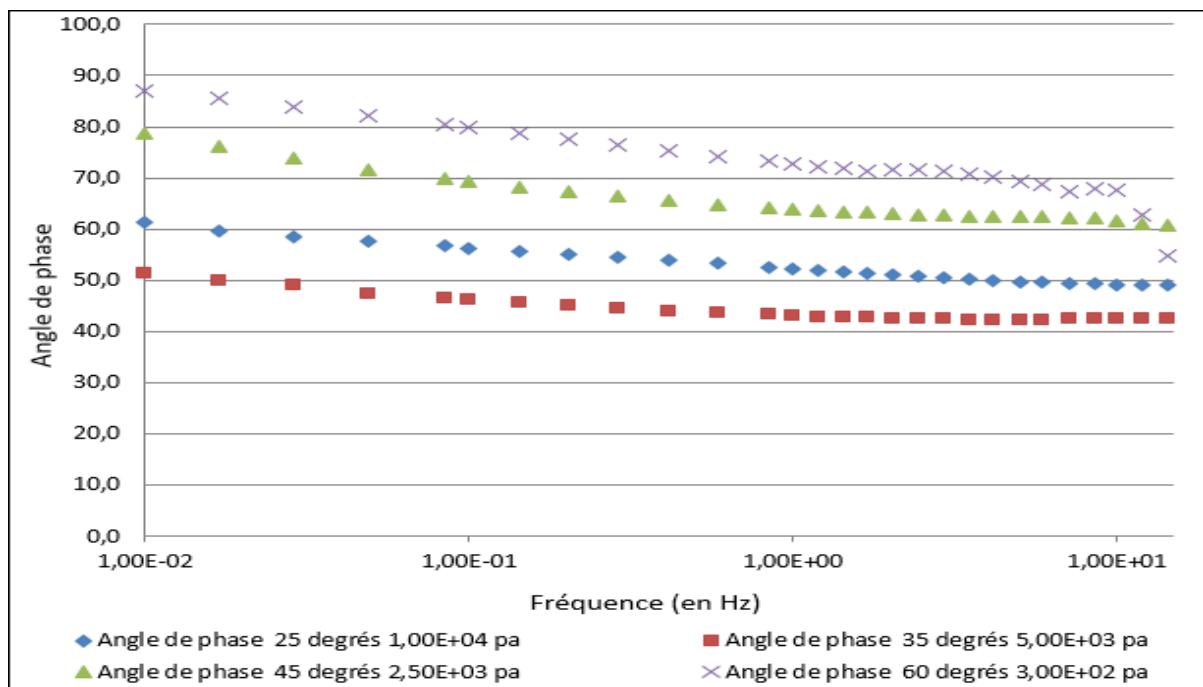
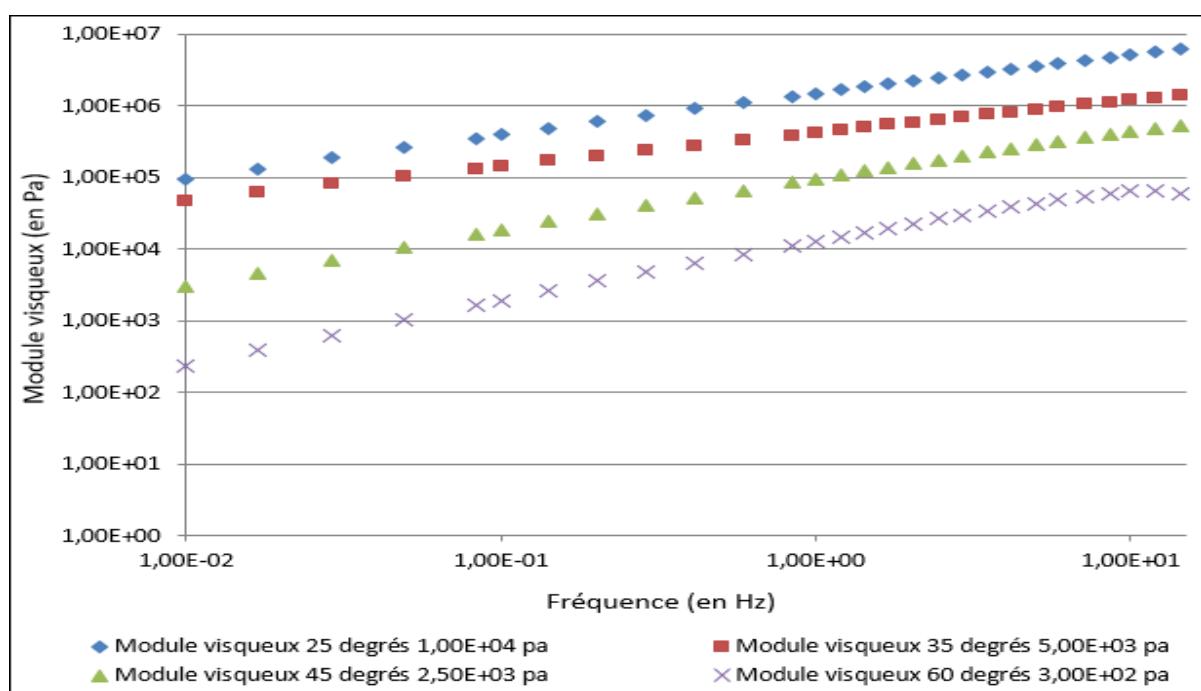
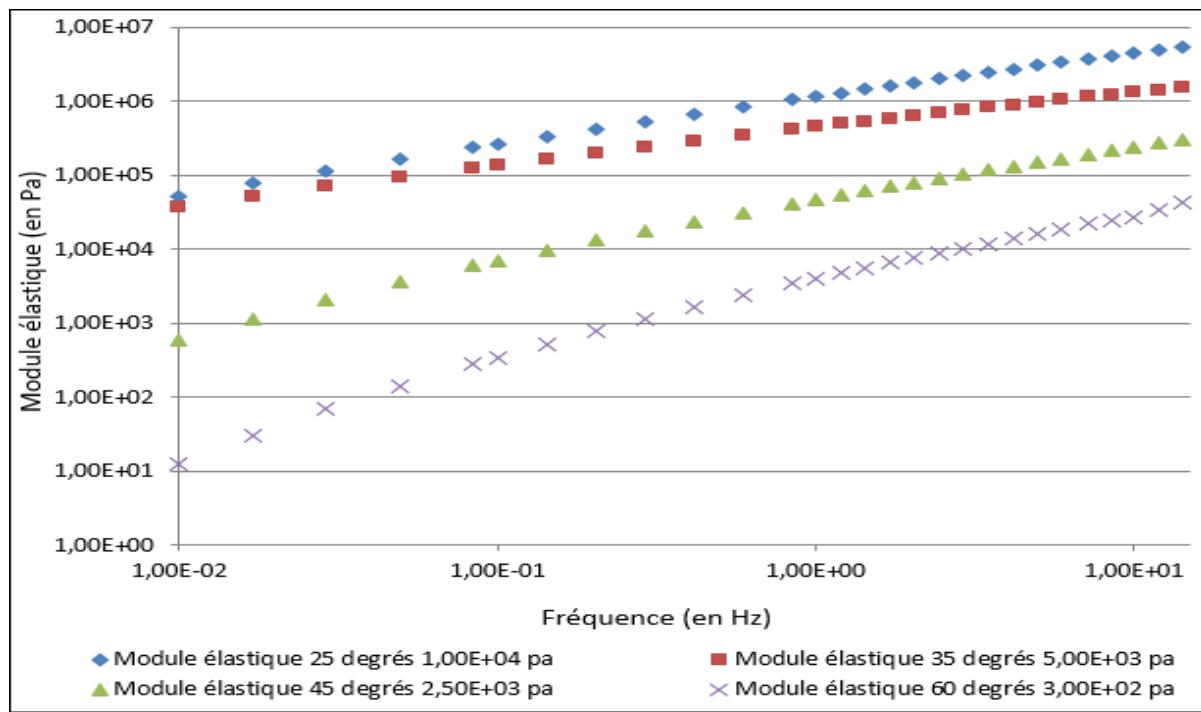


Figure-A II-36 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume B RTFO 85 min









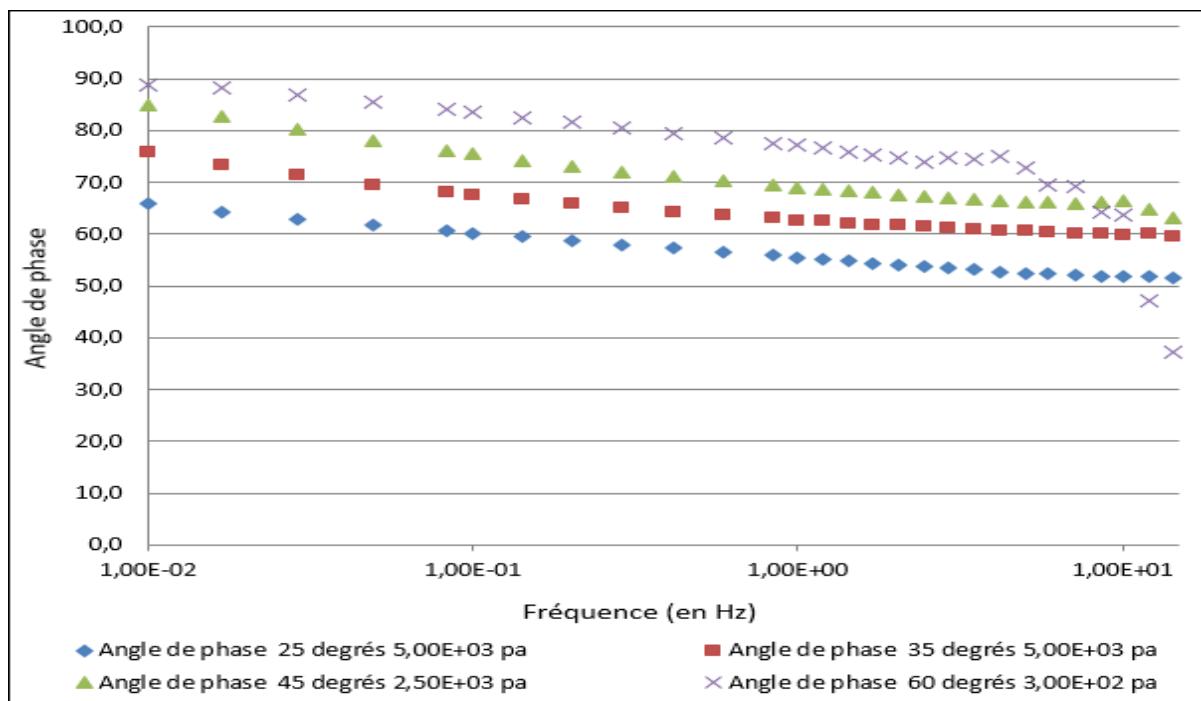


Figure-A II-45 Superposition des isothermes de l'angle de phase du Bitume B PAV
20 heures

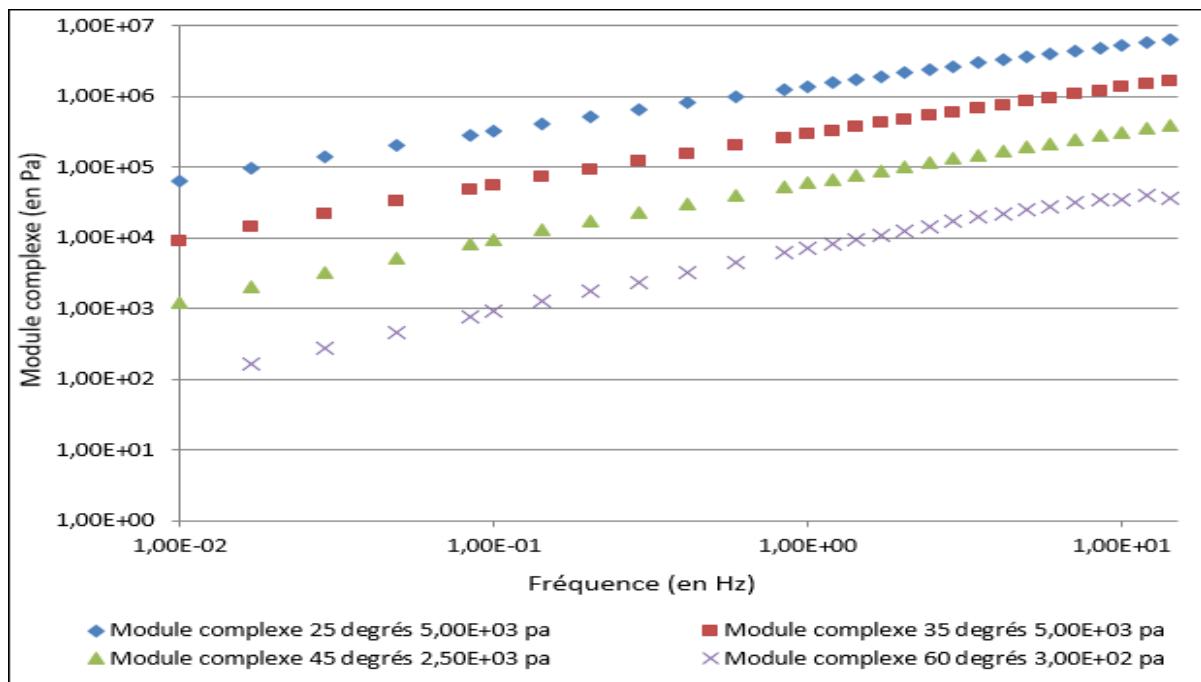
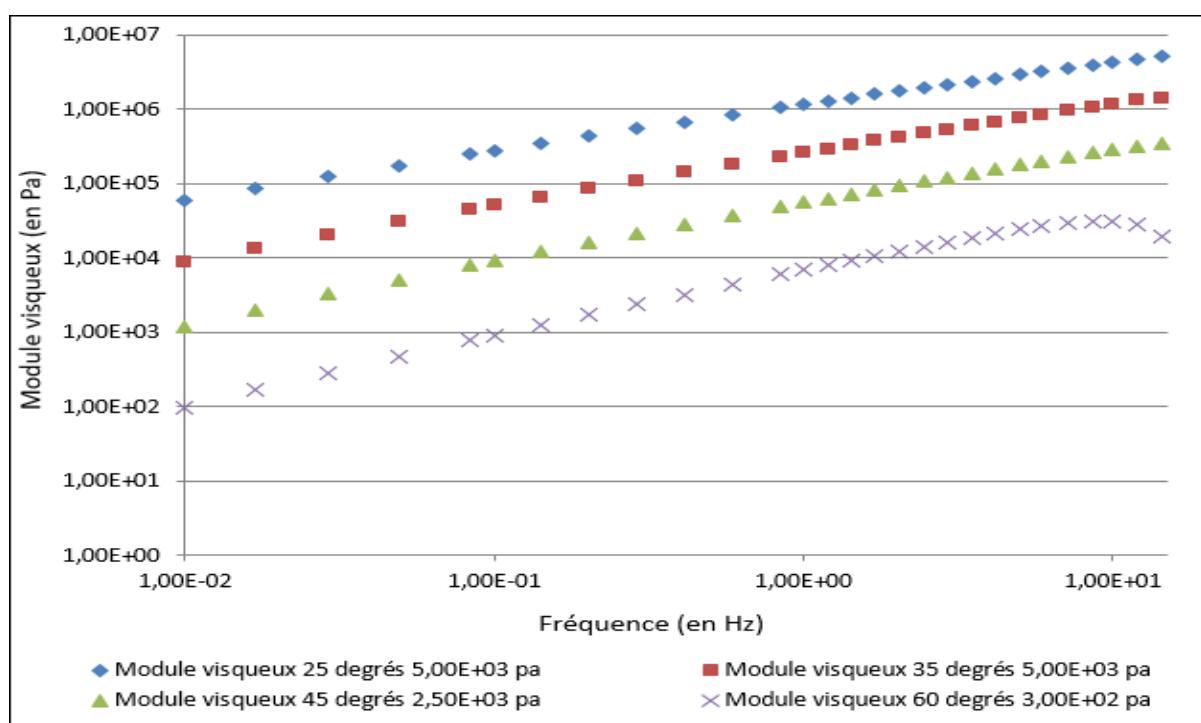
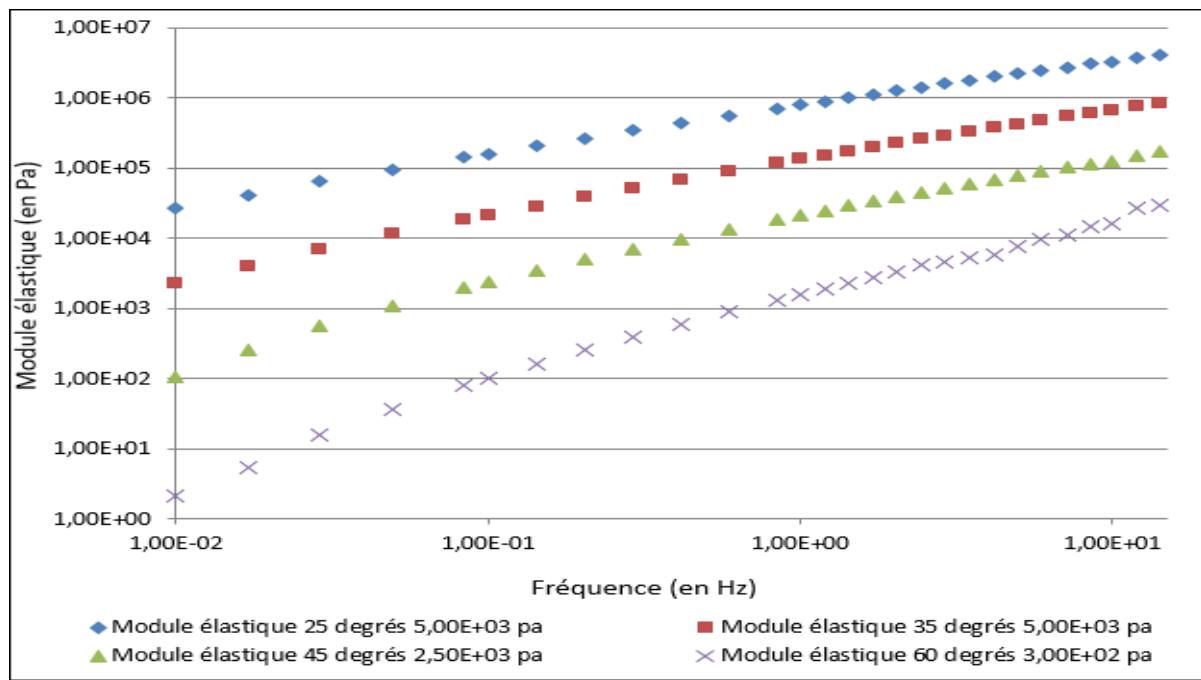
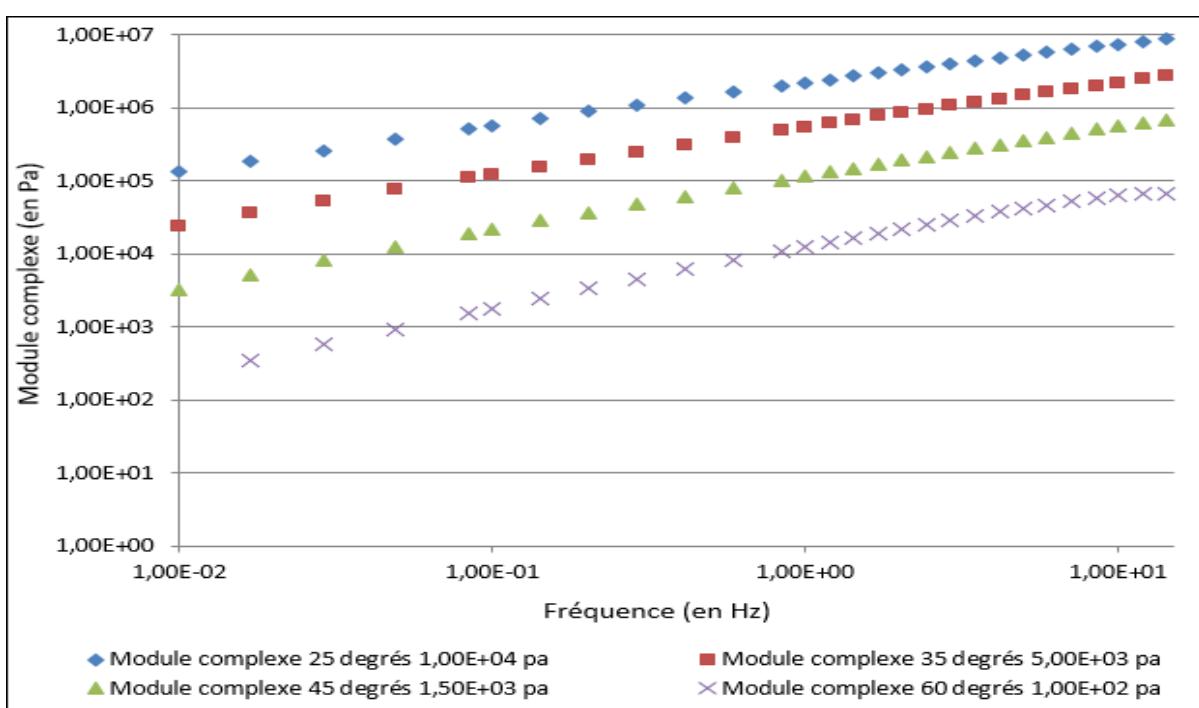
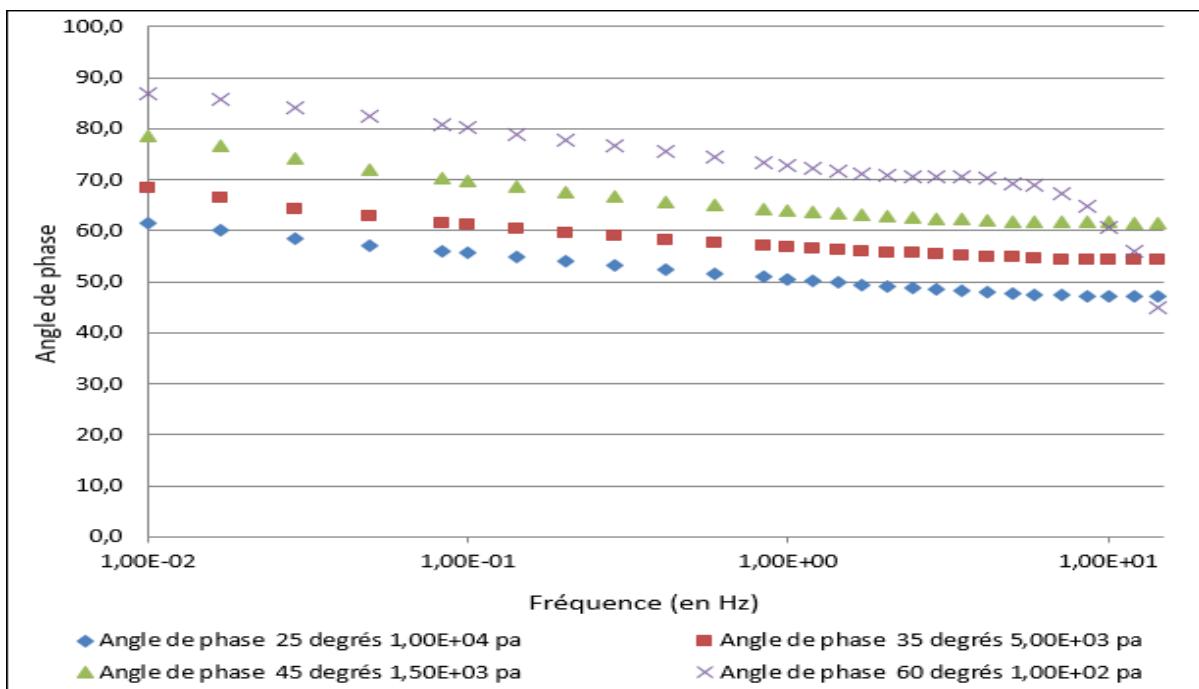
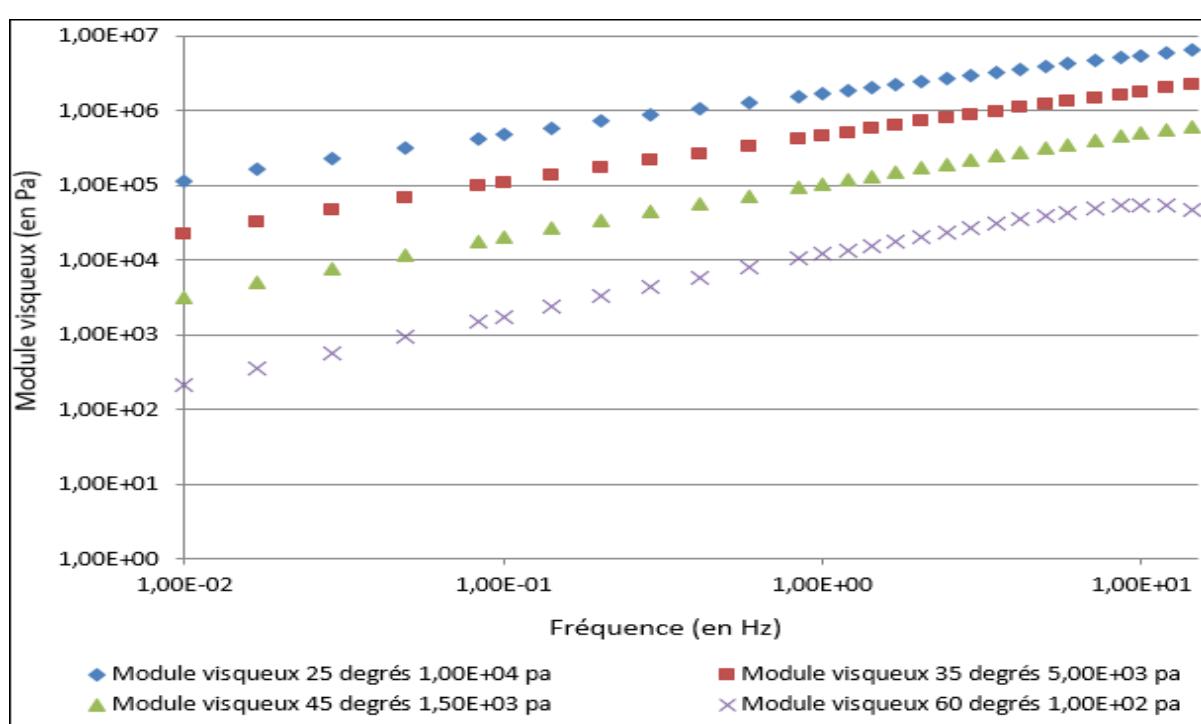
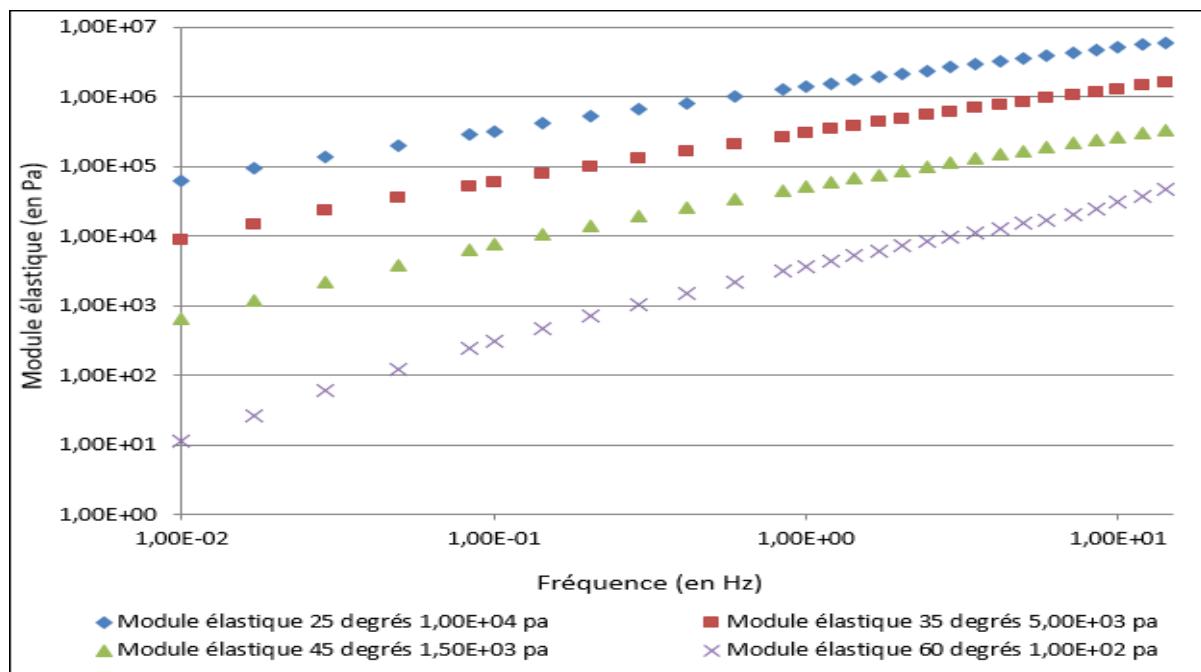
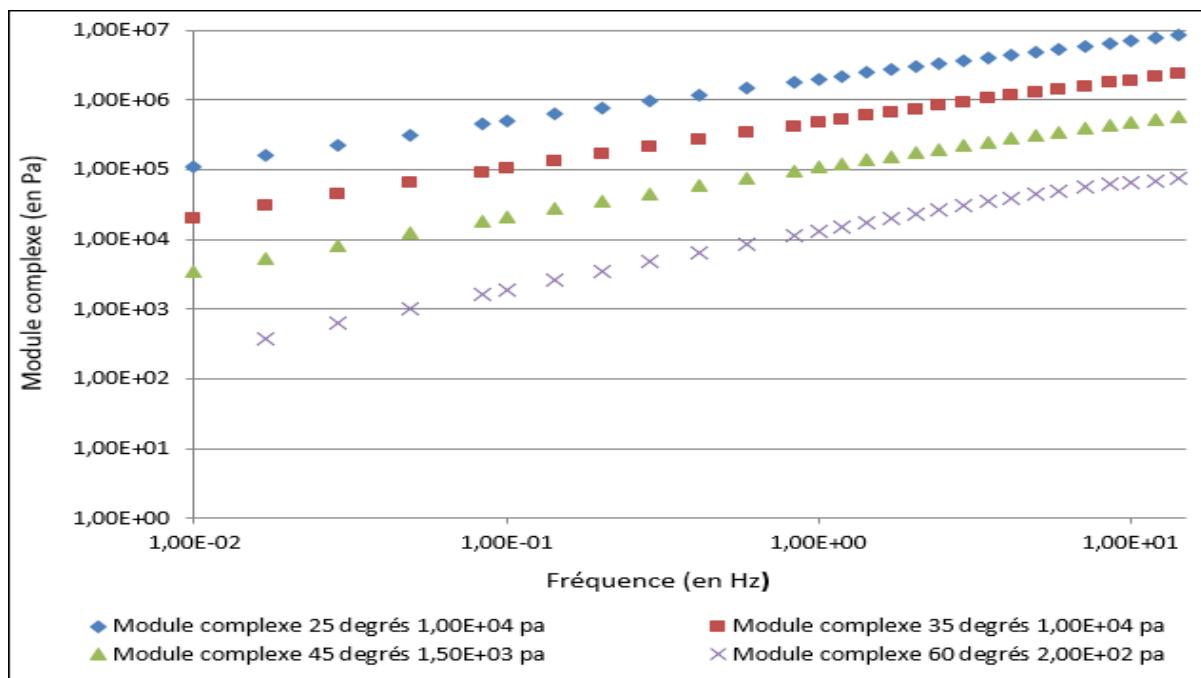
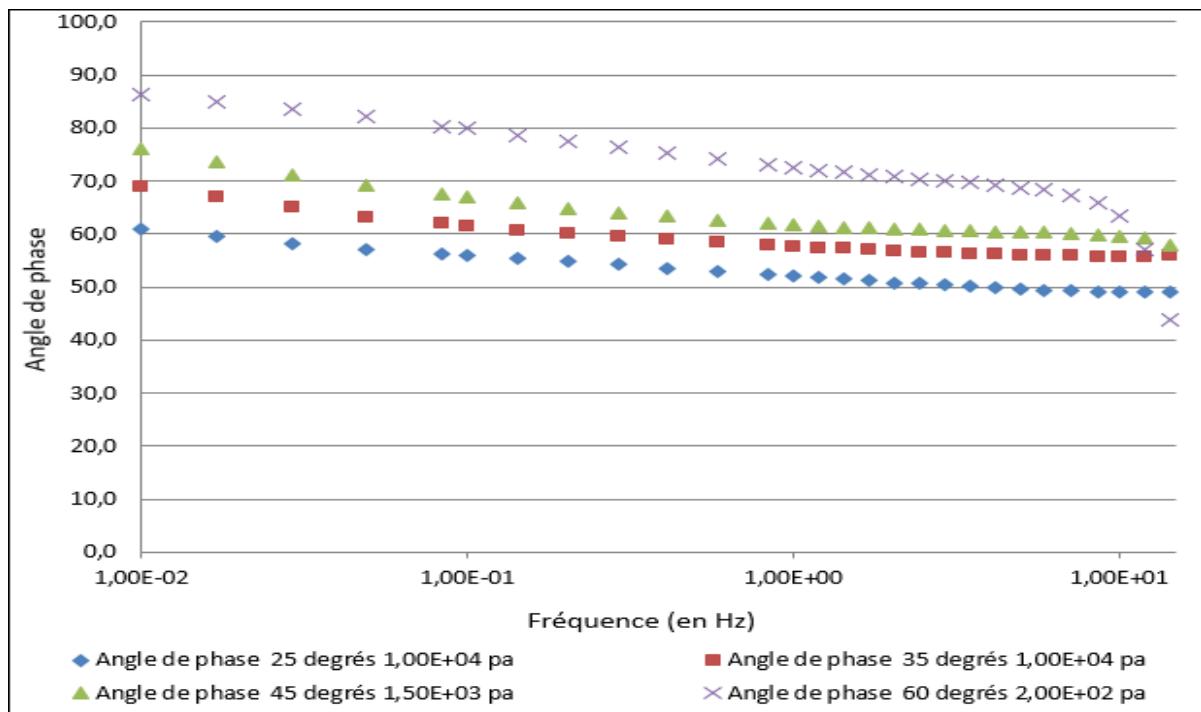


Figure-A II-46 Superposition des isothermes de module complexe du Bitume B PAV
20 heures









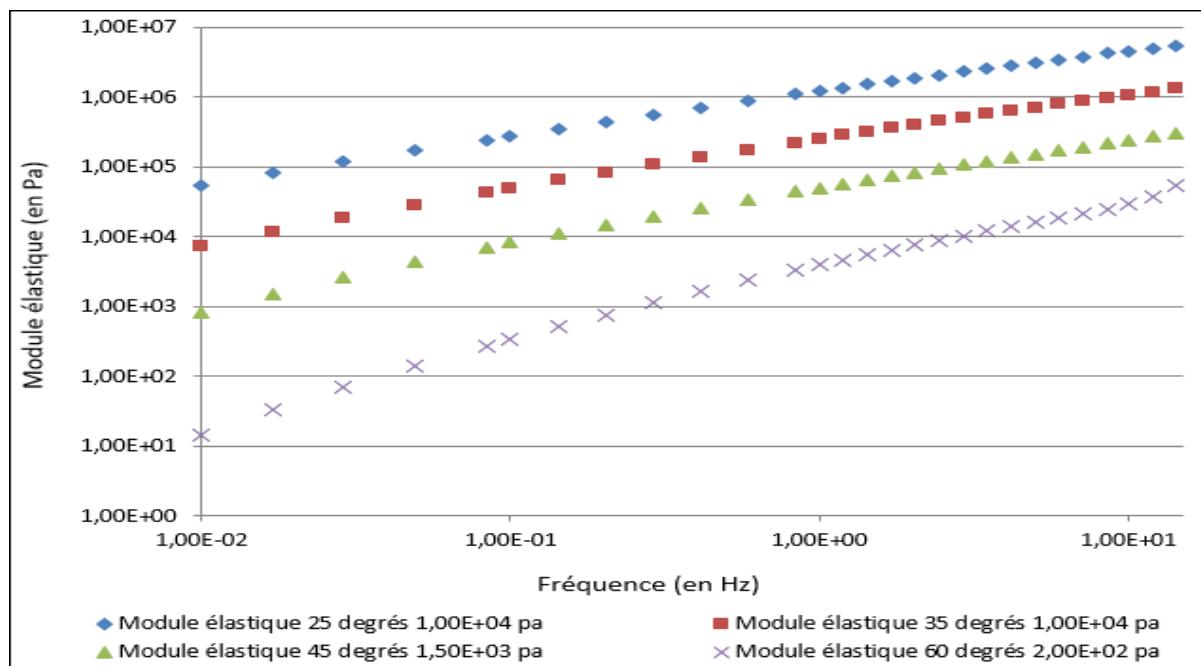


Figure-A II-55 Superposition des isothermes de module élastique du Bitume B PAV

40 heures

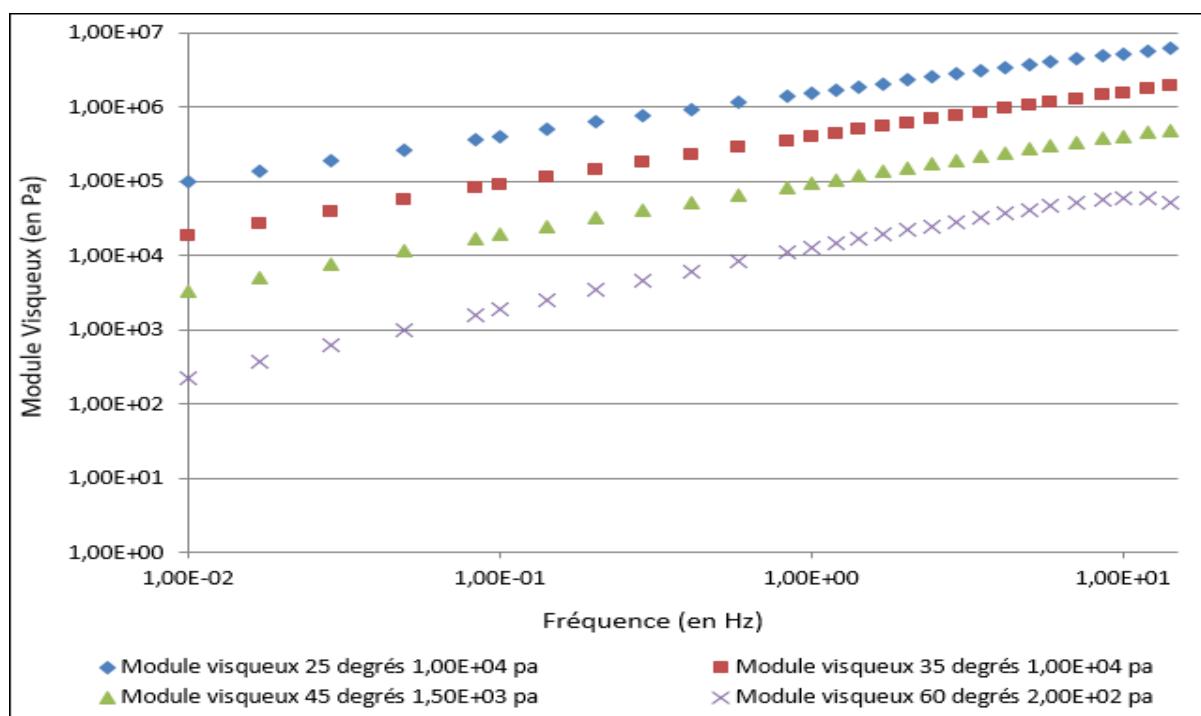


Figure-A II-56 Superposition des isothermes de module visqueux du Bitume B PAV

40 heures

ANNEXE III

REPRÉSENTATIONS GRAPHIQUES DES COURBES MAÎTRESSES ET FACTEURS DE VARIATION DU BITUME « B » DANS SES SEPT ÉTATS DE VIEILLISSEMENT

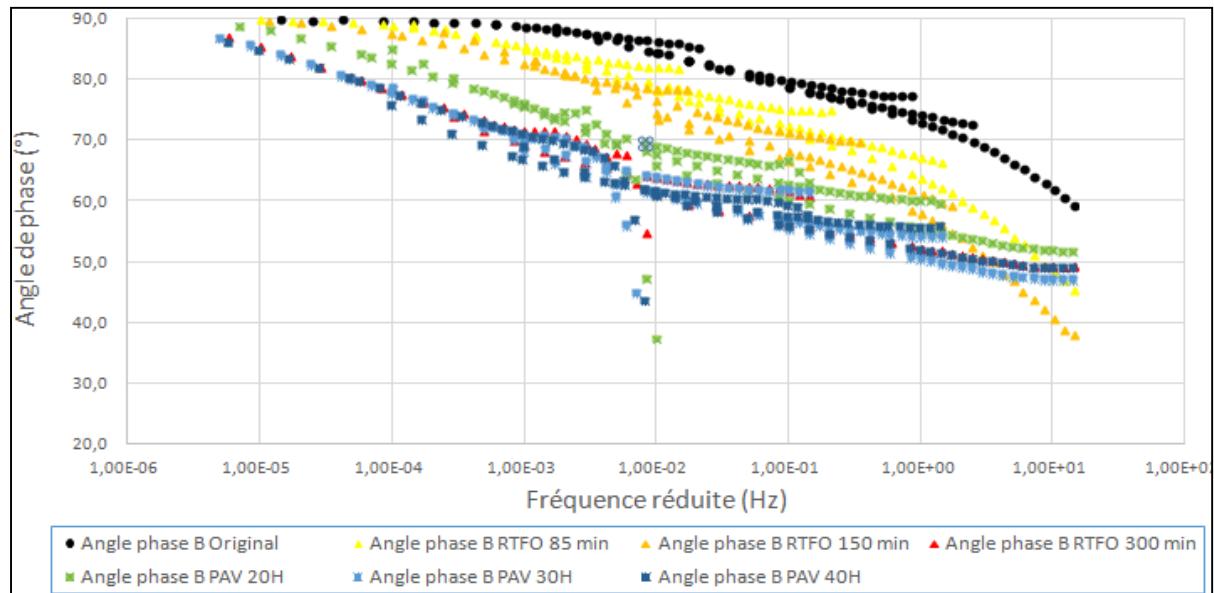


Figure-A III-1 Comparatif des angles de phase des différents états du bitume B

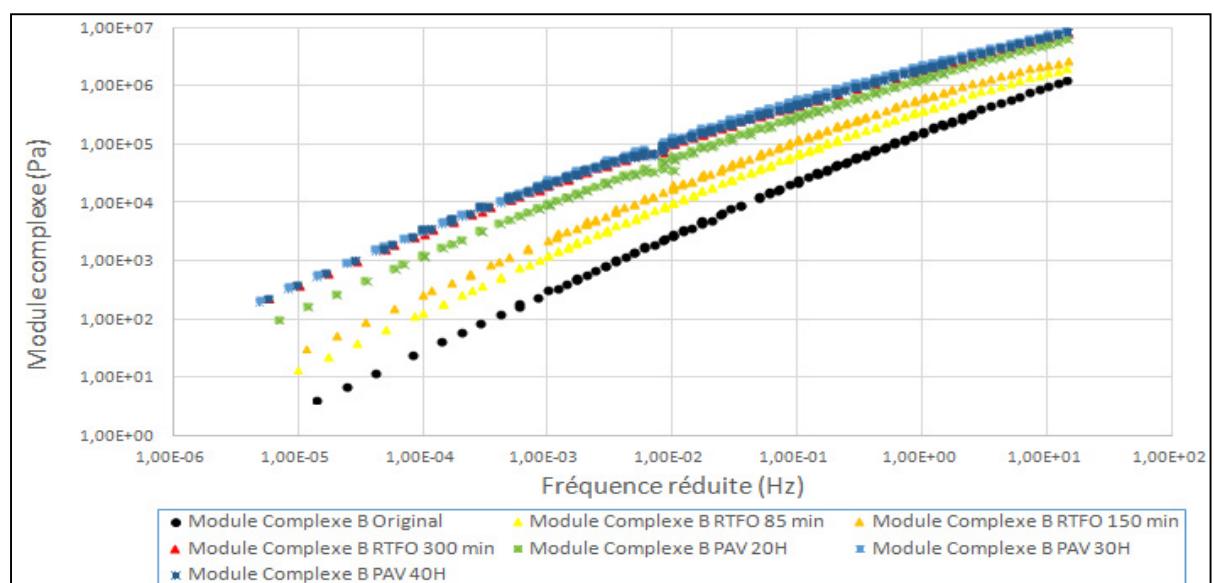


Figure-A III-2 Comparatif des angles de phase des différents états du bitume B

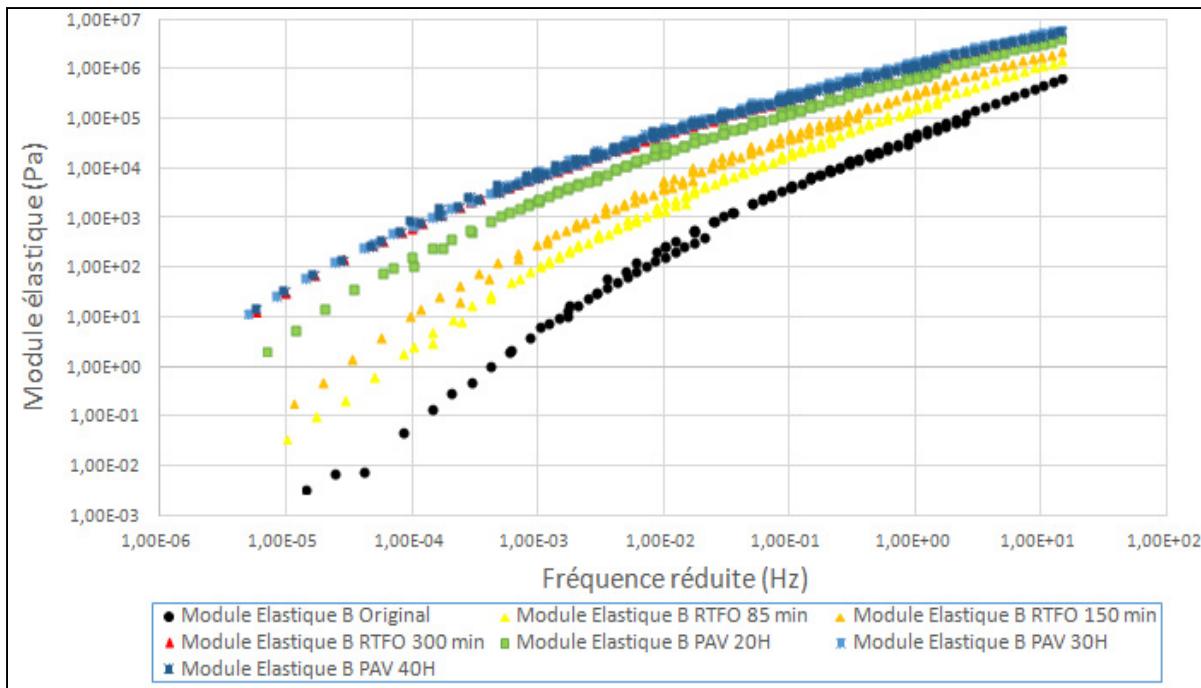


Figure-A III-4 Comparatif des angles de phase des différents états du bitume B

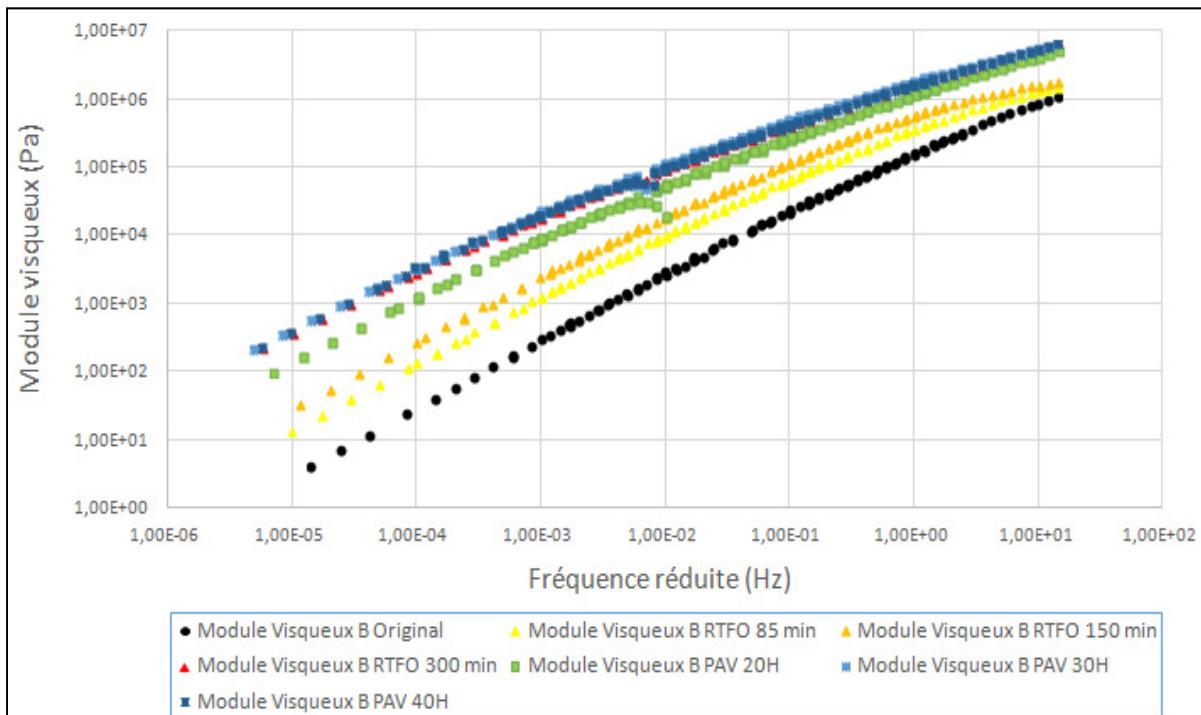


Figure-A III-4 Comparatif des angles de phase des différents états du bitume B

Tableau-A III-1 Variation du module complexe et de l'angle de phase du bitume B sous différents états de vieillissement à différentes fréquences réduites

Bitume B		Angle de phase					
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E-05			1,00E-02		1,00E+01	
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Ecart de valeur par rapport à l'original (en °)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Ecart de valeur par rapport à l'original (en °)	Valeur de l'angle de phase (en °)	Ecart de valeur par rapport à l'original (en °)
Original	1,42E-05	89,97	0	84,67	0	61,93	0
RTFO 85 minutes	1,00E-05	89,83	0,13	78,50	6,17	48,37	13,57
RTFO 150 minutes	1,16E-05	89,67	0,30	73,57	11,10	40,80	21,13
RTFO 300 minutes	9,83E-06	85,43	4,53	61,20	23,47	49,13	12,80
PAV 20 Heures	1,18E-05	88,13	1,83	65,77	18,90	51,80	10,13
PAV 30 Heures	1,41E-05	84,03	5,93	61,57	23,10	47,07	14,87
PAV 40 Heures	9,65E-06	84,97	5,00	60,90	23,77	49,10	12,83
Bitume B		Module complexe					
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E-05			1,00E-02		1,00E+01	
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original
Original	1,42E-05	4,17E+00	0	3,02E+03	0	1,01E+06	0
RTFO 85 minutes	1,00E-05	1,38E+01	2,32E+00	1,05E+04	2,46E+00	1,76E+06	7,38E-01
RTFO 150 minutes	1,16E-05	3,20E+01	6,67E+00	2,10E+04	5,93E+00	2,38E+06	1,36E+00
RTFO 300 minutes	9,83E-06	3,83E+02	9,08E+01	1,08E+05	3,47E+01	6,81E+06	5,75E+00
PAV 20 Heures	1,18E-05	1,66E+02	3,88E+01	6,49E+04	2,05E+01	5,37E+06	4,32E+00
PAV 30 Heures	1,41E-05	5,75E+02	1,37E+02	1,32E+05	4,27E+01	7,52E+06	6,44E+00
PAV 40 Heures	9,65E-06	3,73E+02	8,85E+01	1,12E+05	3,60E+01	6,99E+06	5,92E+00

Tableau-A III-2 Variation du module complexe et de l'angle de phase du bitume B sous différents états de vieillissement à différentes fréquences réduites

Bitume B		Module élastique					
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E-05			1,00E-02		1,00E+01	
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original
Original	1,42E-05	3,40E-03	0	2,81E+02	0	4,75E+05	0
RTFO 85 minutes	1,00E-05	3,50E-02	9,31E+00	2,09E+03	6,43E+00	1,17E+06	1,46E+00
RTFO 150 minutes	1,16E-05	1,84E-01	5,32E+01	5,93E+03	2,01E+01	1,81E+06	2,80E+00
RTFO 300 minutes	9,83E-06	3,04E+01	8,96E+03	5,20E+04	1,84E+02	4,46E+06	8,40E+00
PAV 20 Heures	1,18E-05	5,39E+00	1,59E+03	2,66E+04	9,38E+01	3,32E+06	6,00E+00
PAV 30 Heures	1,41E-05	5,97E+01	1,76E+04	6,28E+04	2,23E+02	5,12E+06	9,78E+00
PAV 40 Heures	9,65E-06	3,28E+01	9,65E+03	5,44E+04	1,93E+02	4,58E+06	8,64E+00
Bitume B		Module visqueux					
Fréquence réduite (en Hz)	1,00E-05			1,00E-02		1,00E+01	
	Fréquence du point choisi (en Hz)	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original	Valeur du module (en Pa)	Facteur de variation par rapport à l'original
Original	1,42E-05	4,17E+00	0	3,01E+03	0	8,91E+05	0
RTFO 85 minutes	1,00E-05	1,38E+01	2,32E+00	1,03E+04	2,41E+00	1,31E+06	4,72E-01
RTFO 150 minutes	1,16E-05	3,20E+01	6,67E+00	2,01E+04	5,68E+00	1,56E+06	7,48E-01
RTFO 300 minutes	9,83E-06	3,82E+02	9,05E+01	9,45E+04	3,04E+01	5,15E+06	4,78E+00
PAV 20 Heures	1,18E-05	1,66E+02	3,88E+01	5,92E+04	1,87E+01	4,22E+06	3,74E+00
PAV 30 Heures	1,41E-05	5,72E+02	1,36E+02	1,16E+05	3,76E+01	5,50E+06	5,18E+00
PAV 40 Heures	9,65E-06	3,72E+02	8,81E+01	9,77E+04	3,15E+01	5,28E+06	4,92E+00

ANNEXE IV

RÉSULTATS DES ESSAIS BBR

Project :	Fahd 2016	Target Temp (°C) :	-18,0	Conf Test (GPa) :	199
Operator :	Fah	Min. Temp (°C) :	-18,1	Conf Date :	2016-03-08
Specimen :	dy	Max. Temp (°C) :	-18,0	Force Const (mN/bit) :	0,149
Test Time :	12:46:34	Temp Cal Date :	2016-03-08	Defl Const (μm/bit) :	0,148
Test Date :	2016-03-08	Soak Time (min) :	60,0	Cmpl (μm/N) :	3,93
File Name :	16030801	Beam Width (mm) :	12,70	Cal Date :	2016-03-08
BBR ID :	3233-a1700	Thickness (mm) :	6,35	Software Version :	BBRw 1.1

t Time (s)	P Force (mN)	d Deflection (mm)	Measured Stiffness (MPa)	Estimated Stiffness (MPa)	Difference (%)	m-value
8,0	995	0,756	106	106	0,000	0,370
15,0	995	0,962	83,4	83,5	0,120	0,392
30,0	994	1,272	63	63,1	0,159	0,416
60,0	992	1,705	46,9	46,9	0,000	0,440
120,0	990	2,325	34,3	34,3	0,000	0,465
240,0	987	3,236	24,6	24,6	0,000	0,489

A =	2,33	B =	-0,296	C =	-0,0404	R ² =	0,999994
-----	------	-----	--------	-----	---------	------------------	----------

Force (t=0,0s) =	35	mN	Deflection (t=0,0s) =	0,000	mm
Force (t=0,5s) =	989	mN	Deflection (t=0,5s) =	0,285	mm

Max Force Deviation (t=0,5 - 5,0s) =	-2,	+7	mN
Max Force Deviation (t=5,0 - 240,0s) =	-5,	+5	mN

Average Force (t=0,5 - 240,0s) =	991	mN
Maximum Force (t=0,5 - 240,0s) =	998	mN
Minimum Force (t=0,5 - 240,0s) =	986	mN

Figure-A III-1 Essai BBR du « Bitume A Original » à -18°C n°1

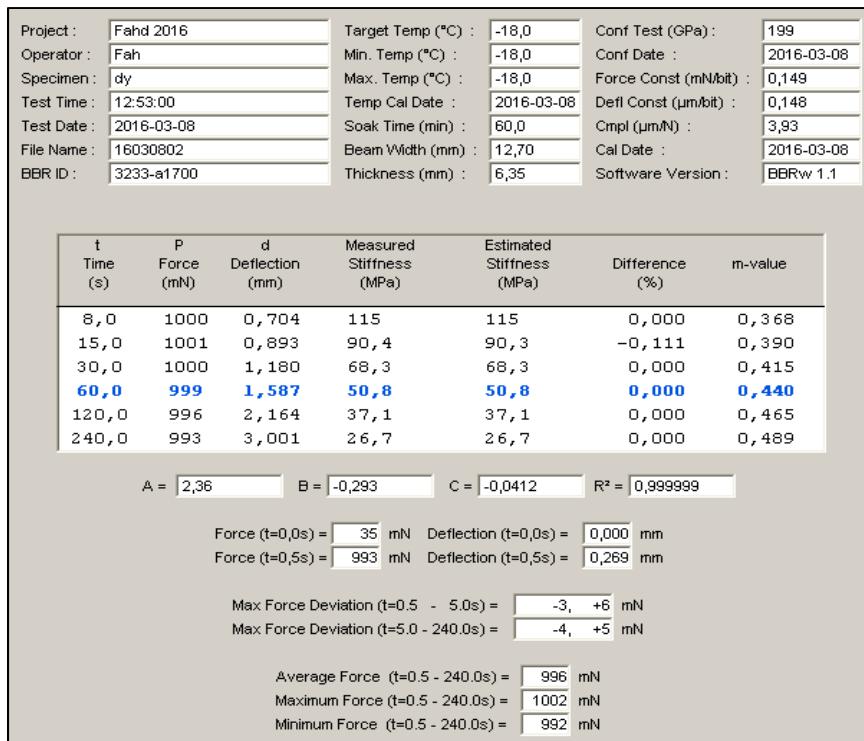


Figure-A III-2 Essai BBR du « Bitume A Original » à -18°C n°2

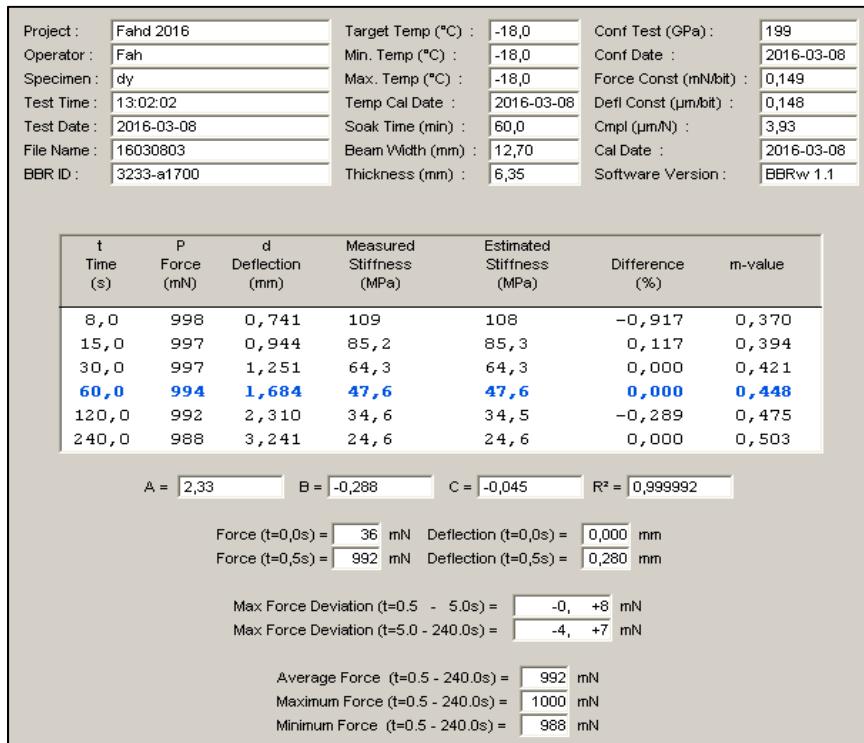


Figure-A III-3 Essai BBR du « Bitume A Original » à -18°C n°3

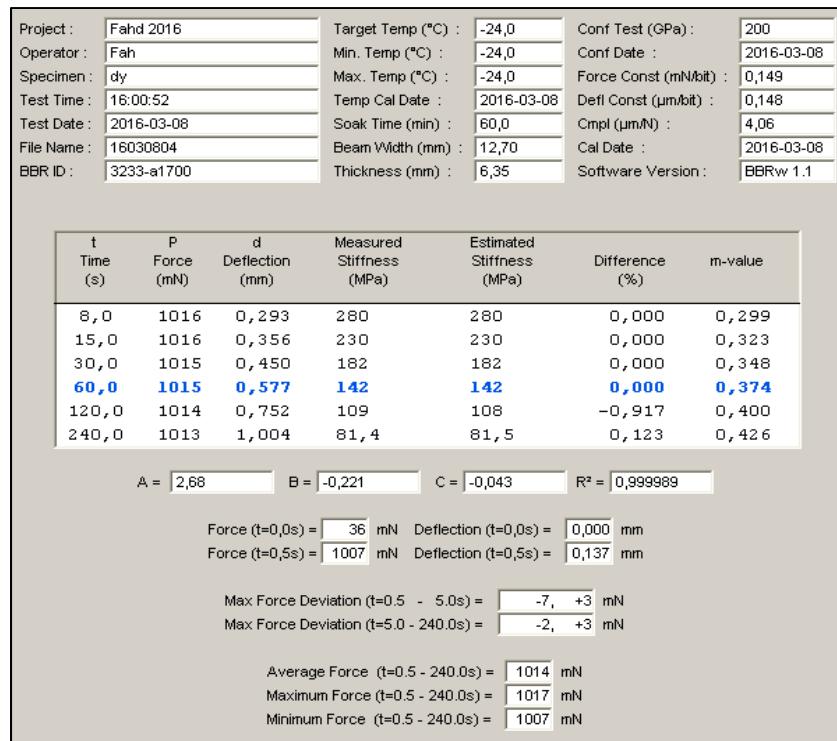


Figure-A III-4 Essai BBR du « Bitume A Original » à -24°C n°1

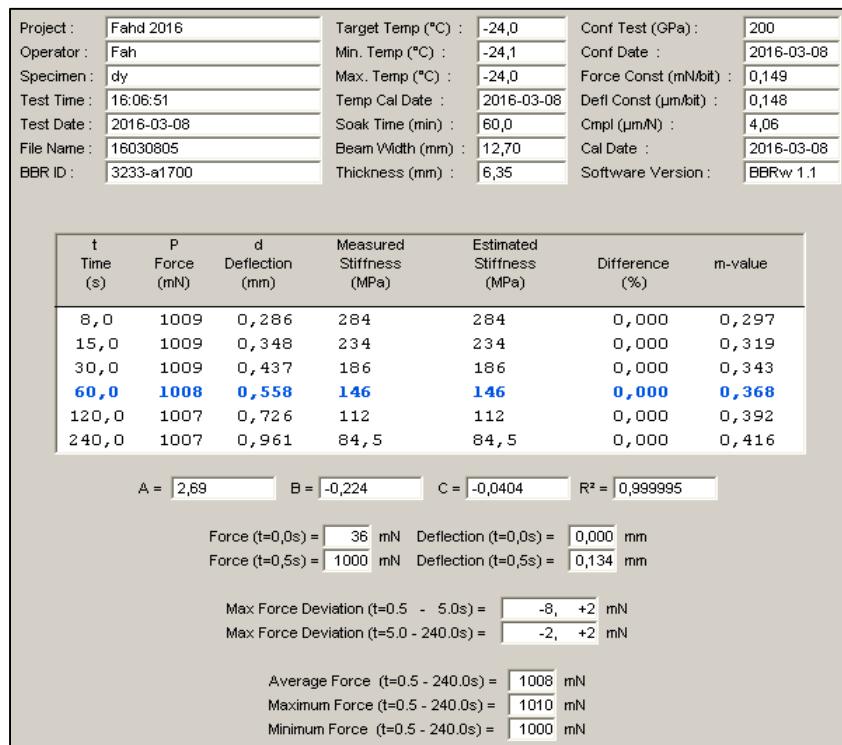


Figure-A III-5 Essai BBR du « Bitume A Original » à -24°C n°2

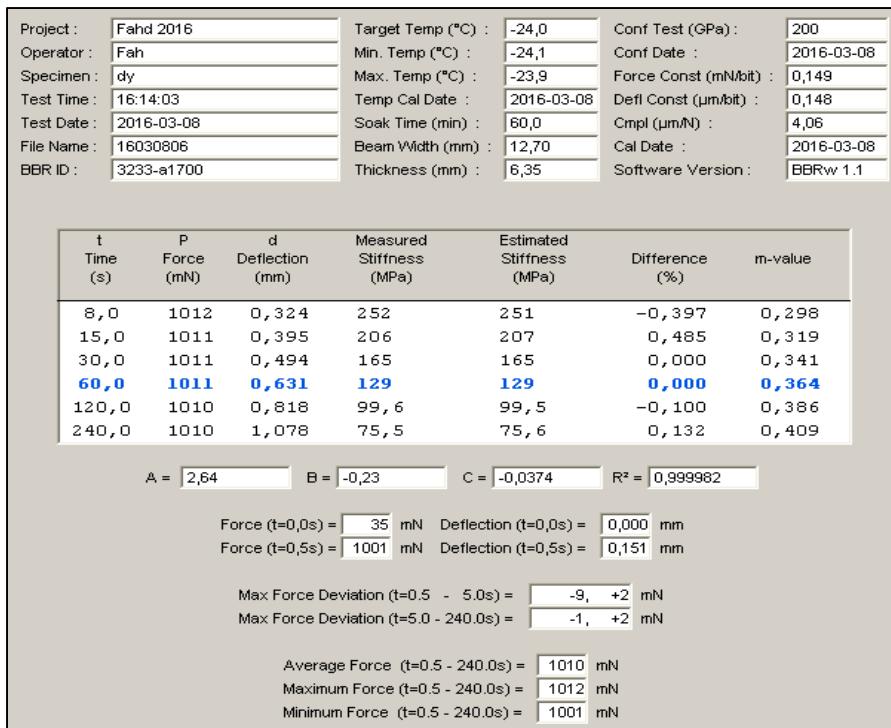


Figure-A III-6 Essai BBR du « Bitume A Original » à -24°C n°3

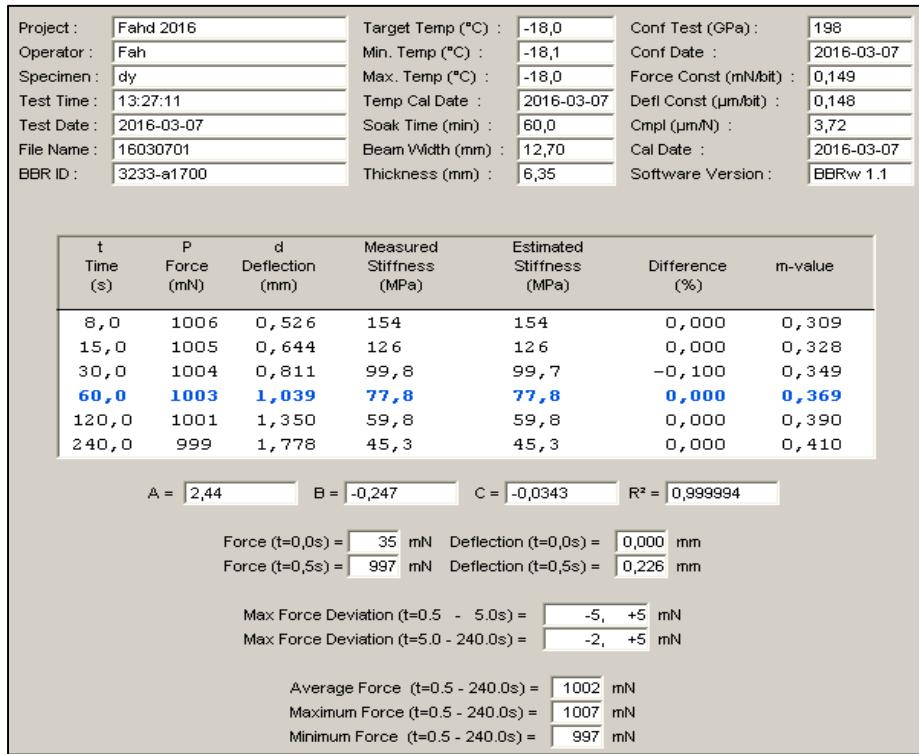


Figure-A III-7 Essai BBR du « Bitume A RTFO 85 min » à -18°C n°1

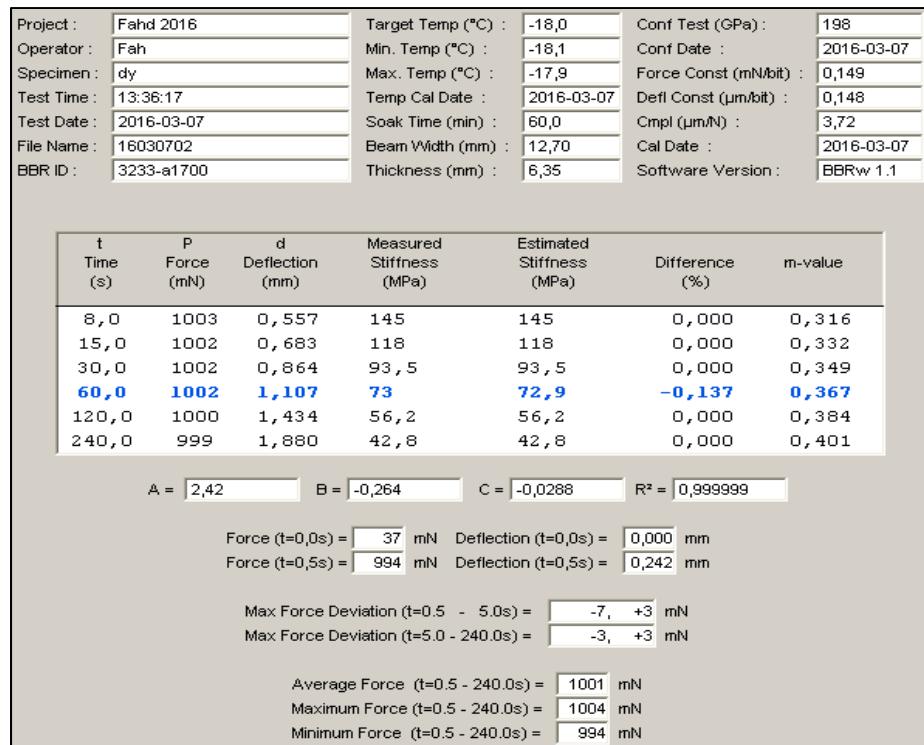


Figure-A III-8 Essai BBR du « Bitume A RTFO 85 min » à -18°C n°2

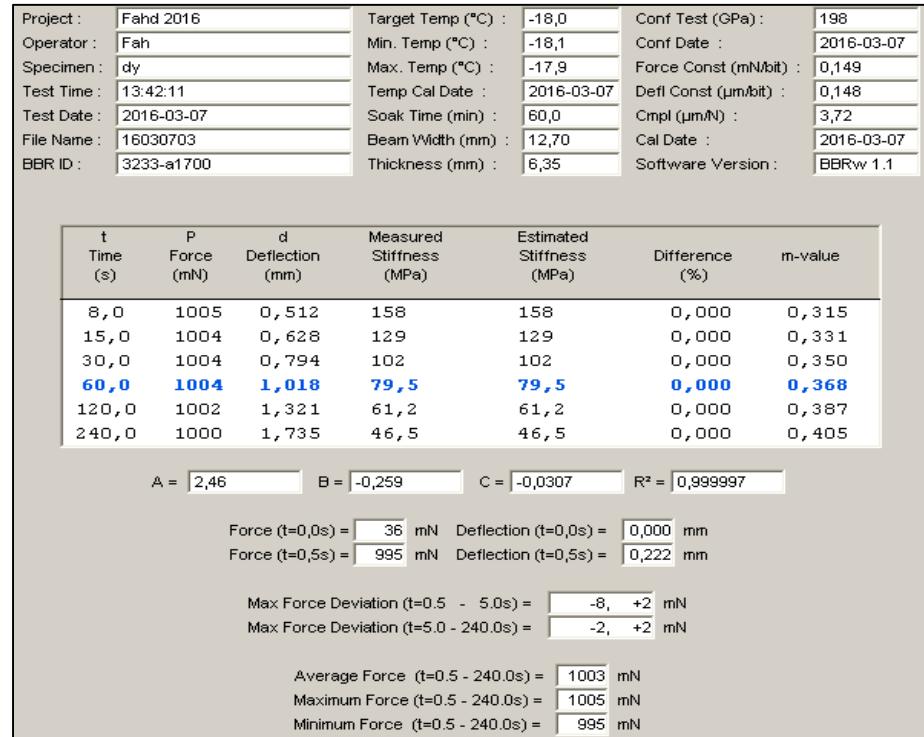


Figure-A III-9 Essai BBR du « Bitume A RTFO 85 min » à -18°C n°3

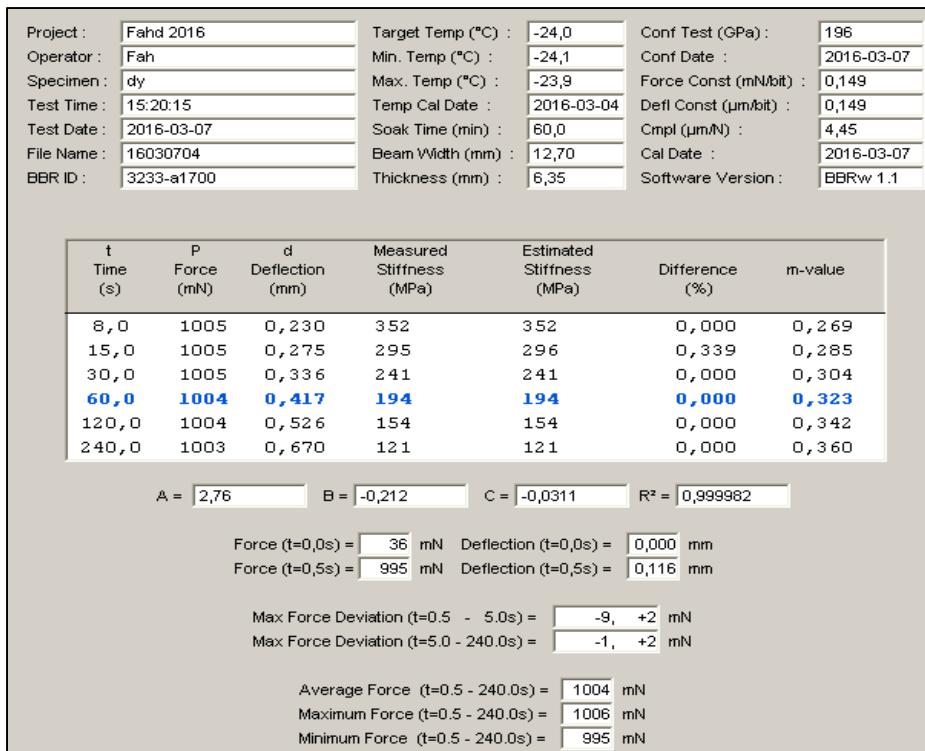


Figure-A III-10 Essai BBR du « Bitume A RTFO 85 min » à -24°C n°1

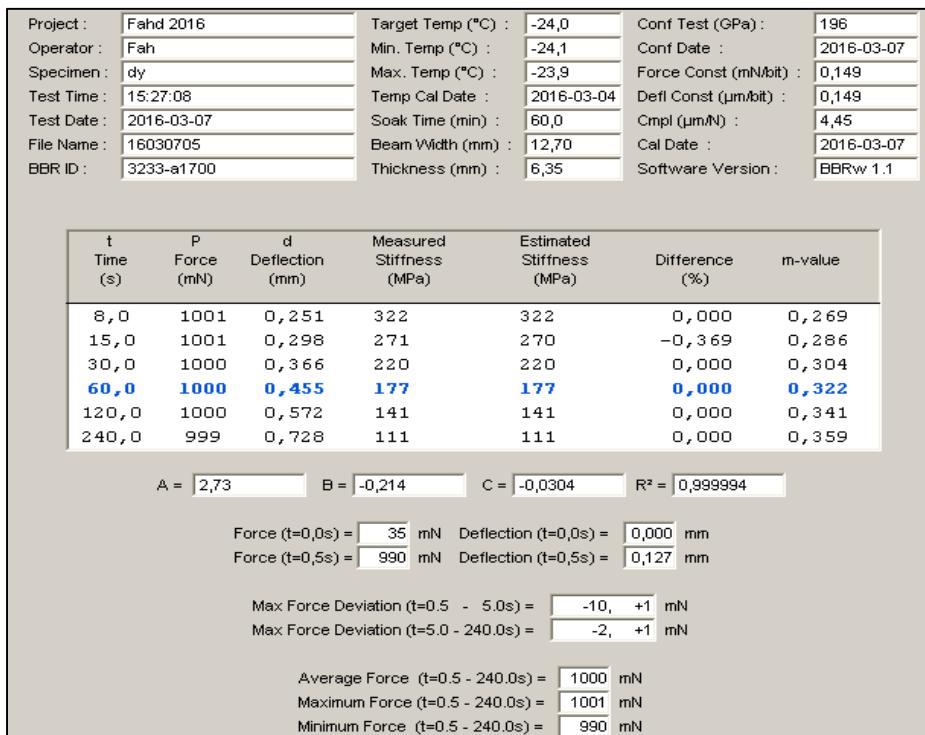


Figure-A III-11 Essai BBR du « Bitume A RTFO 85 min » à -24°C n°2

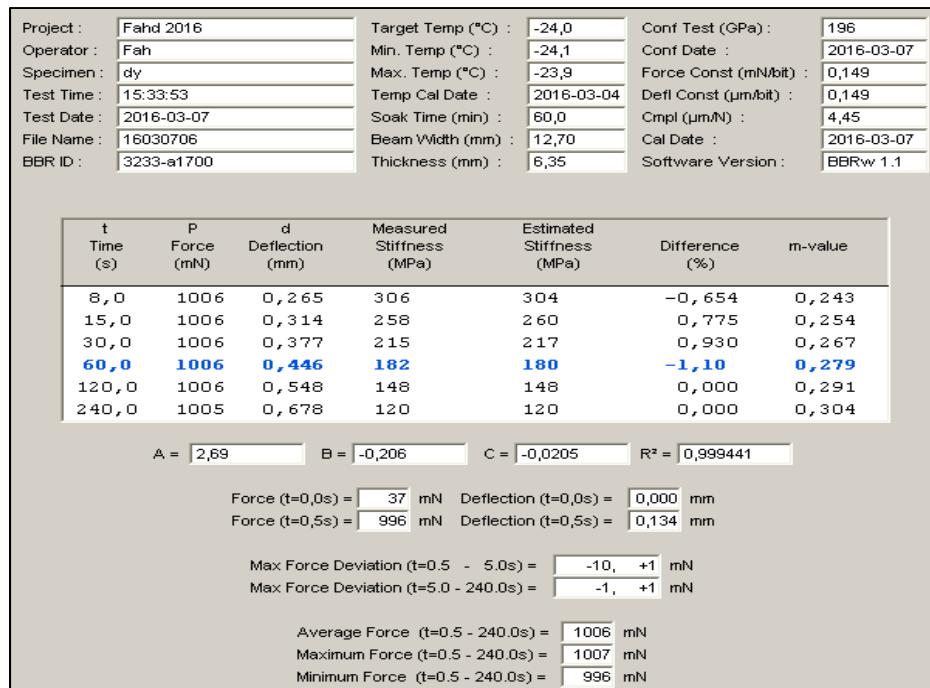


Figure-A III-12 Essai BBR du « Bitume A RTFO 85 min » à -24°C n°3

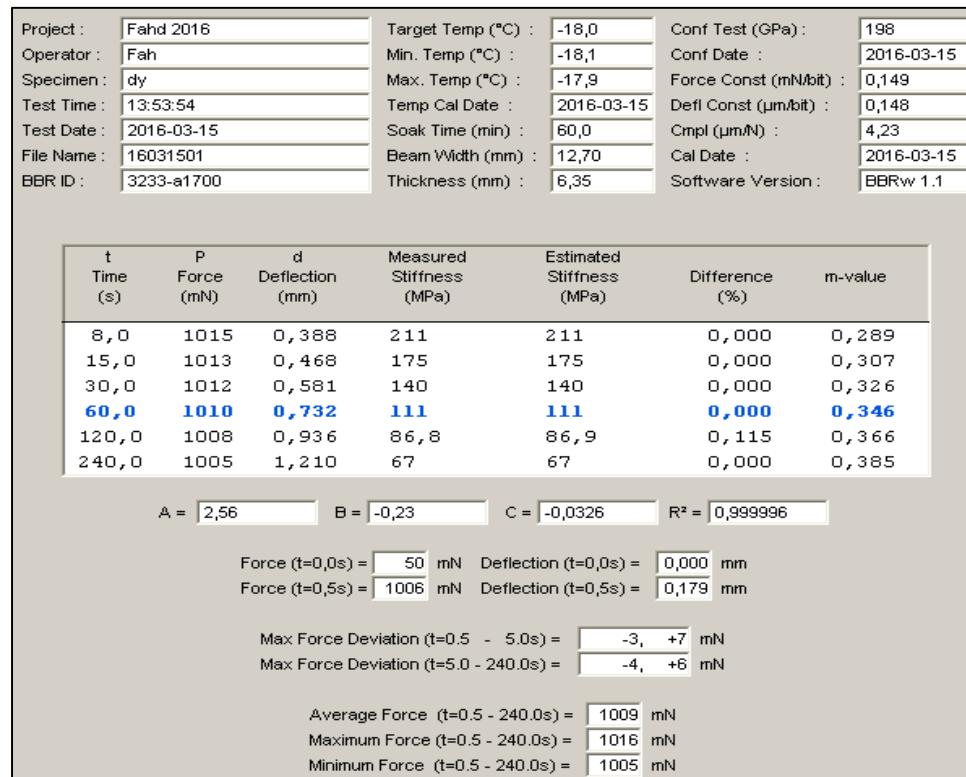


Figure-A III-13 Essai BBR du « Bitume A RTFO 150 min » à -18°C n°1

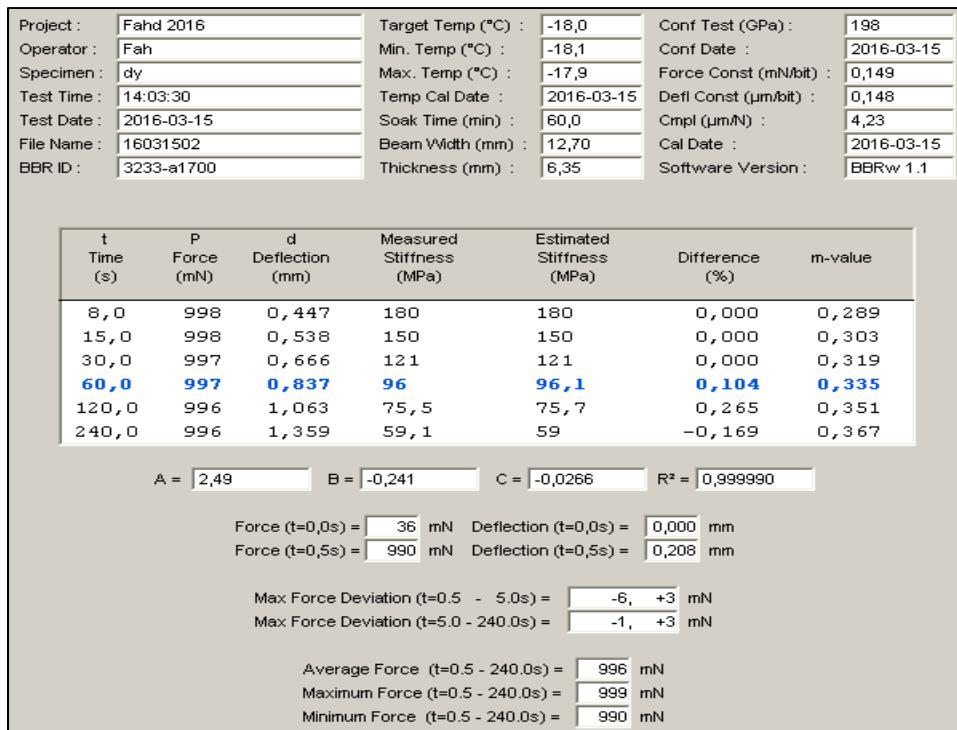


Figure-A III-14 Essai BBR du « Bitume A RTFO 150 min » à -18°C n°2

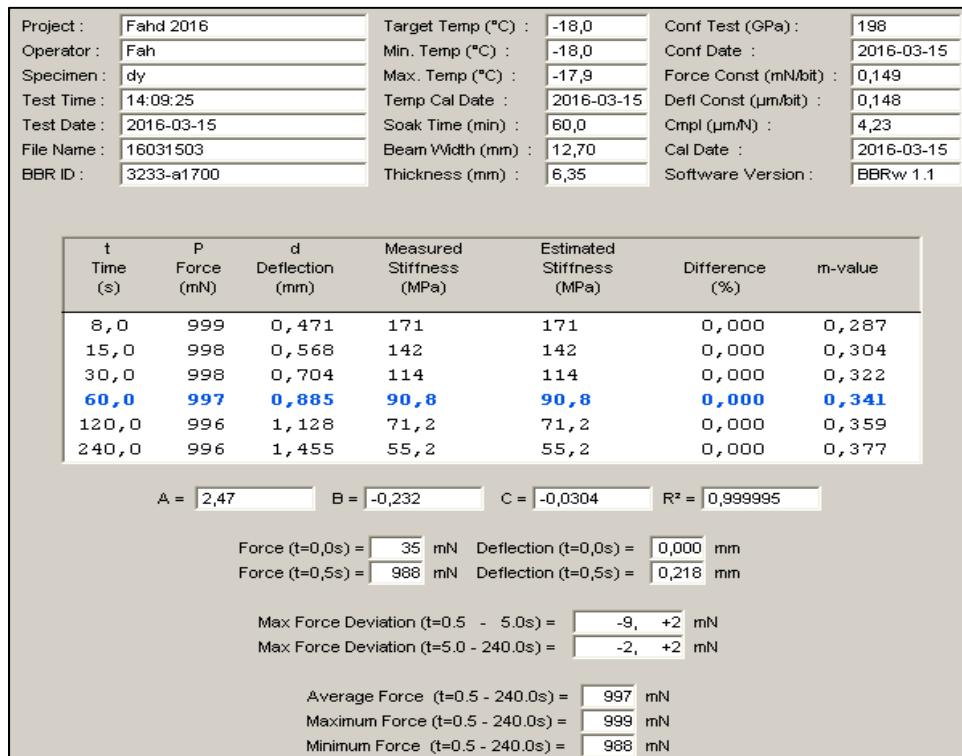


Figure-A III-15 Essai BBR du « Bitume A RTFO 150 min » à -18°C n°3

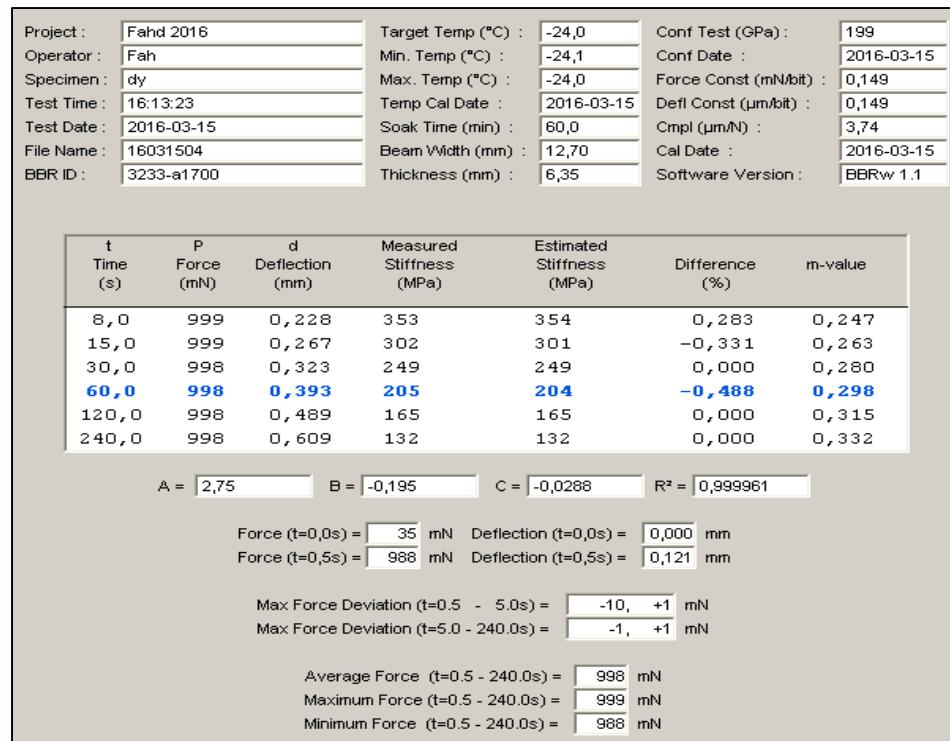


Figure-A III-16 Essai BBR du « Bitume A RTFO 150 min » à -24°C n°1

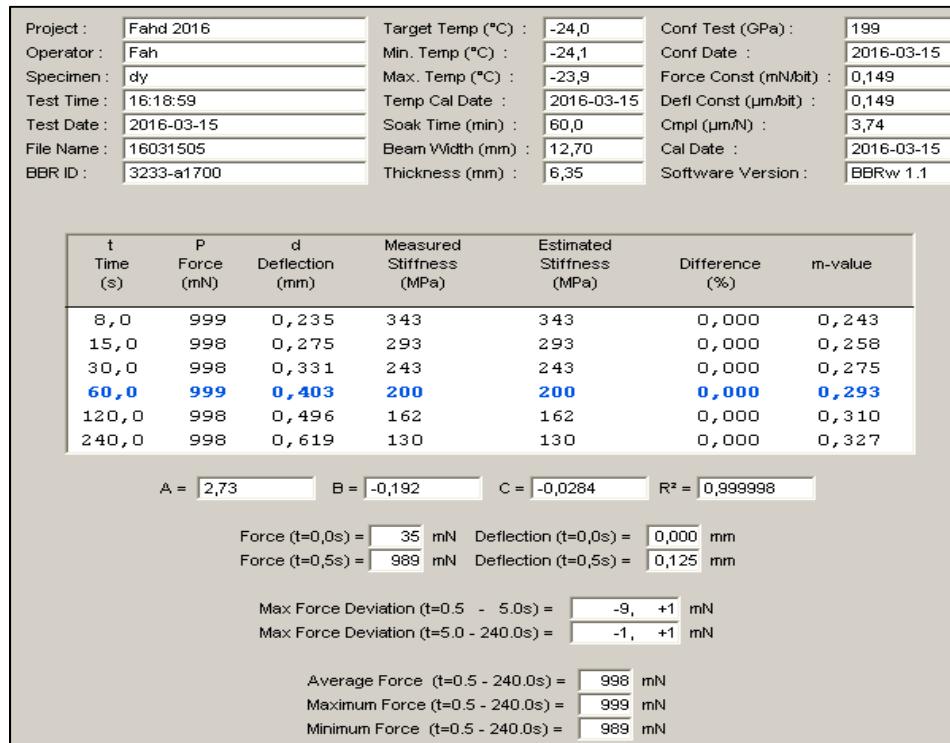


Figure-A III-17 Essai BBR du « Bitume A RTFO 150 min » à -24°C n°2

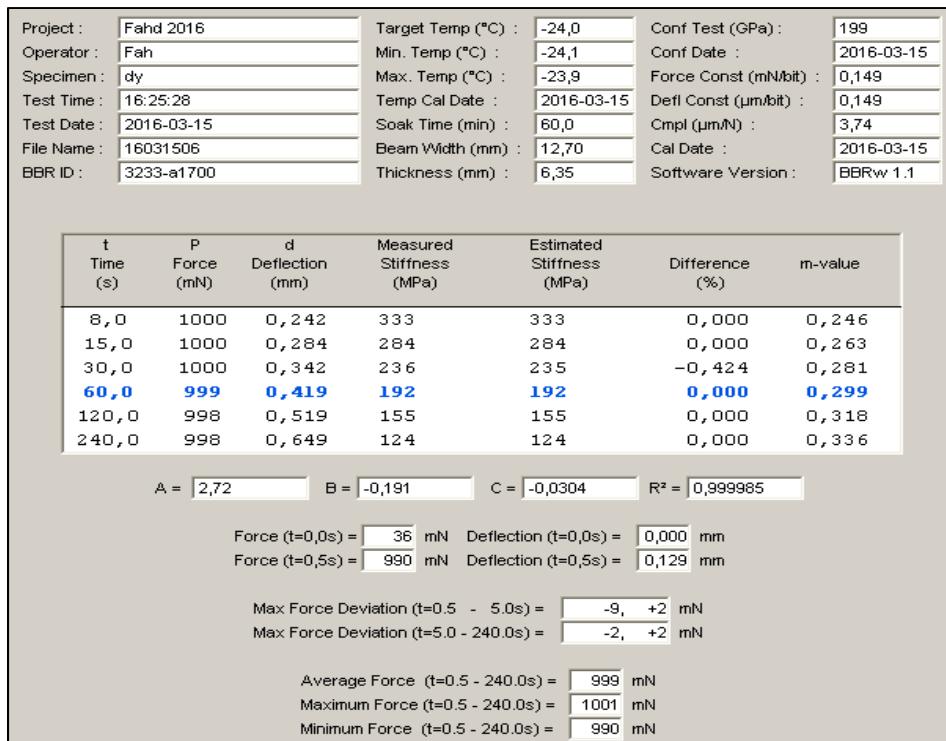


Figure-A III-18 Essai BBR du « Bitume A RTFO 150 min » à -24°C n°3

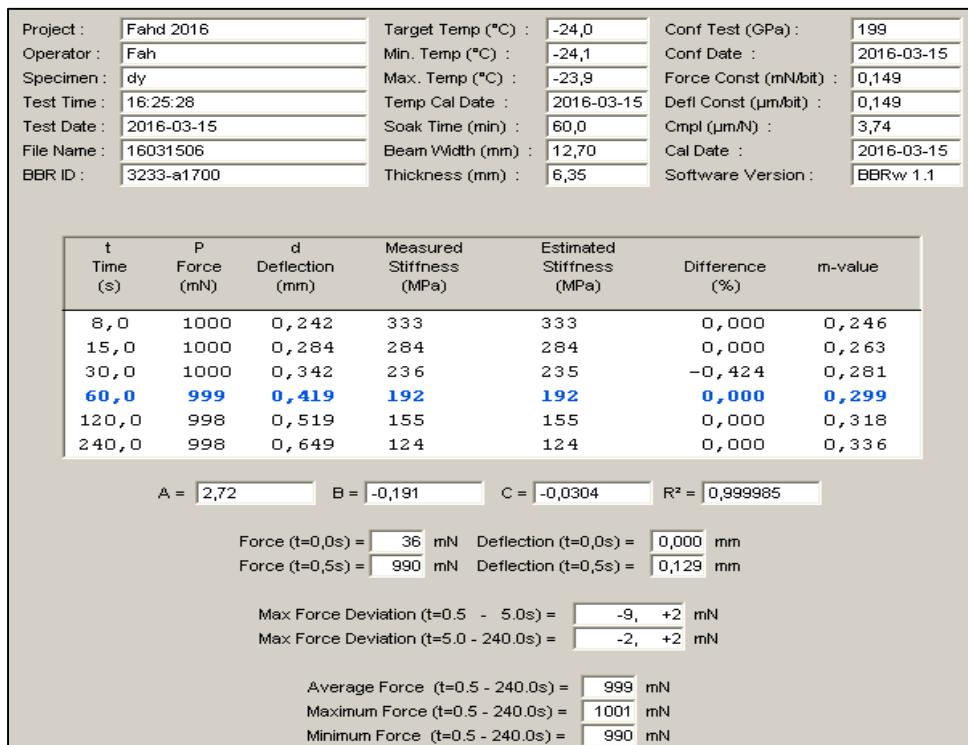


Figure-A III-19 Essai BBR du « Bitume A RTFO 300 min » à -18°C n°1

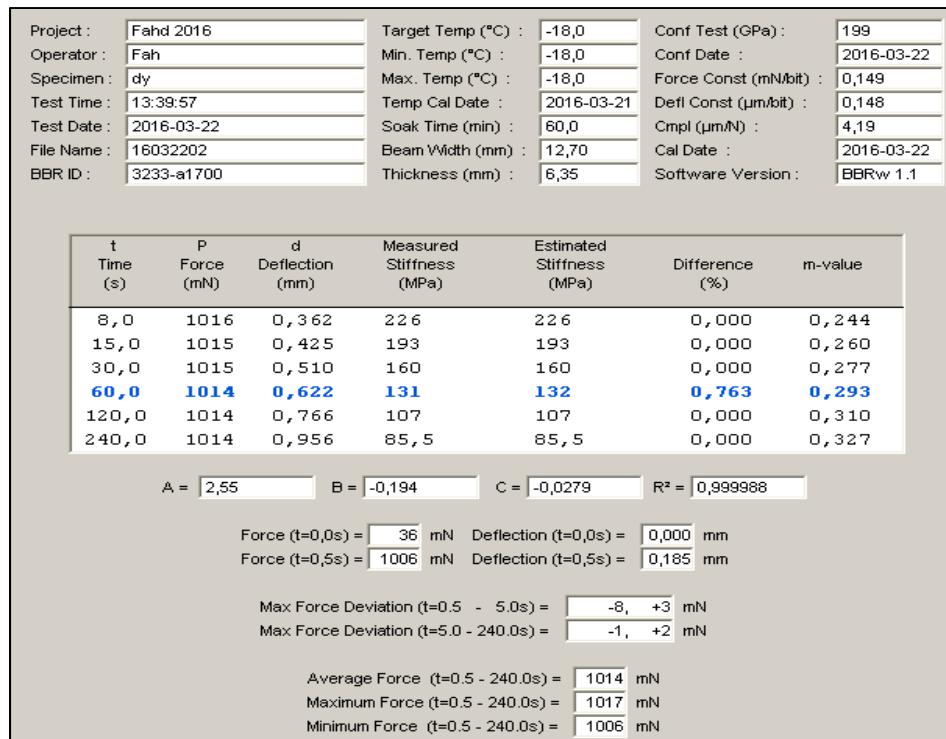


Figure-A III-20 Essai BBR du « Bitume A RTFO 300 min » à -18°C n°2

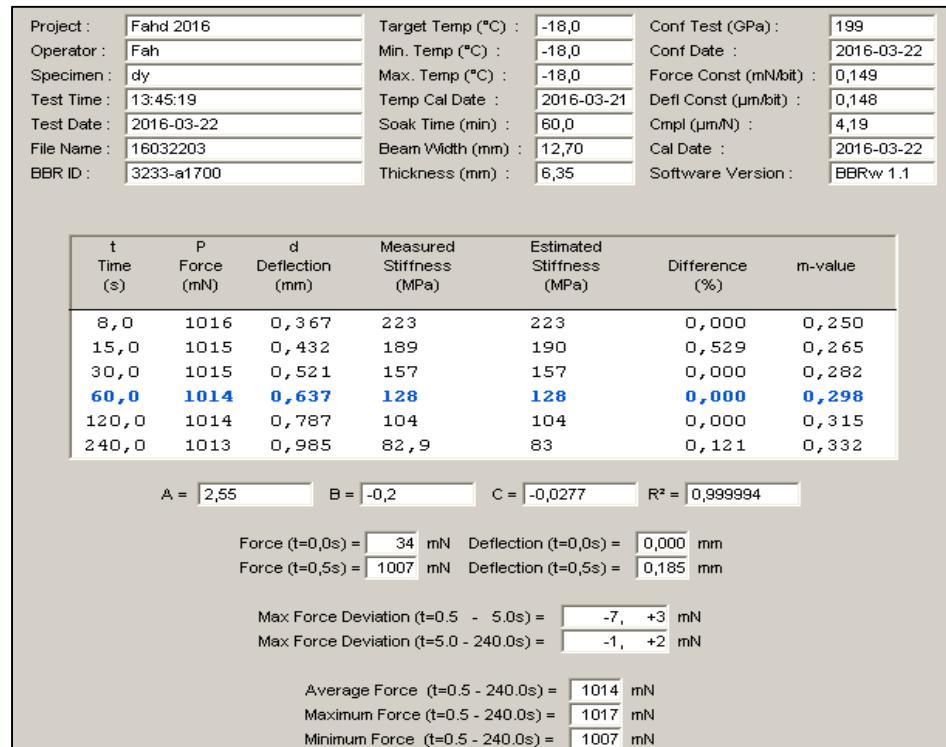


Figure-A III-21 Essai BBR du « Bitume A RTFO 300 min » à -18°C n°3

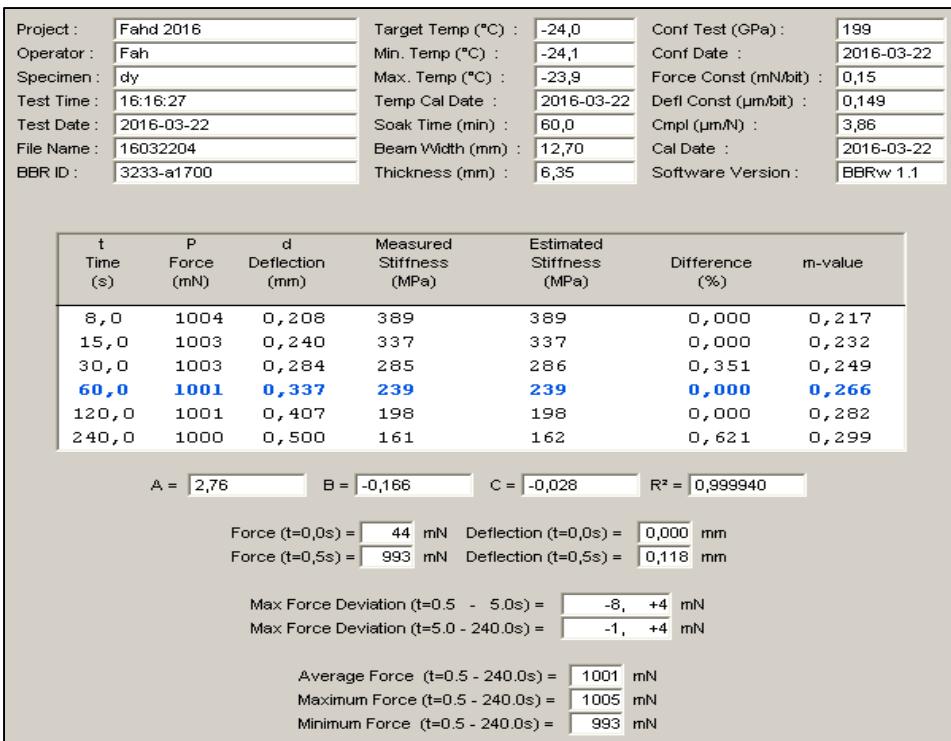


Figure-A III-22 Essai BBR du « Bitume A RTFO 300 min » à -24°C n°1

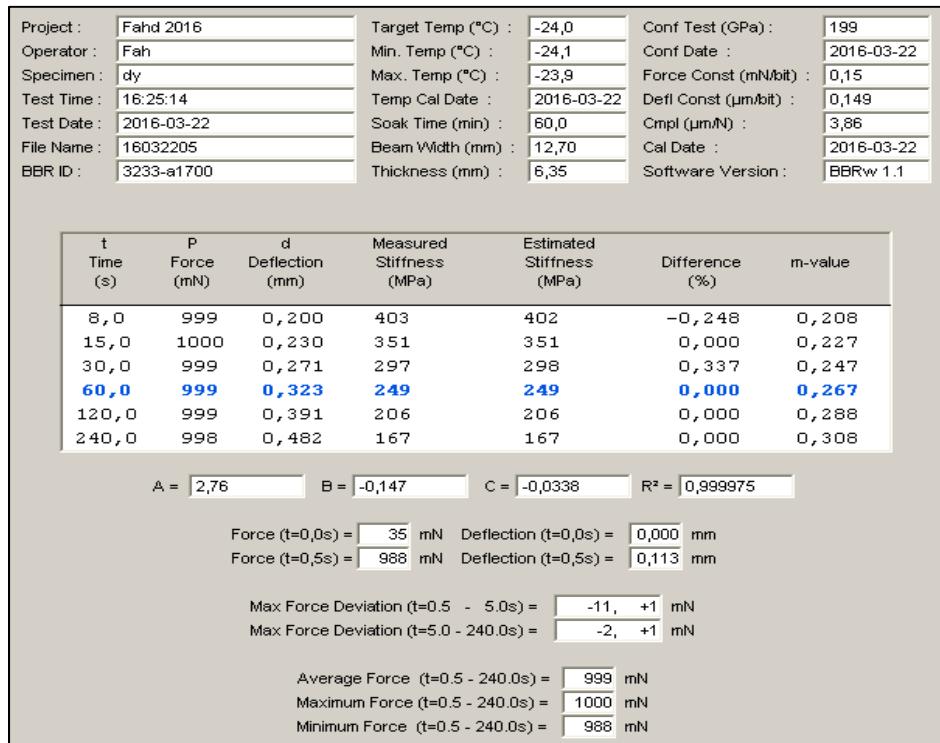


Figure-A III-23 Essai BBR du « Bitume A RTFO 300 min » à -24°C n°2

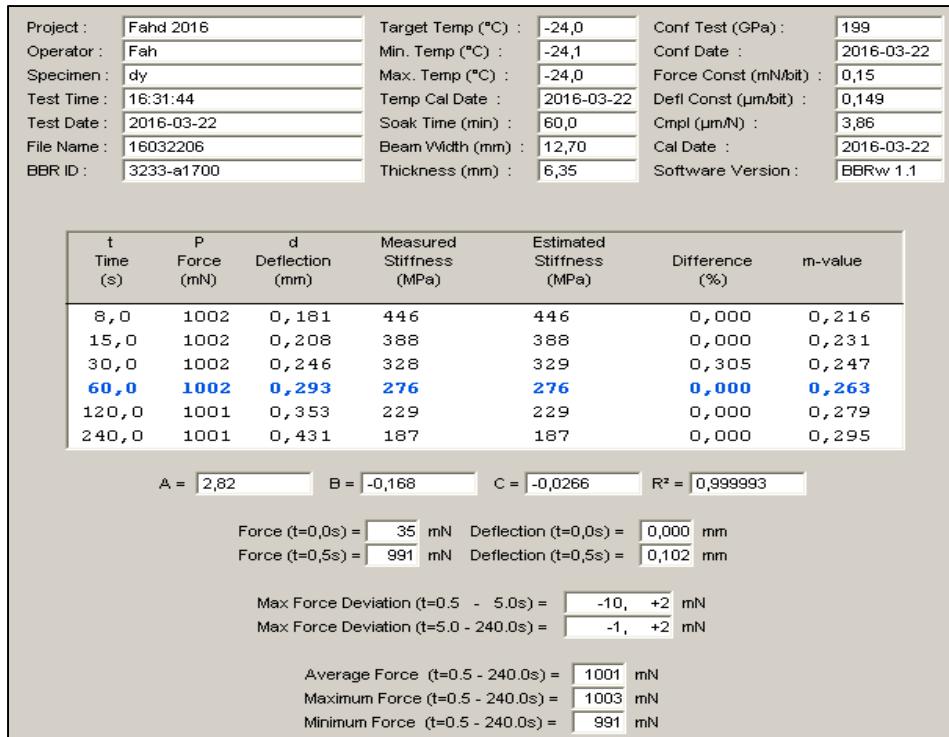


Figure-A III-24 Essai BBR du « Bitume A RTFO 300 min » à -24°C n°3

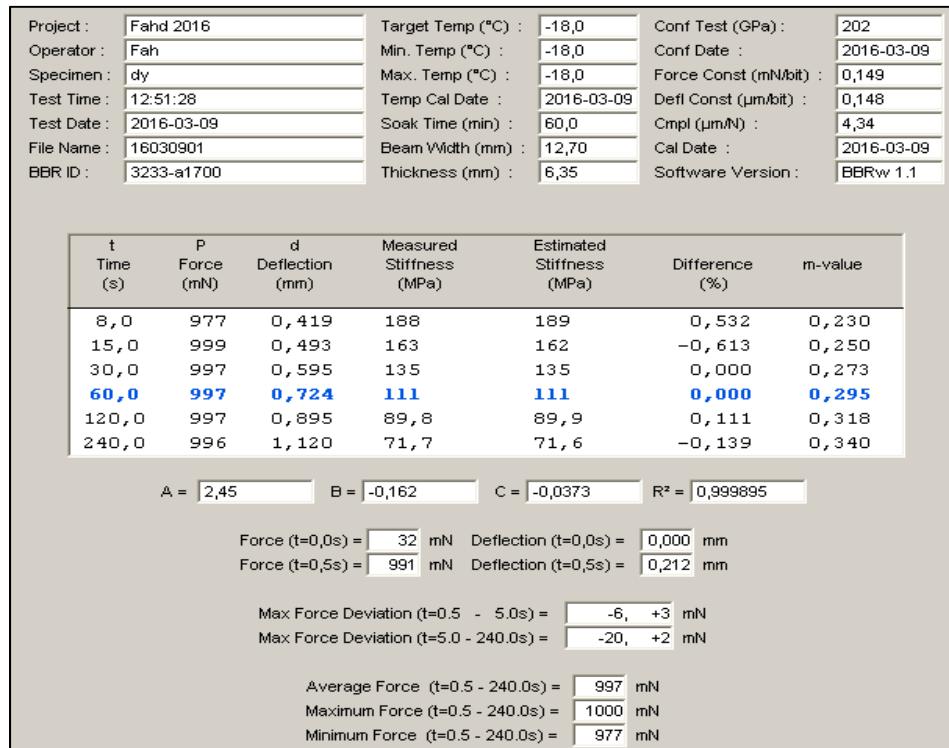


Figure-A III-25 Essai BBR du « Bitume A PAV 20 heures » à -18°C n°1

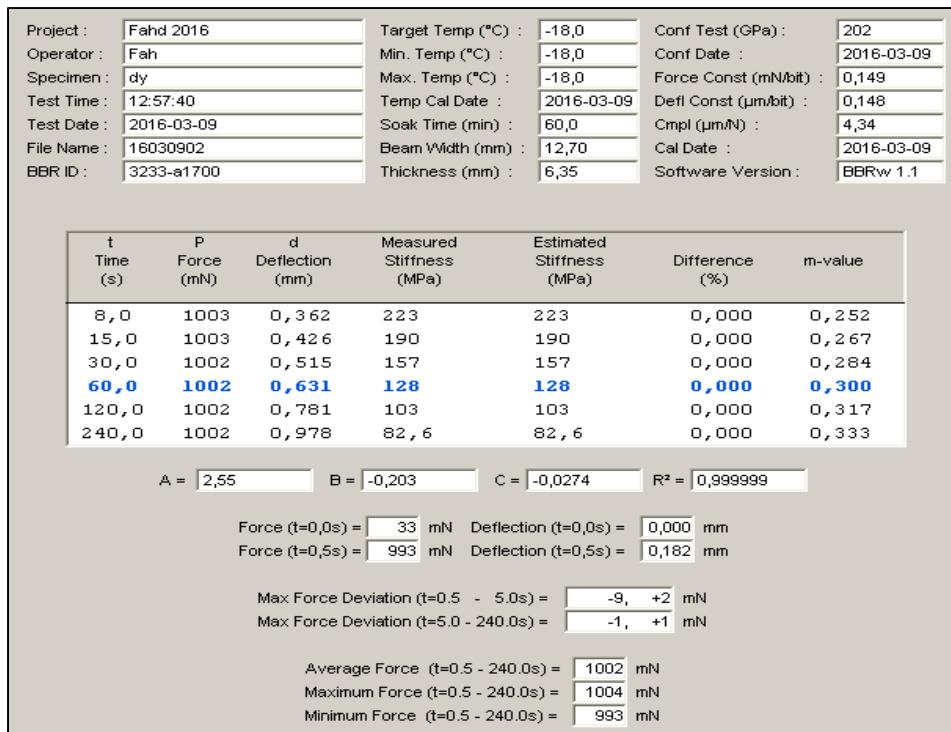


Figure-A III-26 Essai BBR du « Bitume A PAV 20 heures » à -18°C n°2

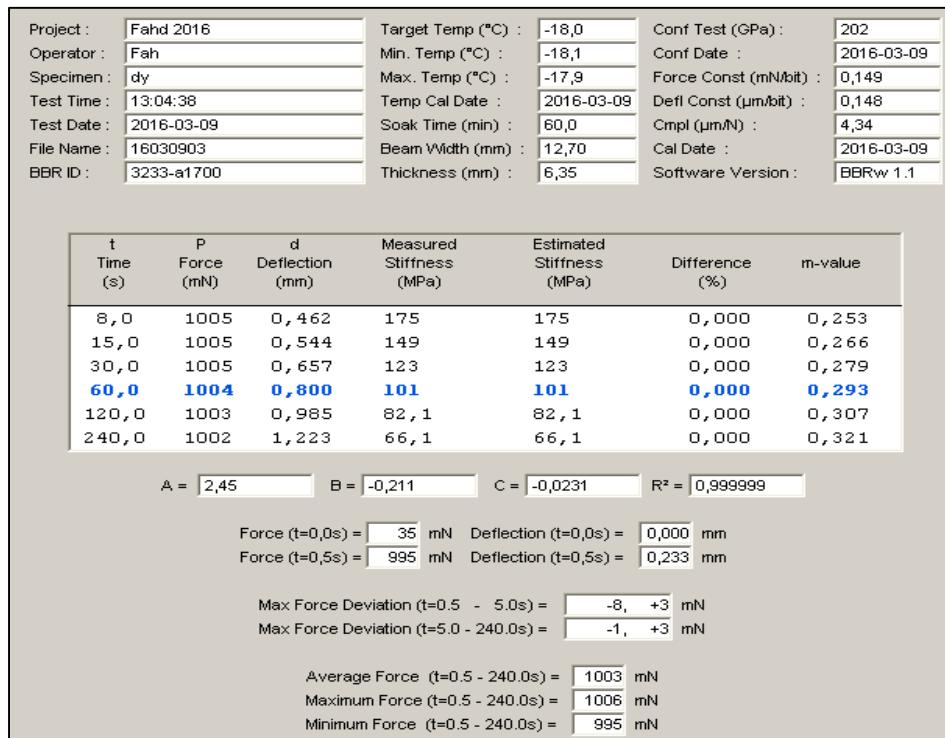


Figure-A III-27 Essai BBR du « Bitume A PAV 20 heures » à -18°C n°3

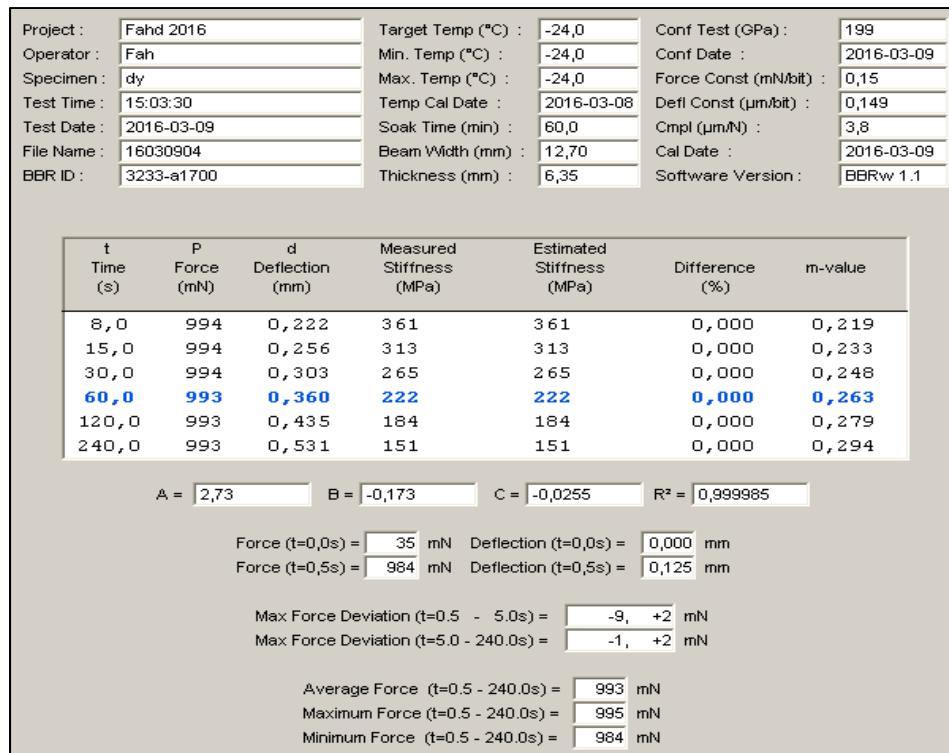


Figure-A III-28 Essai BBR du « Bitume A PAV 20 heures » à -24°C n°1

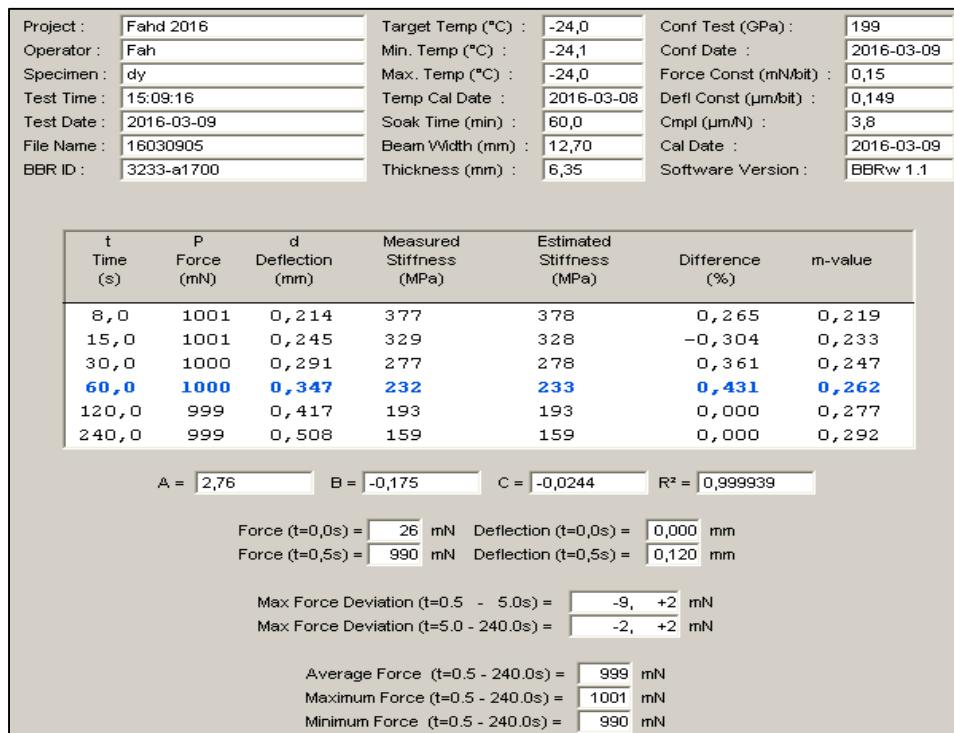


Figure-A III-29 Essai BBR du « Bitume A PAV 20 heures » à -24°C n°2

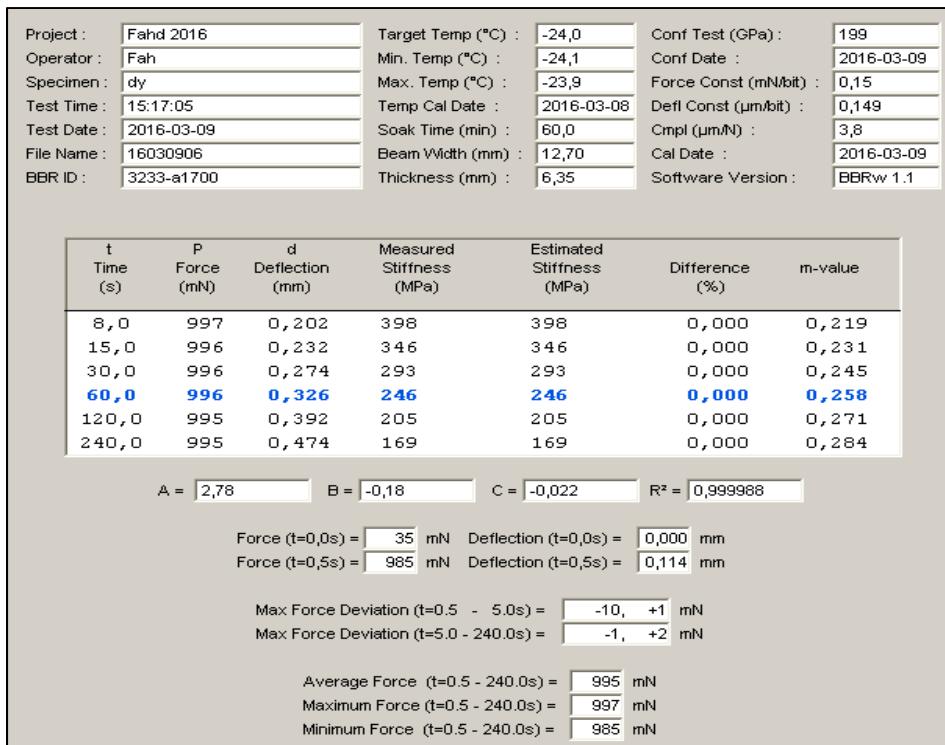


Figure-A III-30 Essai BBR du « Bitume A PAV 20 heures » à -24°C n°3

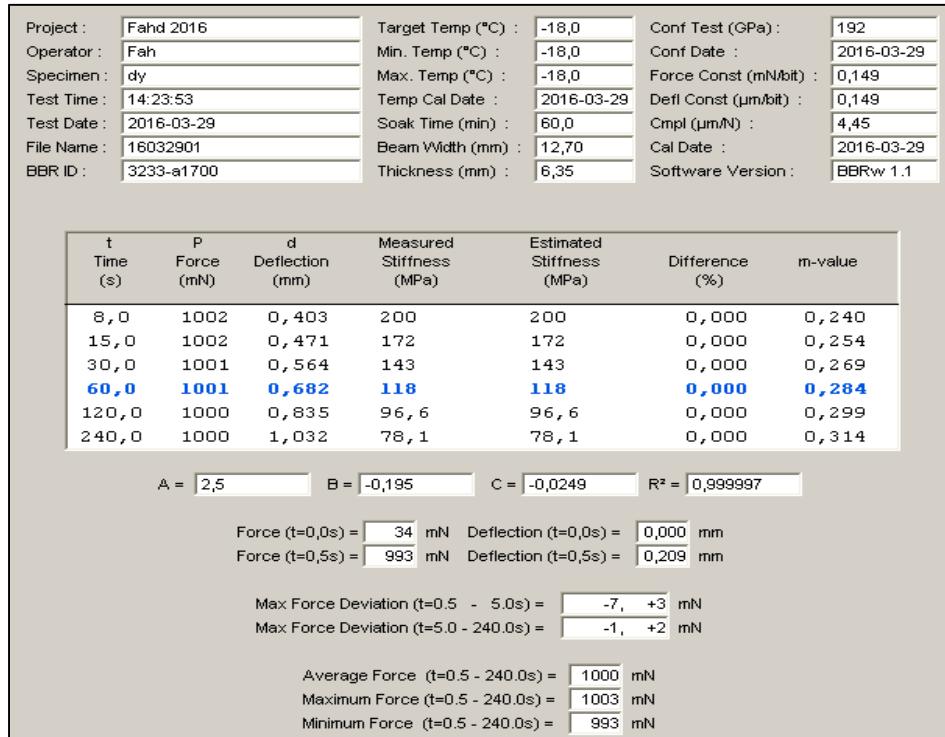


Figure-A III-31 Essai BBR du « Bitume A PAV 30 heures » à -18°C n°1

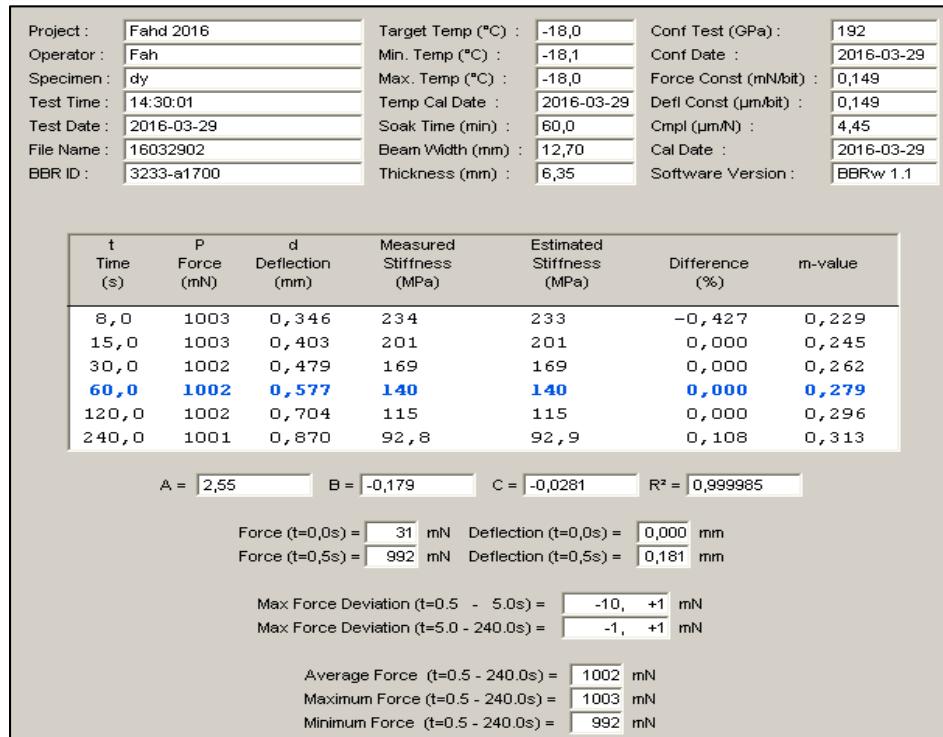


Figure-A III-32 Essai BBR du « Bitume A PAV 30 heures » à -18°C n°2

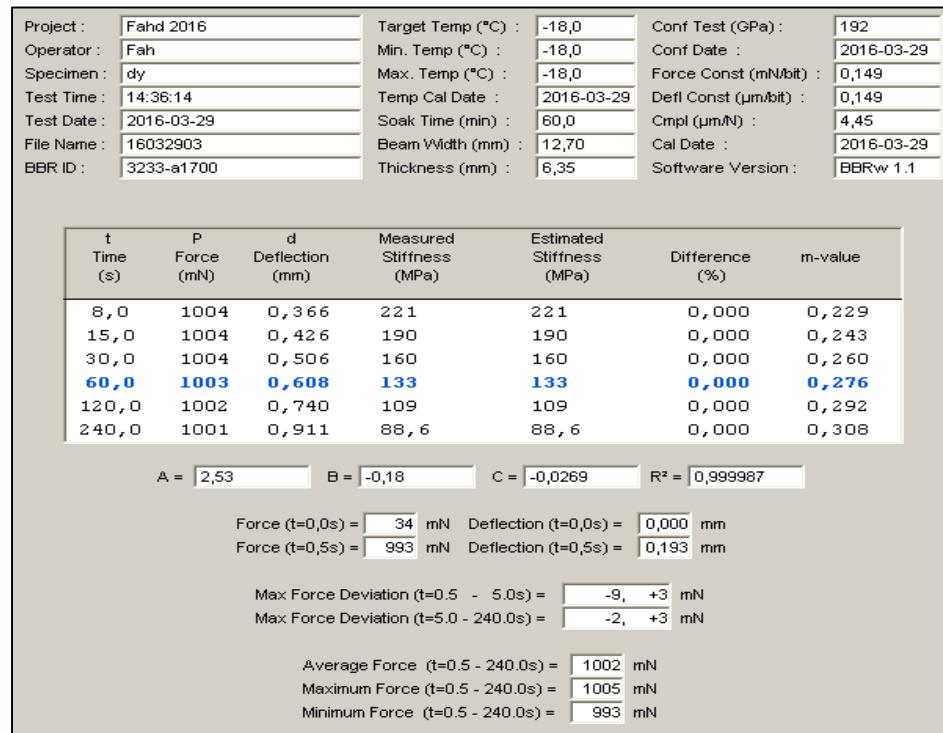


Figure-A III-33 Essai BBR du « Bitume A PAV 30 heures » à -18°C n°3

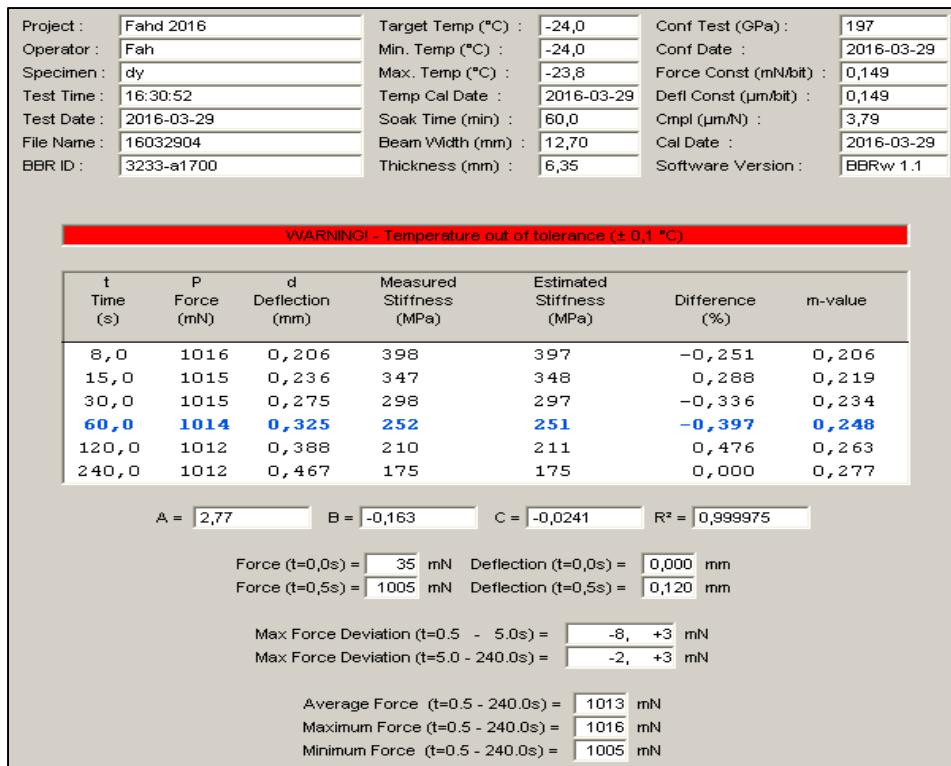


Figure-A III-34 Essai BBR du « Bitume A PAV 30 heures » à -24°C n°1

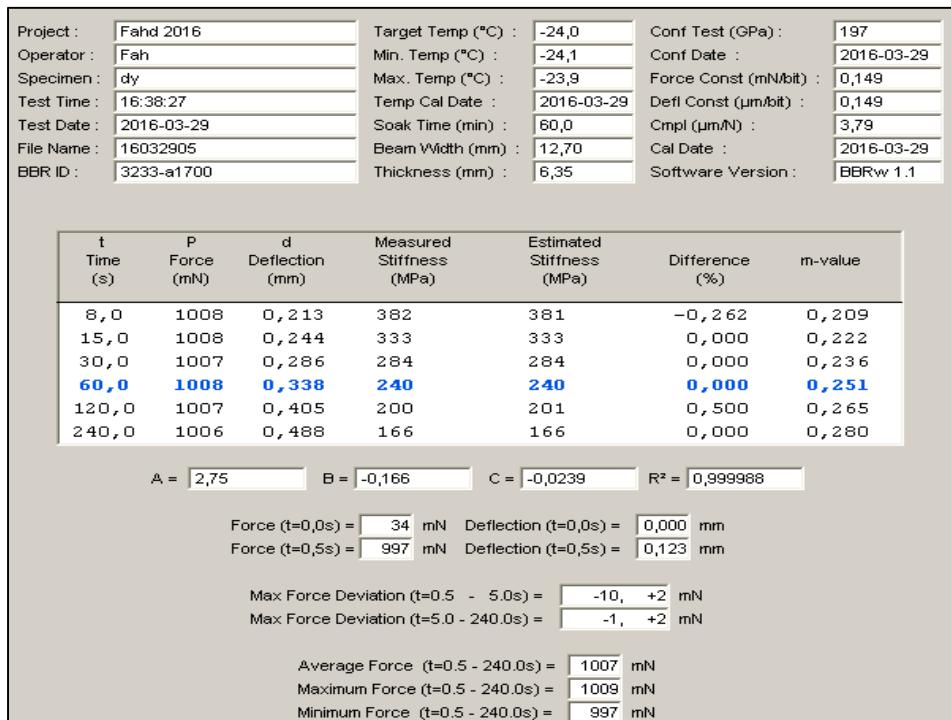


Figure-A III-35 Essai BBR du « Bitume A PAV 30 heures » à -24°C n°2

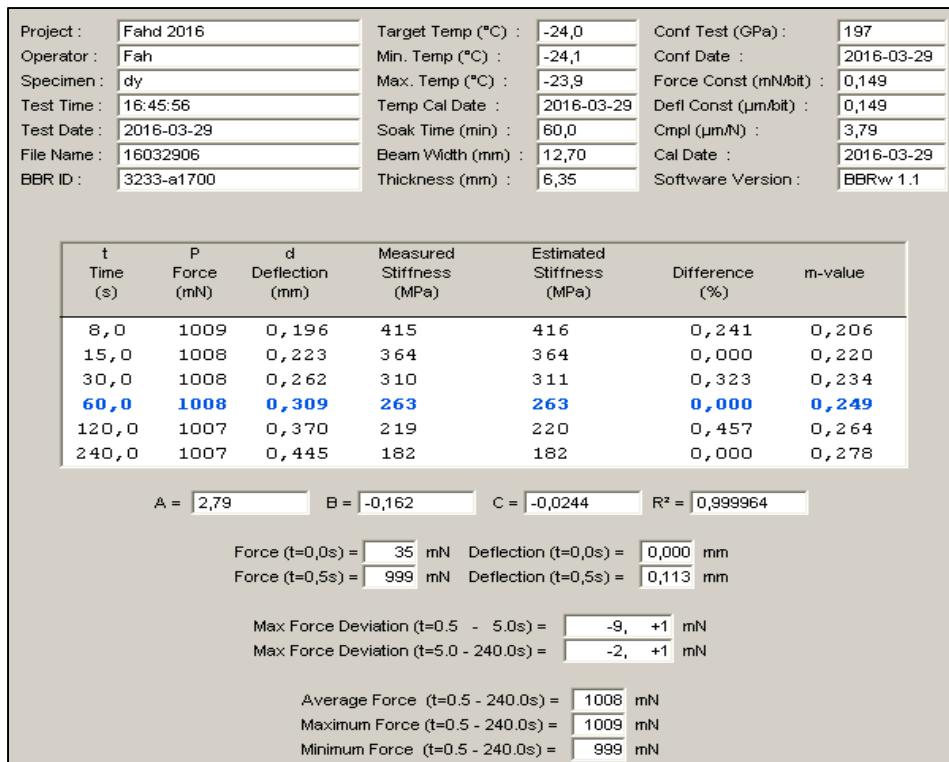


Figure-A III-36 Essai BBR du « Bitume A PAV 30 heures » à -24°C n°3

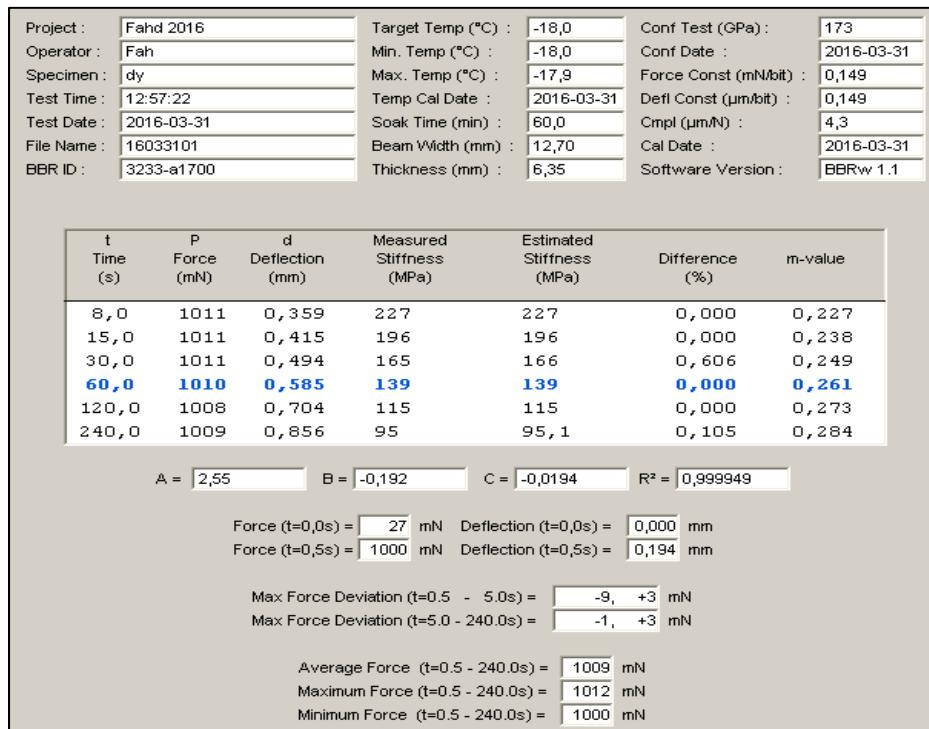


Figure-A III-37 Essai BBR du « Bitume A PAV 40 heures » à -18°C n°1

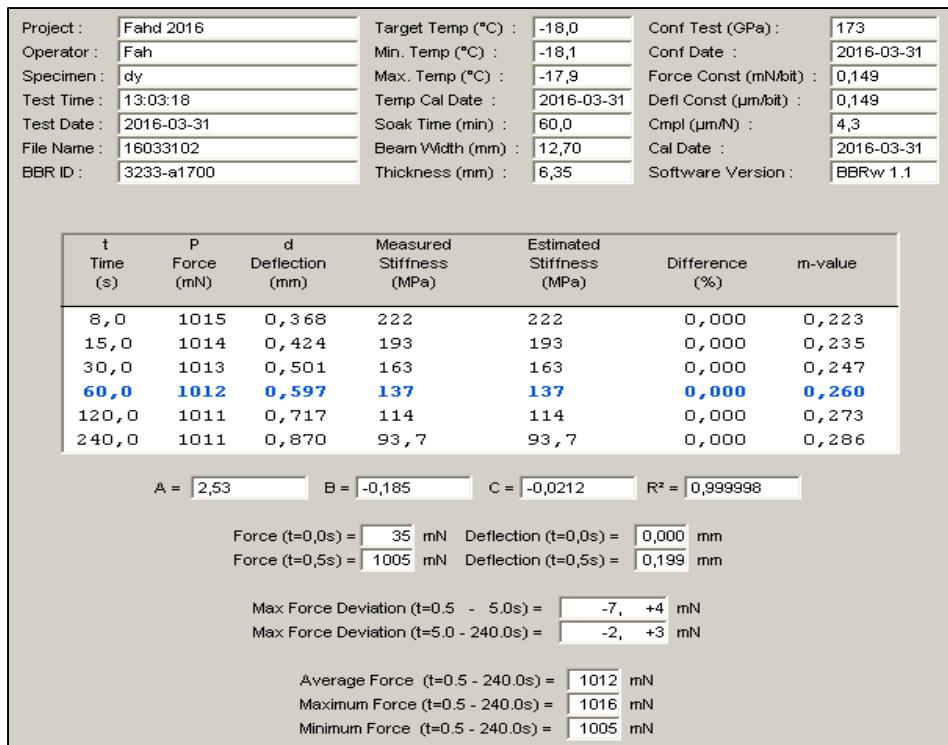


Figure-A III-38 Essai BBR du « Bitume A PAV 40 heures » à -18°C n°2

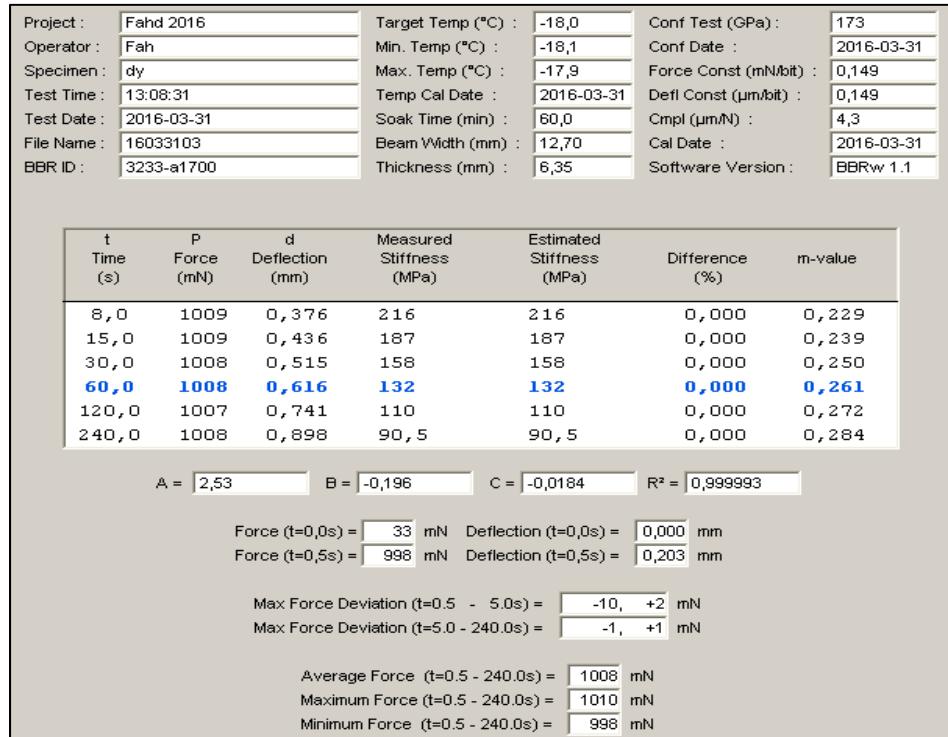


Figure-A III-39 Essai BBR du « Bitume A PAV 40 heures » à -18°C n°3

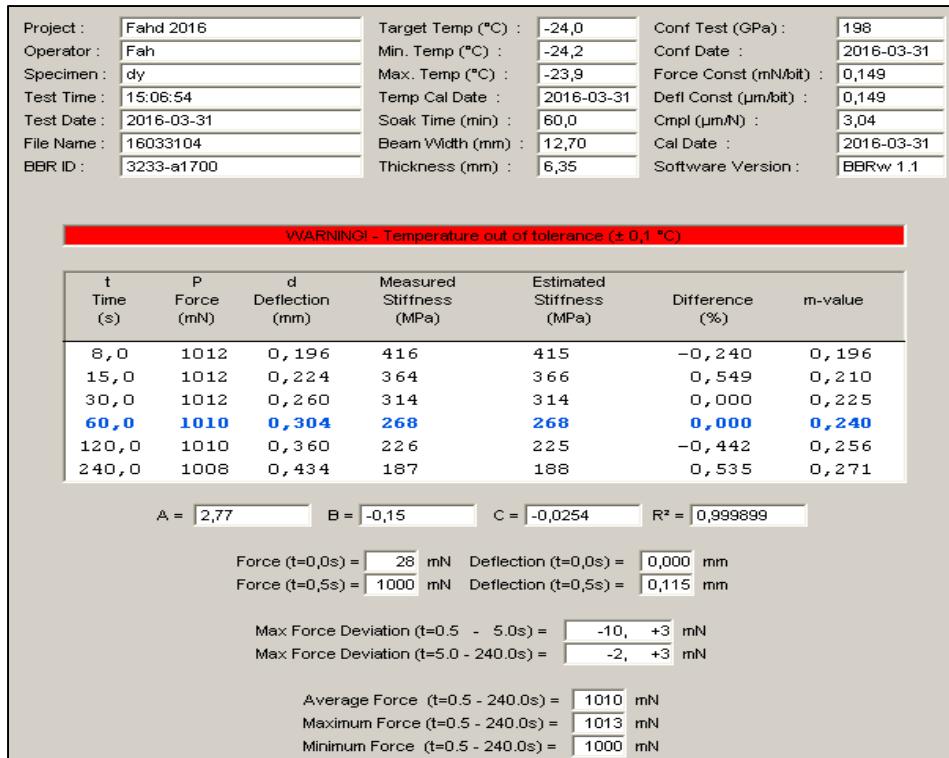


Figure-A III-40 Essai BBR du « Bitume A PAV 40 heures » à -24°C n°1

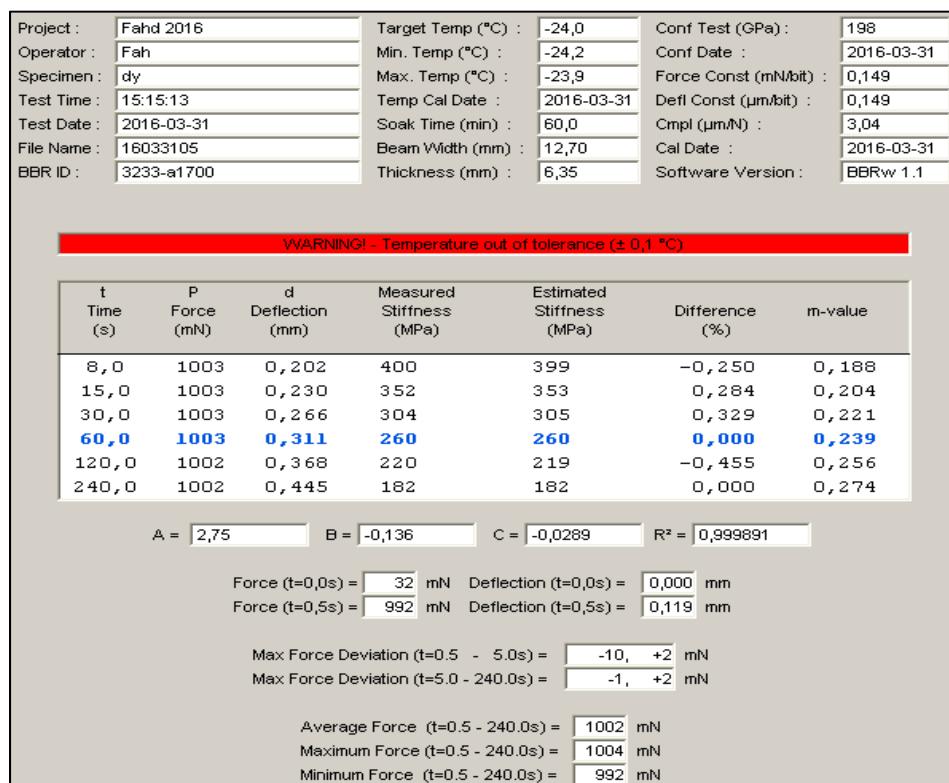


Figure-A III-41 Essai BBR du « Bitume A PAV 40 heures » à -24°C n°2

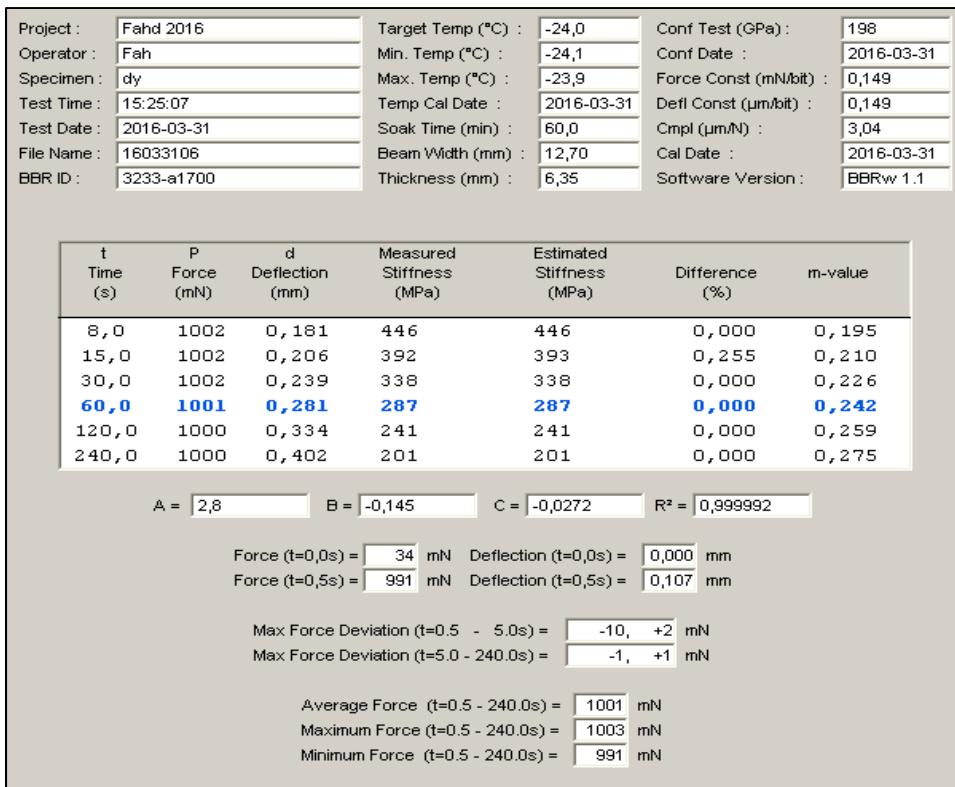


Figure-A III-42 Essai BBR du « Bitume A PAV 40 heures » à -24°C n°3

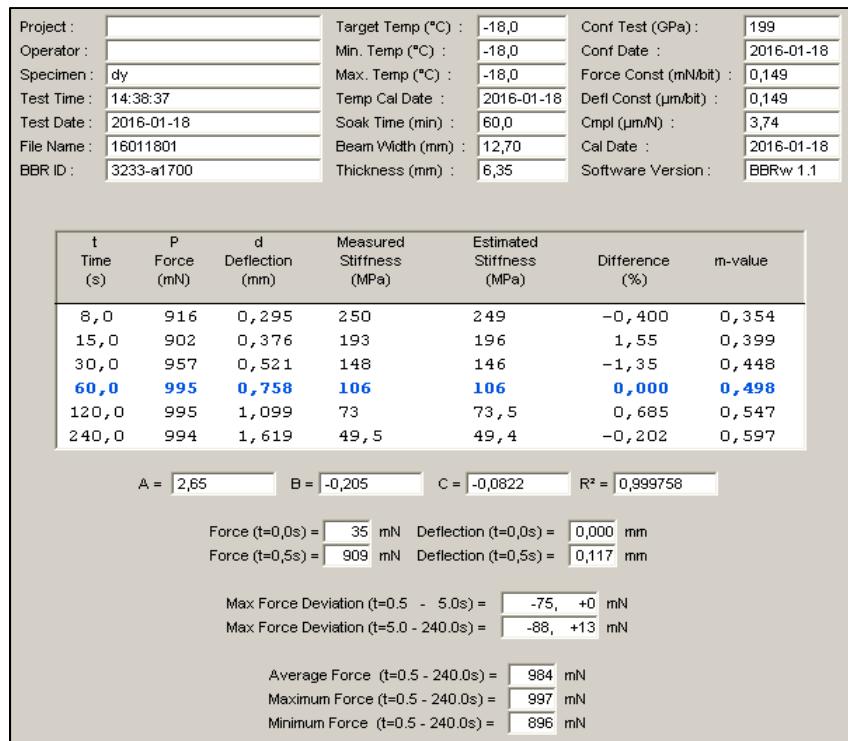


Figure-A III-43 Essai BBR du « Bitume B Original » à -18°C n°1

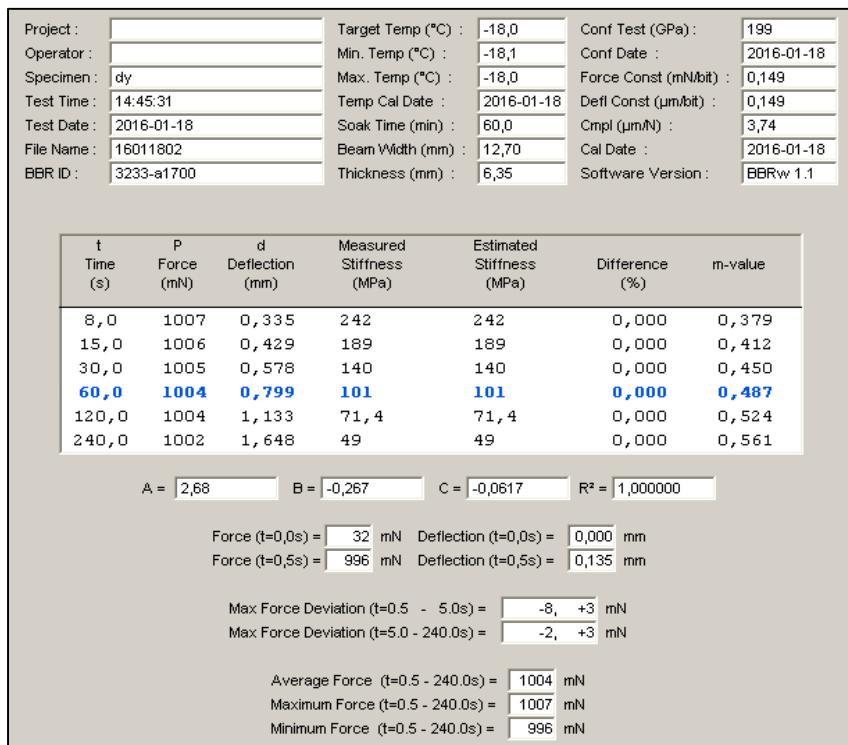


Figure-A III-44 Essai BBR du « Bitume B Original » à -18°C n°2

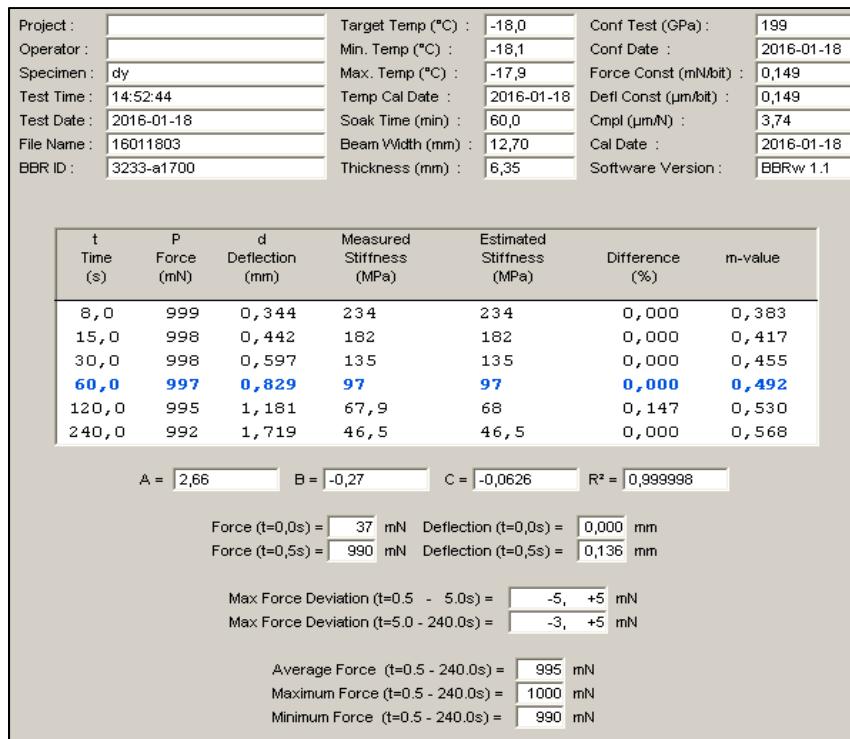


Figure-A III-45 Essai BBR du « Bitume B Original » à -18°C n°3

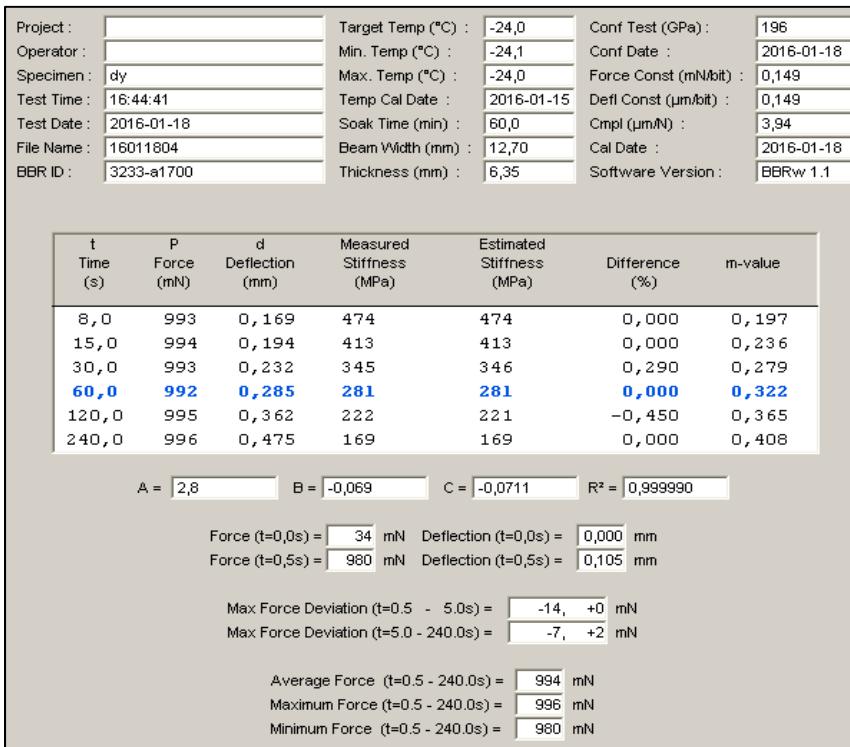


Figure-A III-46 Essai BBR du « Bitume B Original » à -24°C n°1

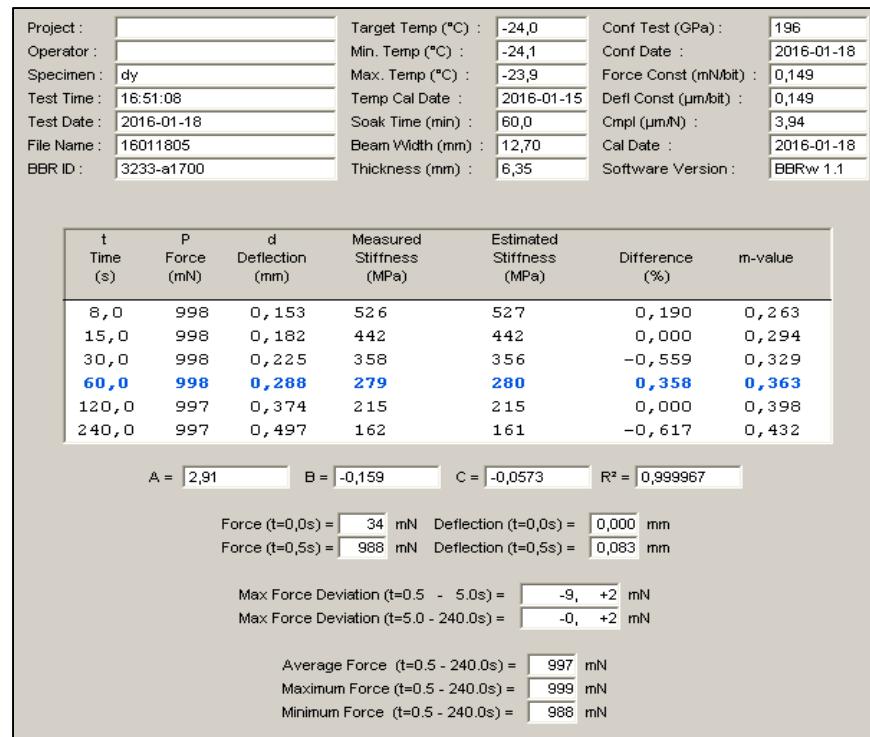


Figure-A III-47 Essai BBR du « Bitume B Original » à -24°C n°2

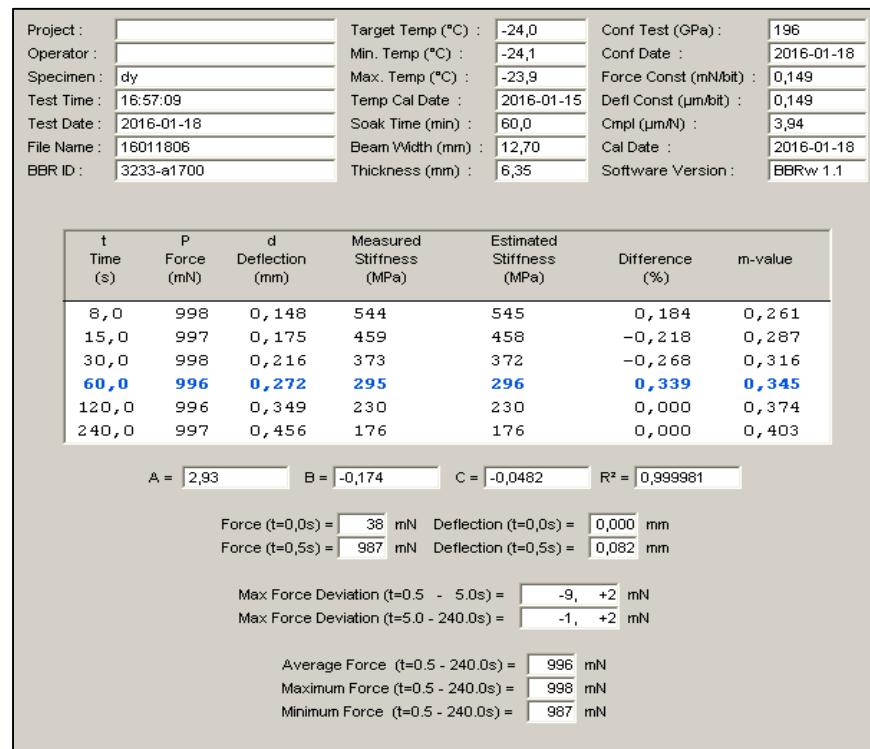


Figure-A III-48 Essai BBR du « Bitume B Original » à -24°C n°3

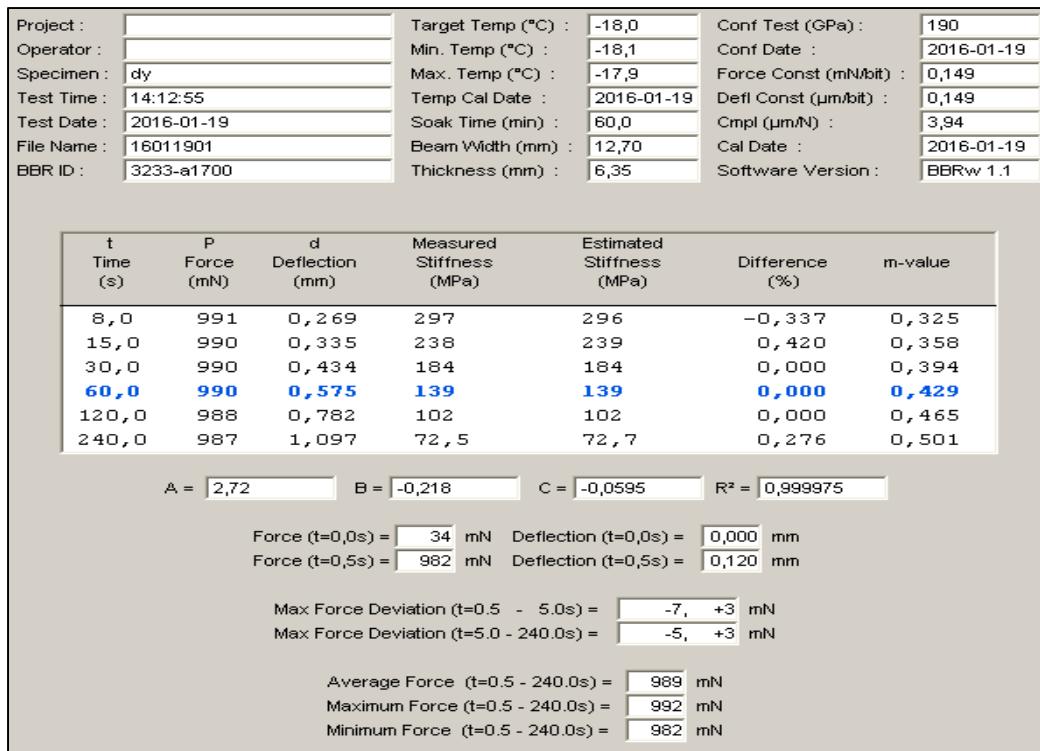


Figure-A III- Essai de l'essai BBR du « Bitume B RTFO 85 min » à -18°C n°1

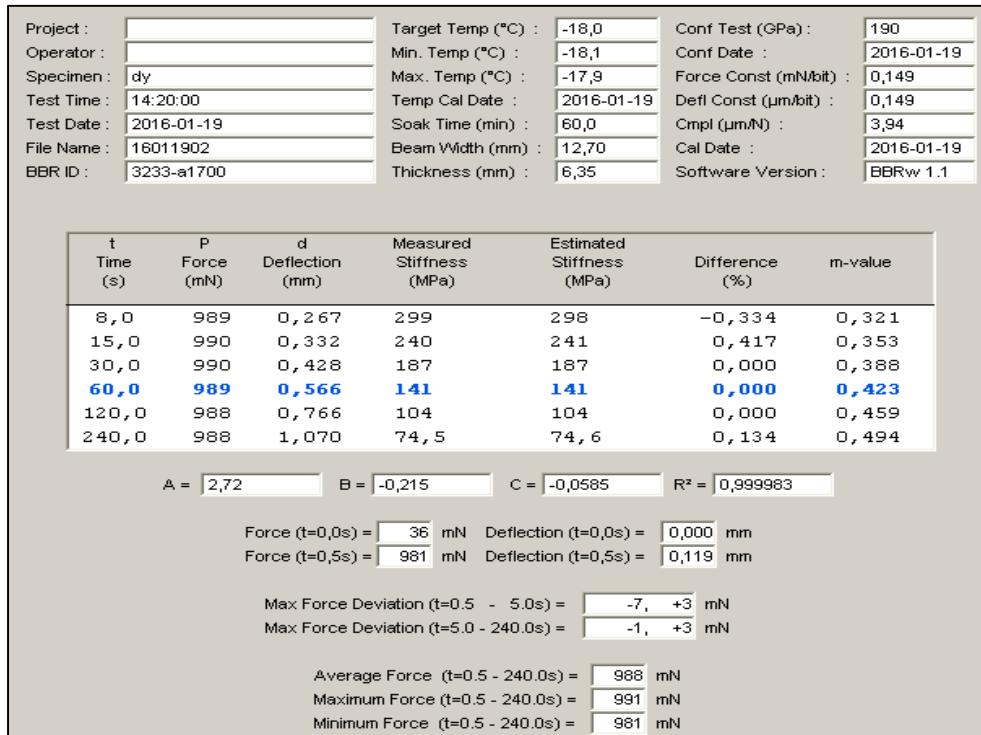


Figure-A III-50 Essai BBR du « Bitume B RTFO 85 min » à -18°C n°2

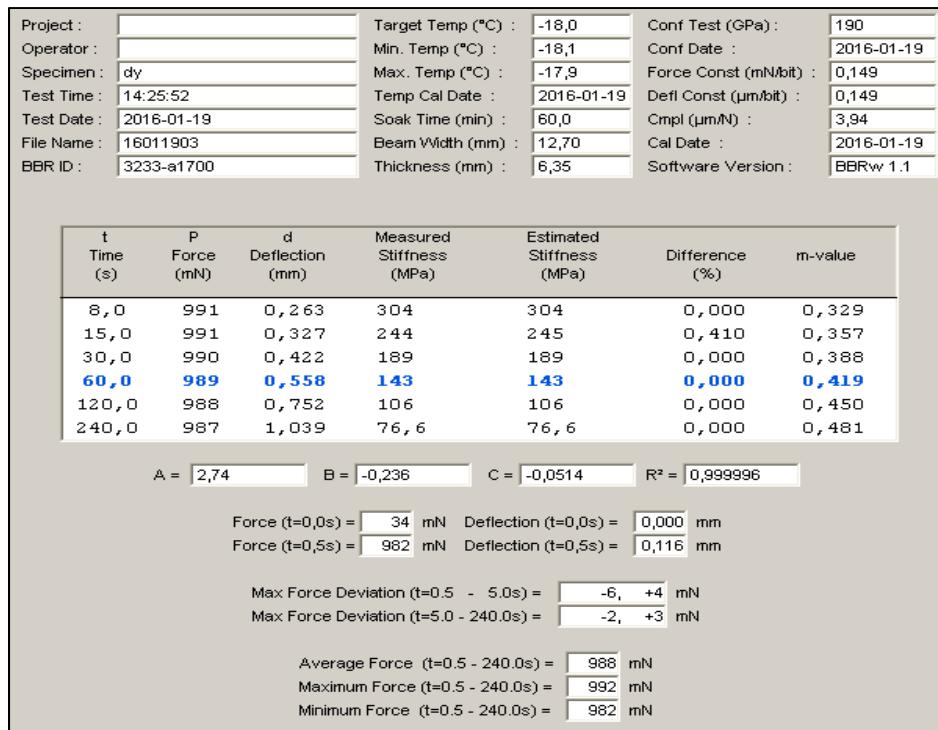


Figure-A III-51 Essai BBR du « Bitume B RTFO 85 min » à -18°C n°3

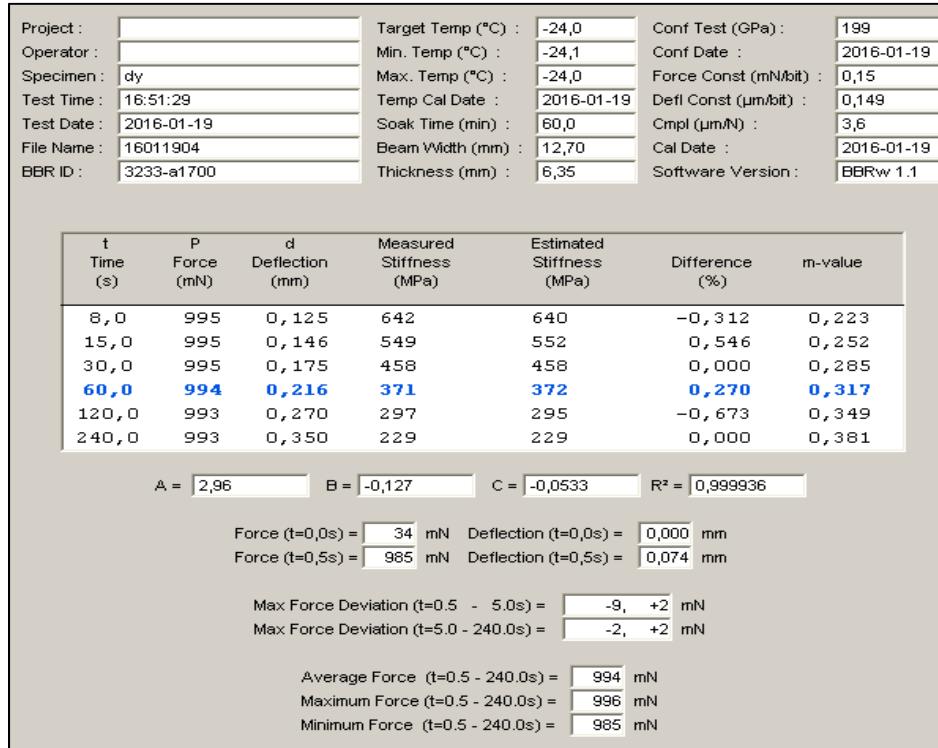


Figure-A III-52 Essai BBR du « Bitume B RTFO 85 min » à -24°C n°1

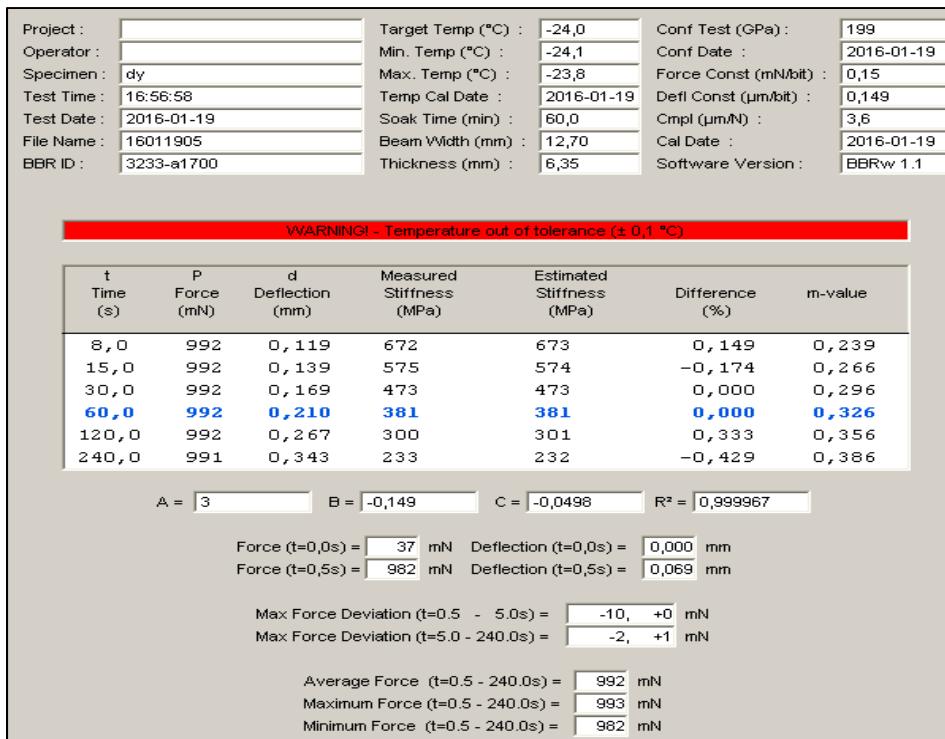


Figure-A III-53 Essai BBR du « Bitume B RTFO 85 min » à -24°C n°2

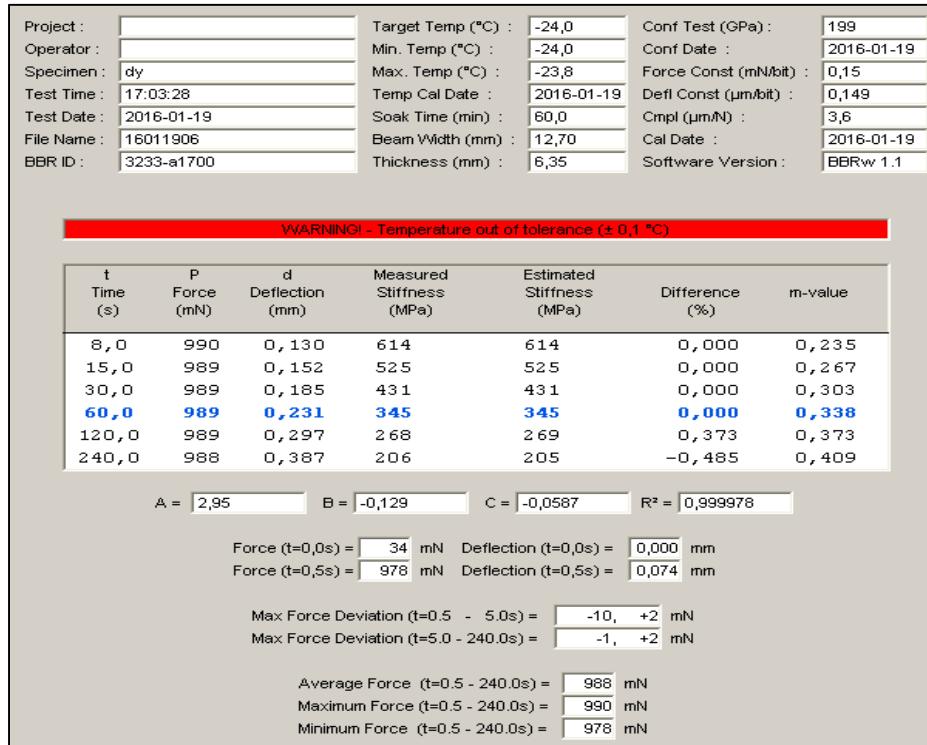
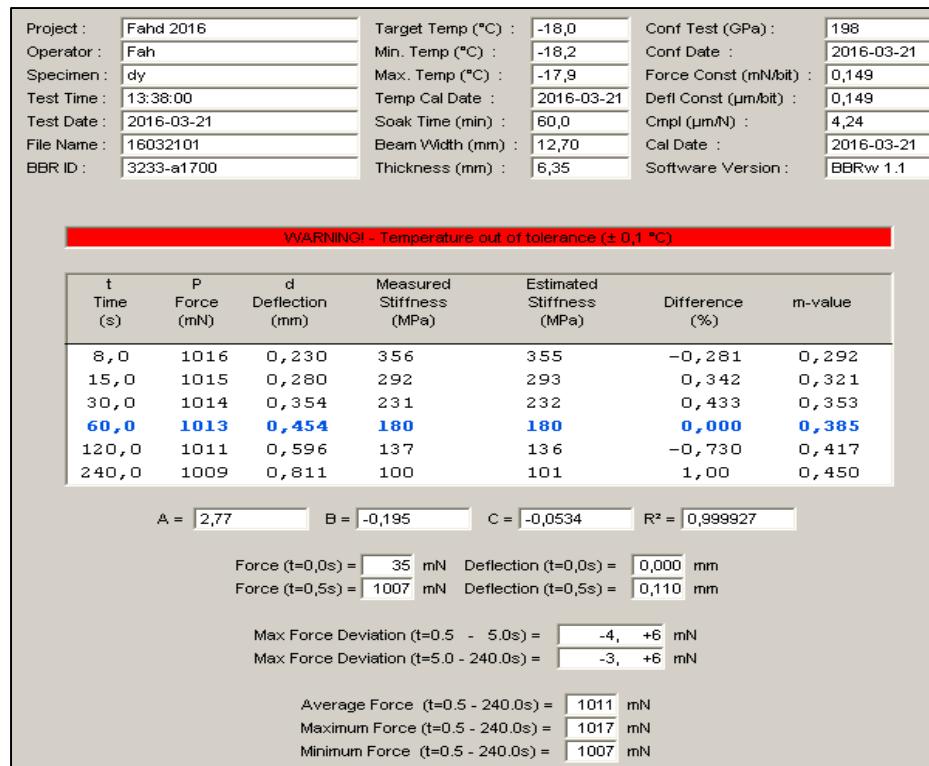
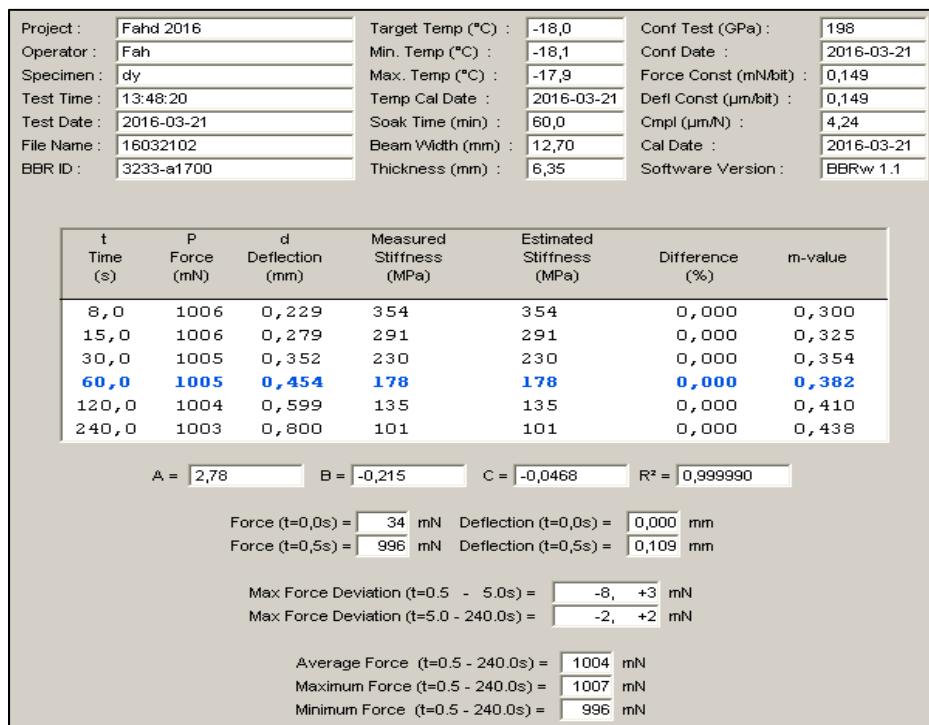


Figure-A III-54 Essai BBR du « Bitume B RTFO 85 min » à -24°C n°3

Figure-A III-55 Essai BBR du « Bitume B RTFO 150 min » à -18°C n°1Figure-A III-56 Essai BBR du « Bitume B RTFO 150 min » à -18°C n°2

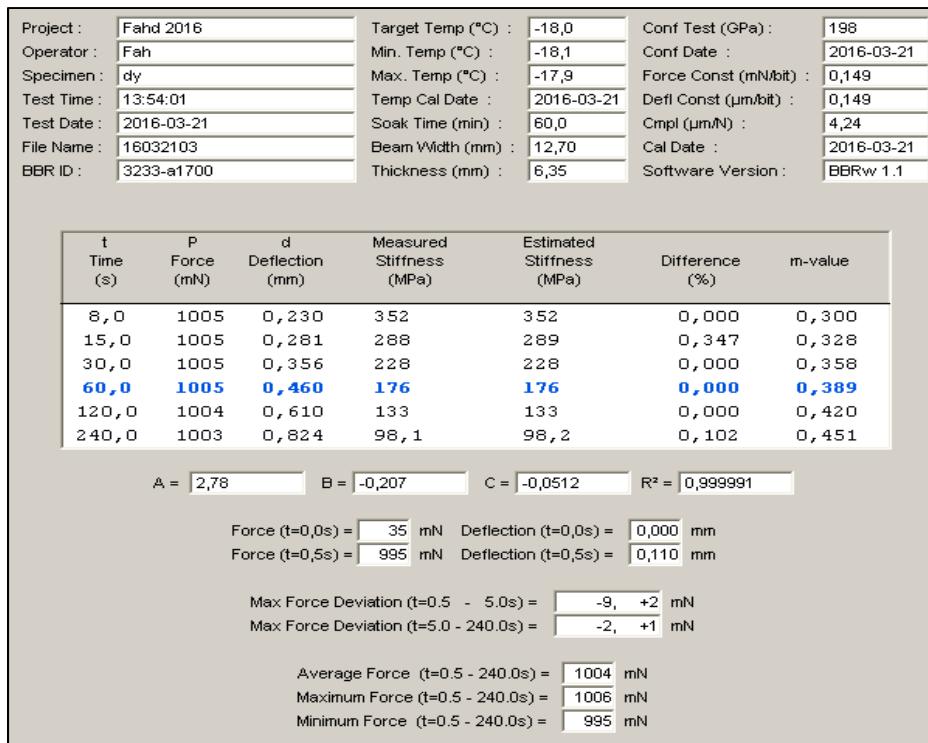


Figure-A III-57 Essai BBR du « Bitume B RTFO 150 min » à -18°C n°3

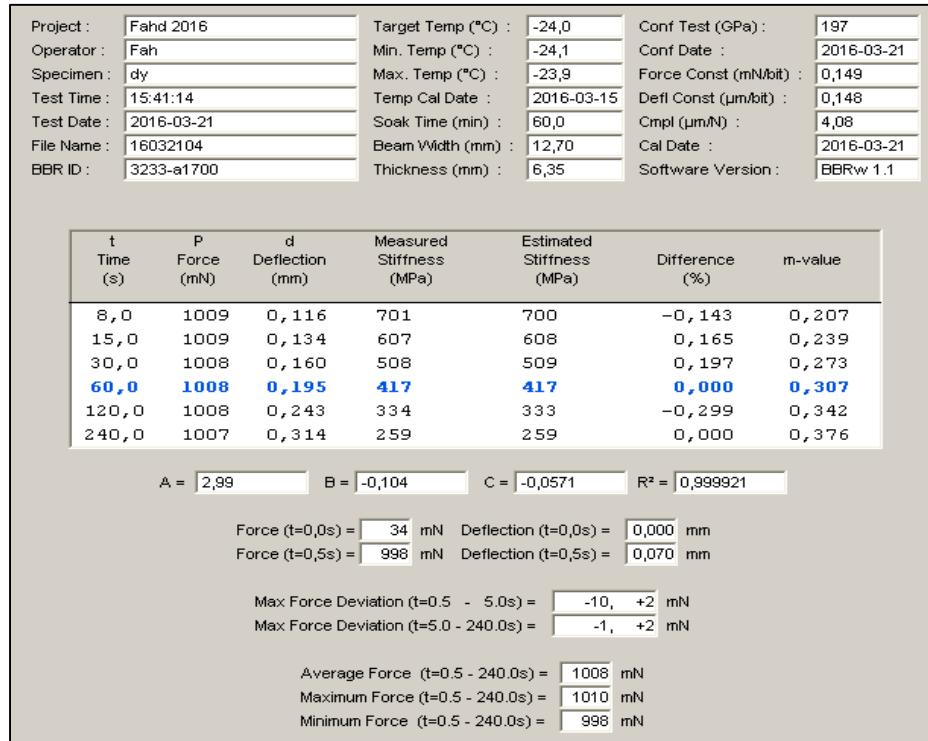


Figure-A III-58 Essai BBR du « Bitume B RTFO 150 min » à -24°C n°1

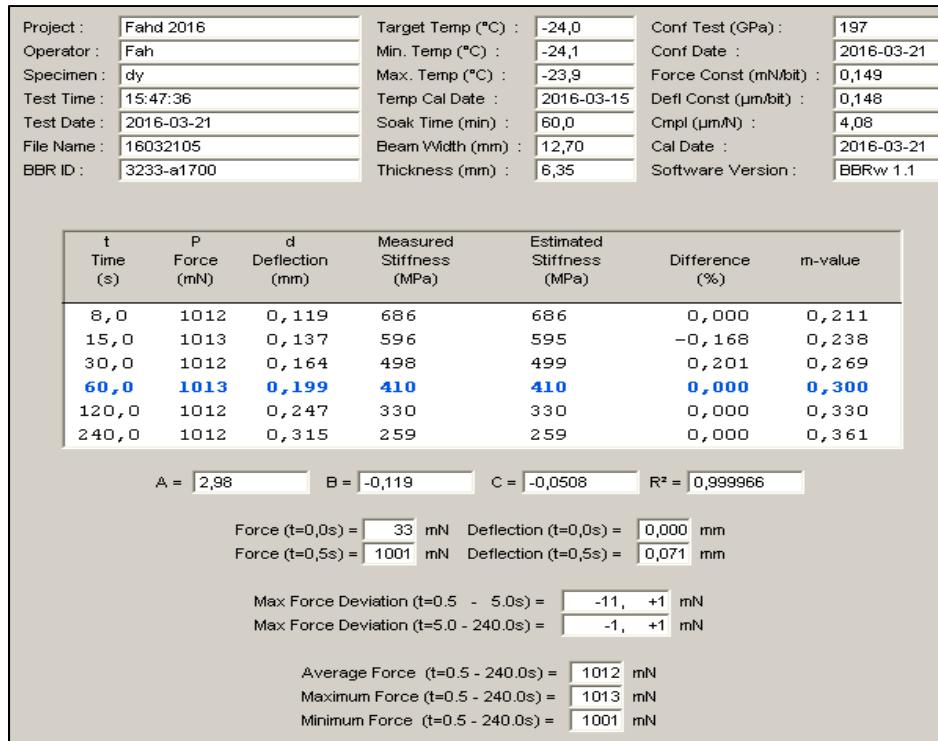


Figure-A III-59 Essai BBR du « Bitume B RTFO 150 min » à -24°C n°2

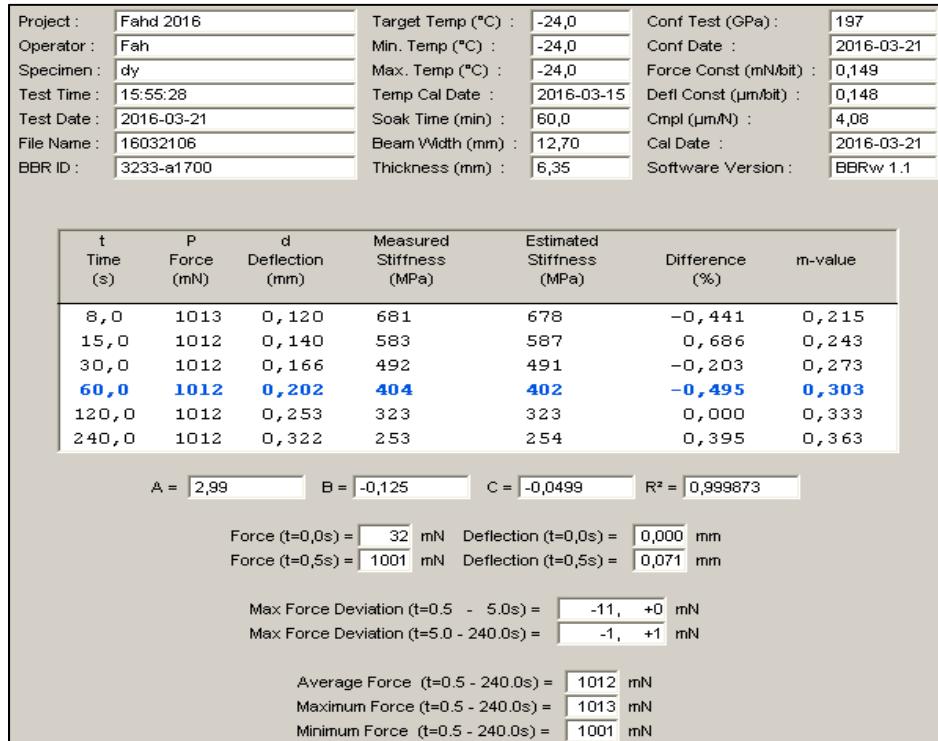


Figure-A III-60 Essai BBR du « Bitume B RTFO 150 min » à -24°C n°3

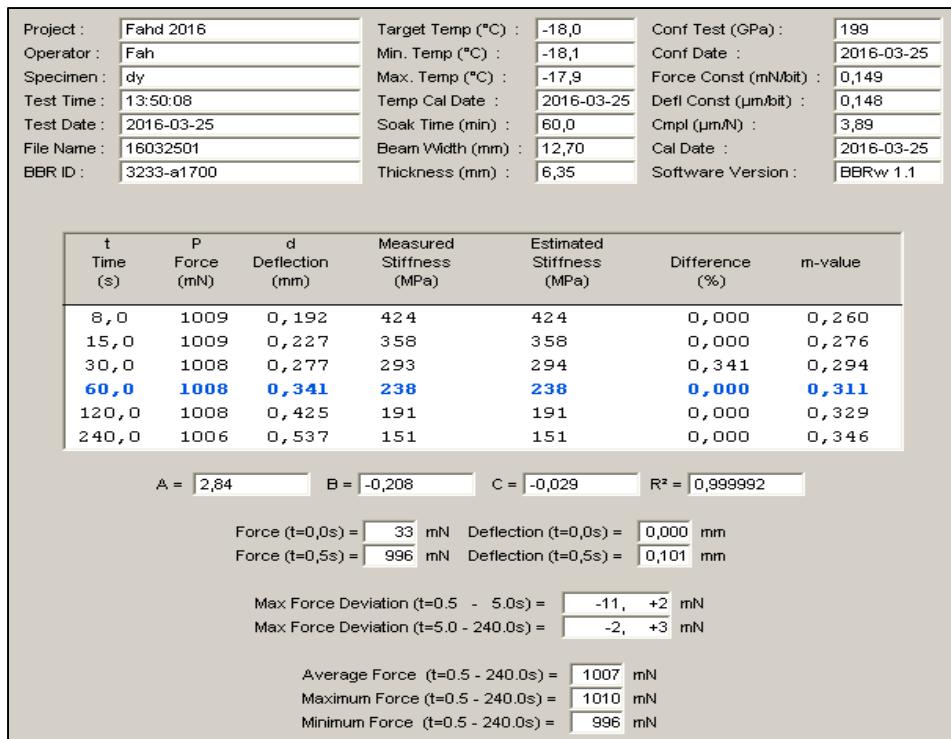


Figure-A III-61 Essai BBR du « Bitume B RTFO 300 min » à -18°C n°1

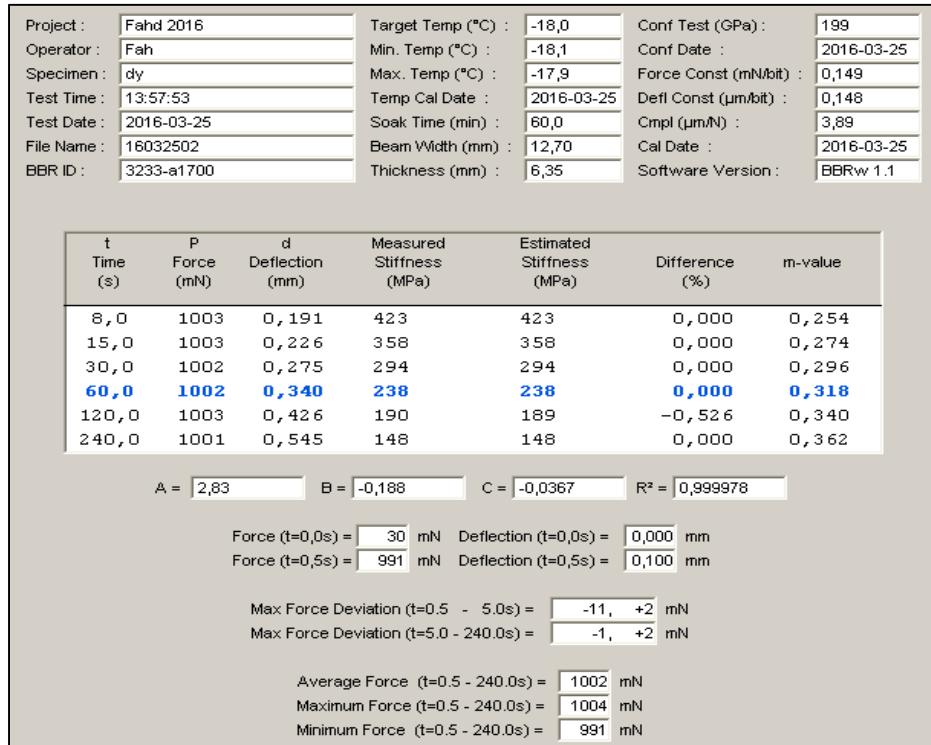


Figure-A III-62 Essai BBR du « Bitume B RTFO 300 min » à -18°C n°2

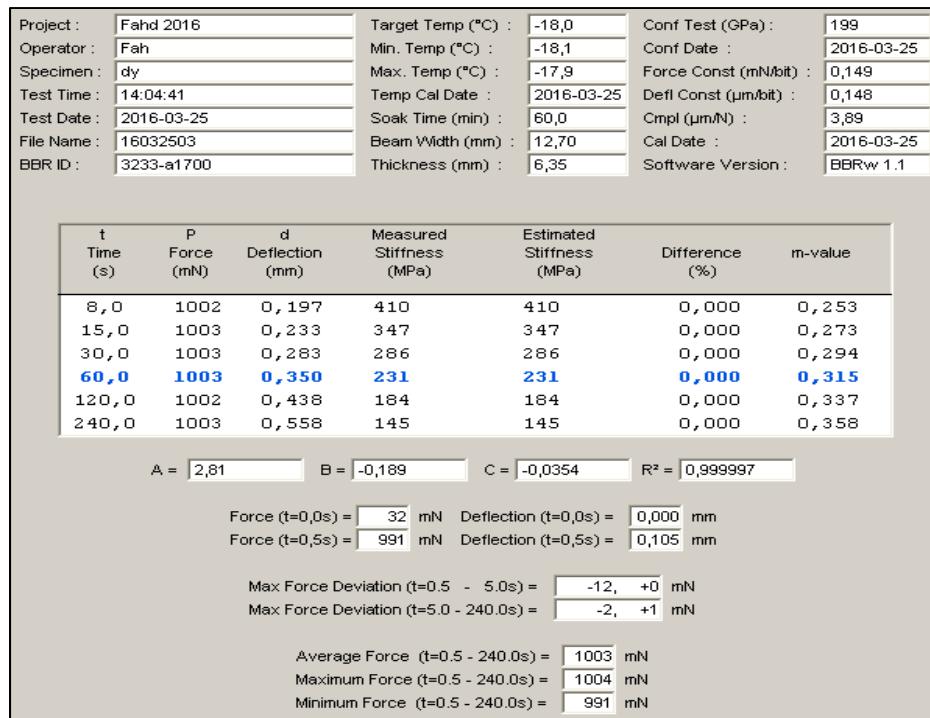


Figure-A III-63 Essai BBR du « Bitume B RTFO 300 min » à -18°C n°3

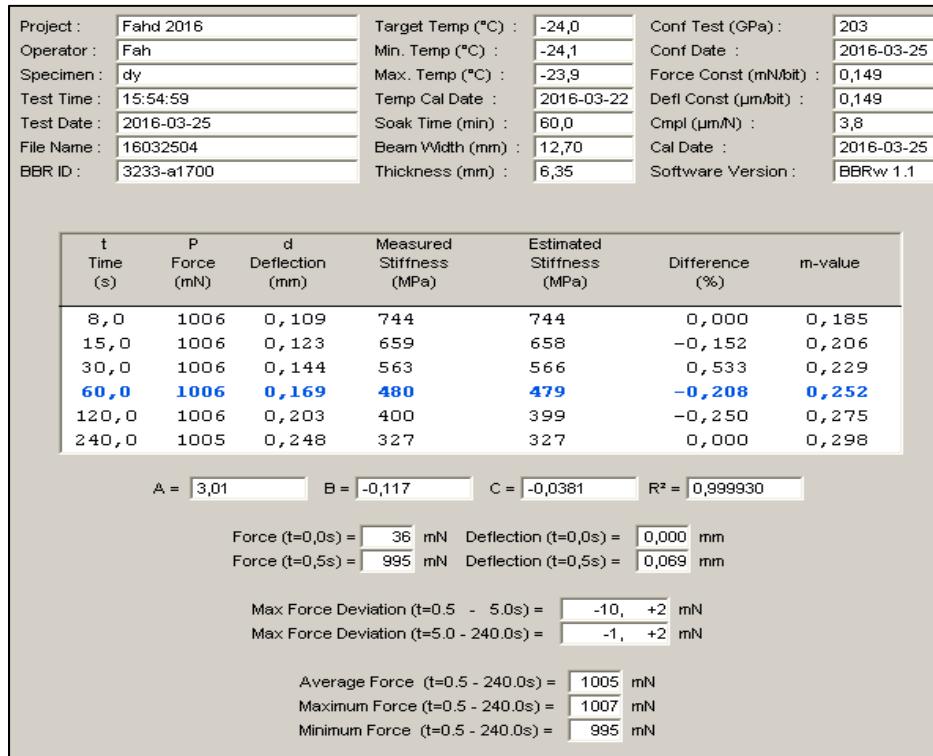


Figure-A III-64 Essai BBR du « Bitume B RTFO 300 min » à -24°C n°1

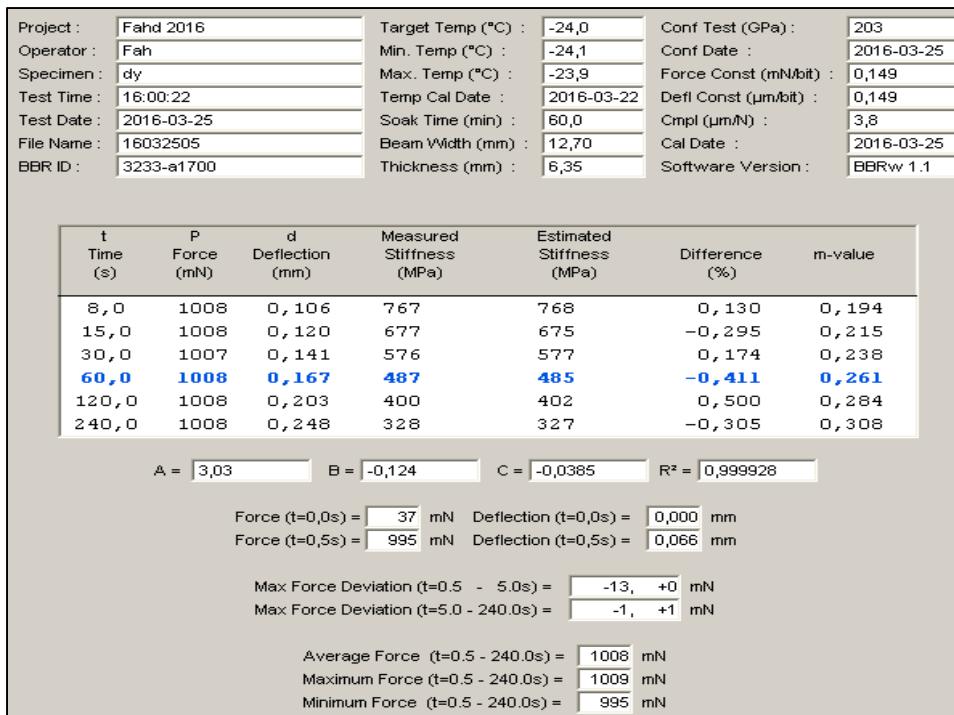


Figure-A III-65 Essai BBR du « Bitume B RTFO 300 min » à -24°C n°2

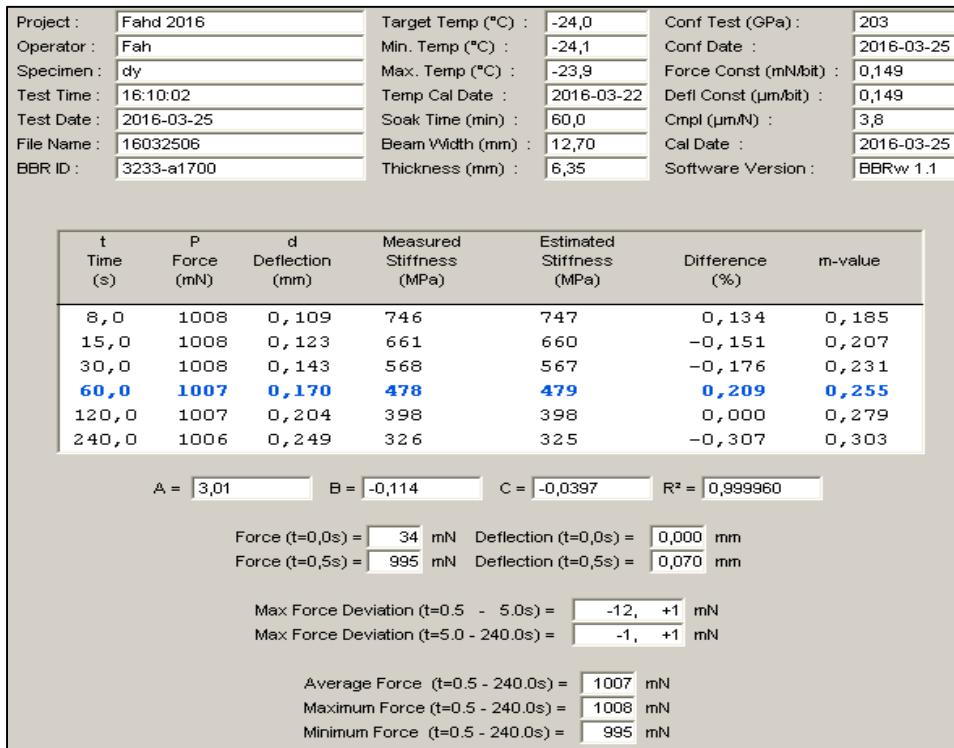


Figure-A III-66 Essai BBR du « Bitume B RTFO 300 min » à -24°C n°3

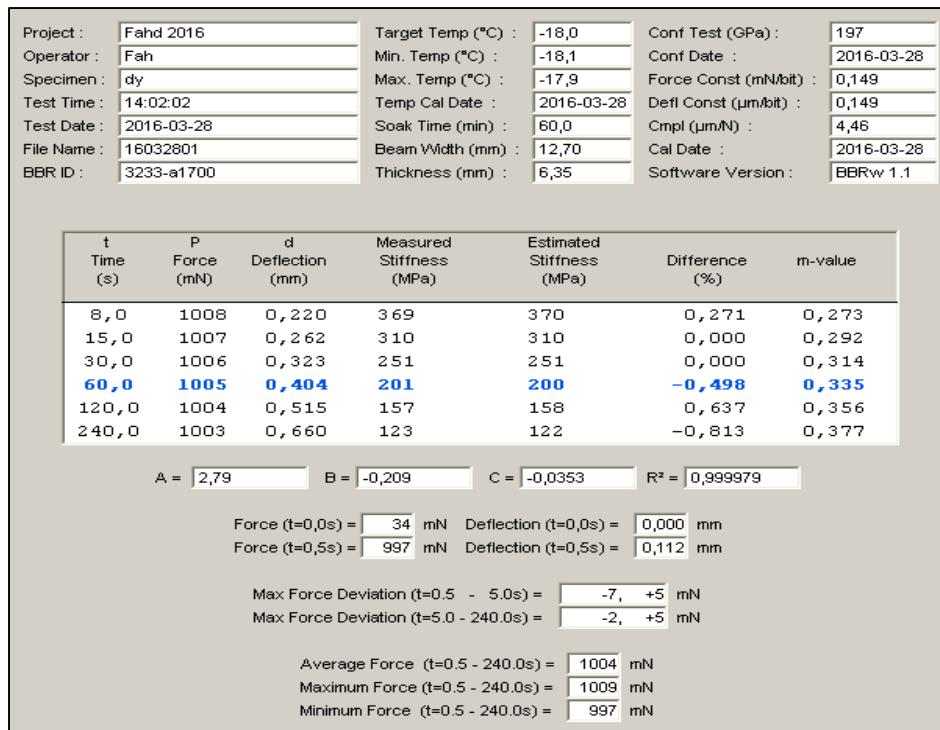


Figure-A III-67 Essai BBR du « Bitume B PAV 20 heures » à -18°C n°1

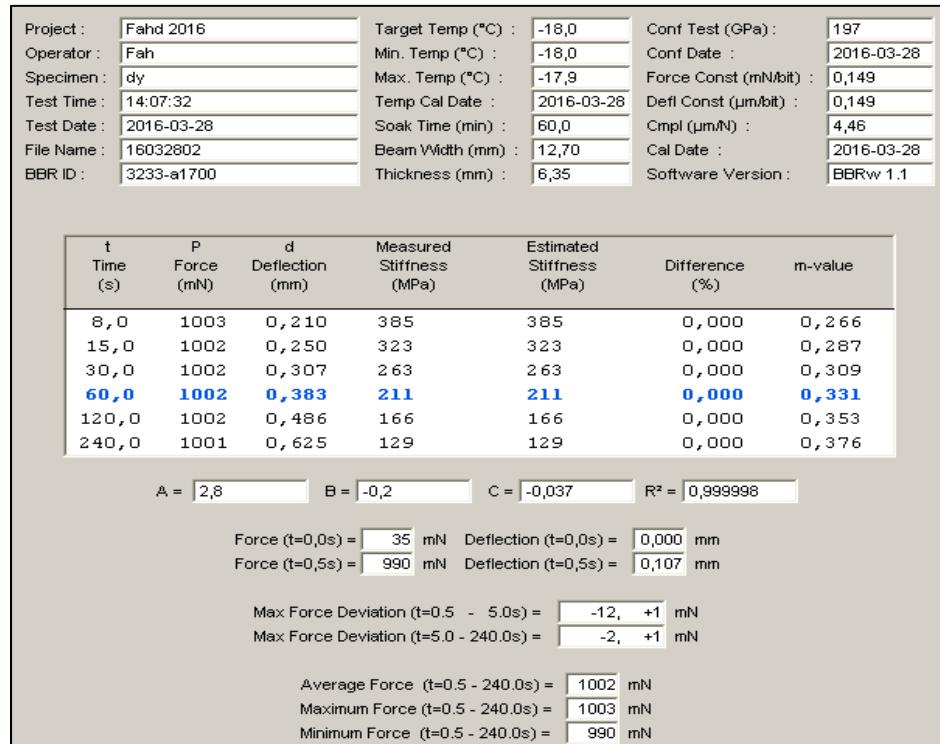


Figure-A III-68 Essai BBR du « Bitume B PAV 20 heures » à -18°C n°2

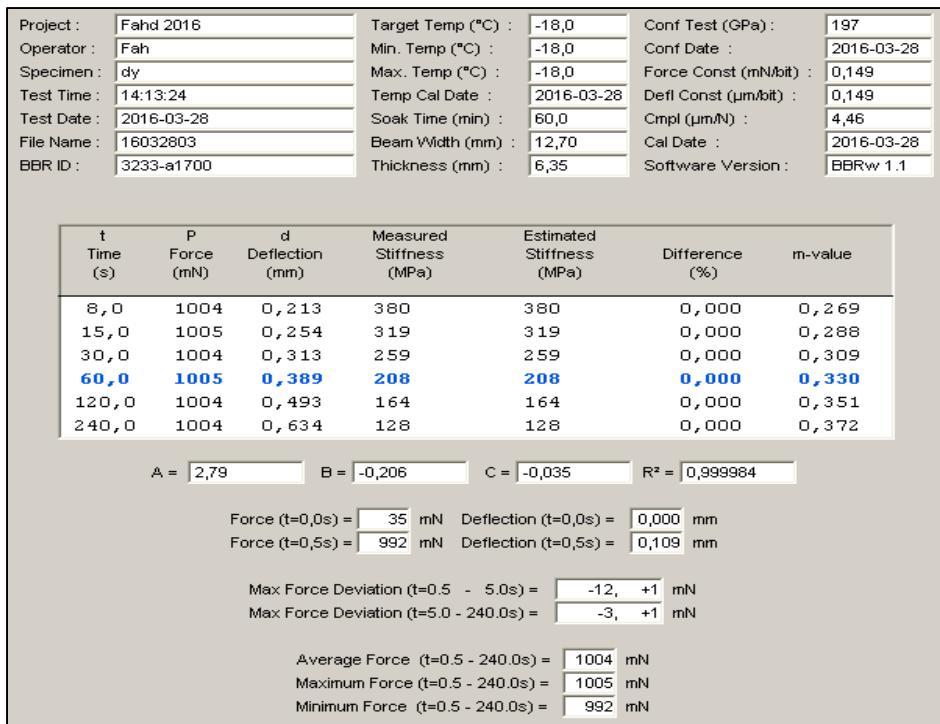


Figure-A III-69 Essai BBR du « Bitume B PAV 20 heures » à -18°C n°3

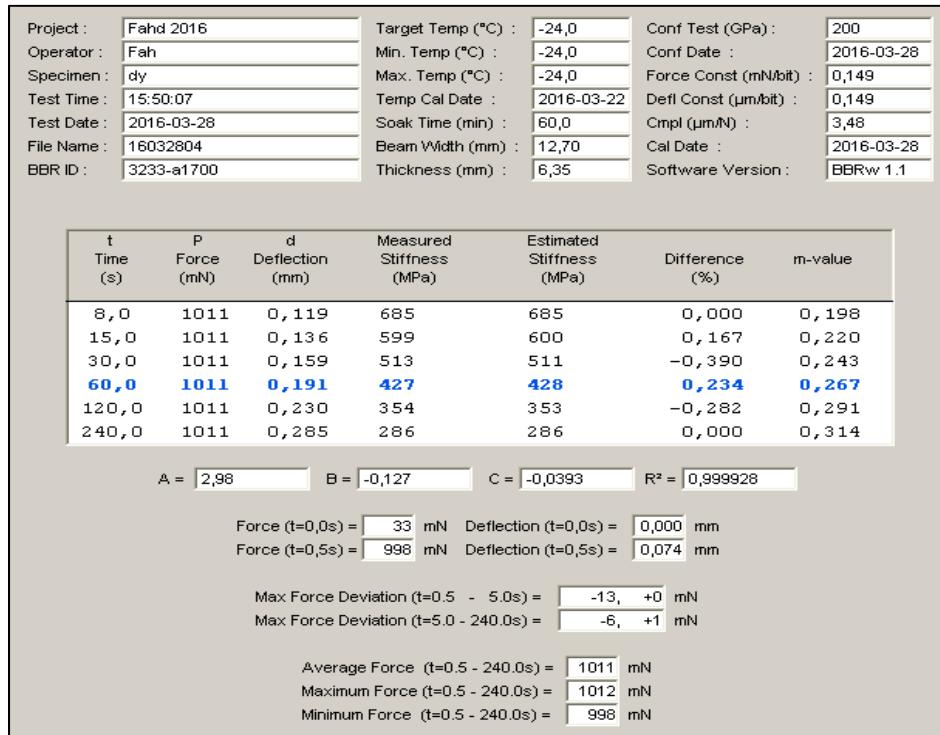


Figure-A III-70 Essai BBR du « Bitume B PAV 20 heures » à -24°C n°1

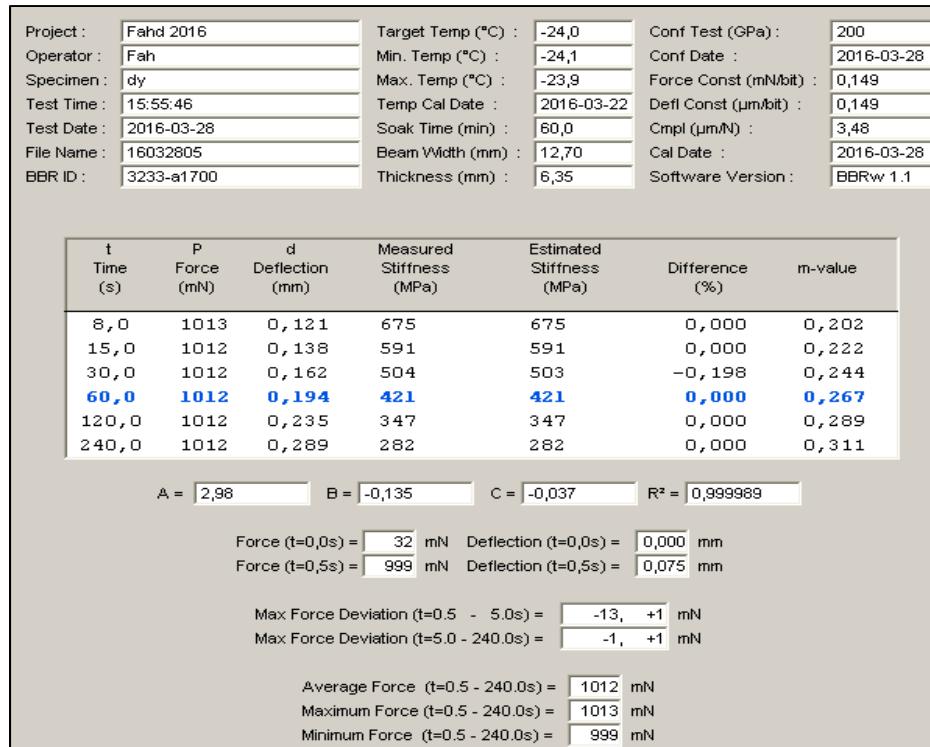


Figure-A III-71 Essai BBR du « Bitume B PAV 20 heures » à -24°C n°2

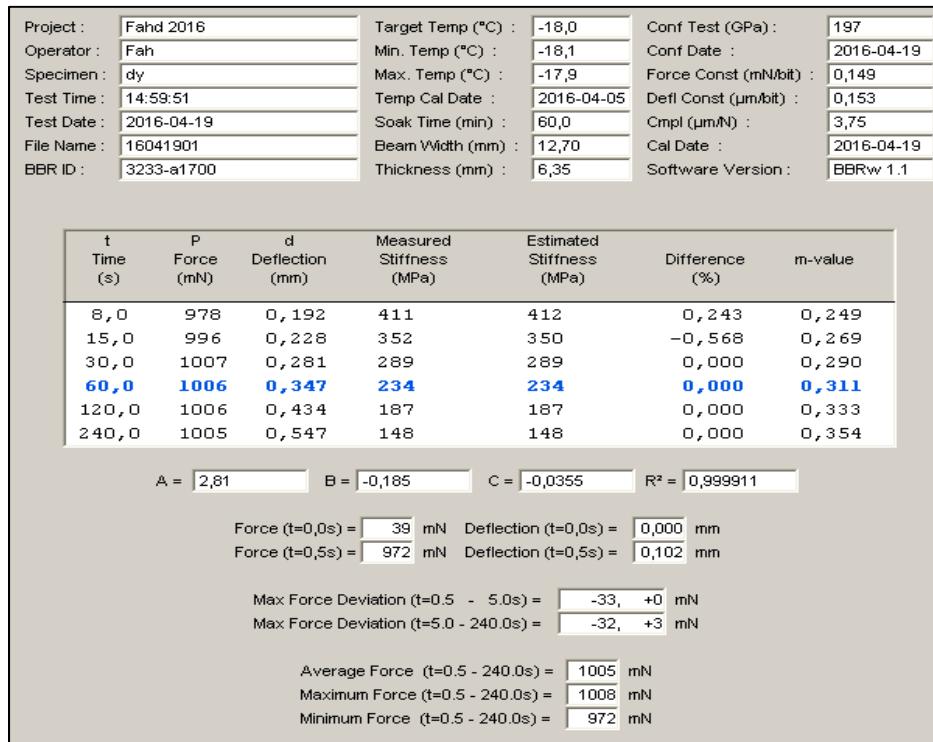


Figure-A III-72 Essai BBR du « Bitume B PAV 30 heures » à -18°C n°1

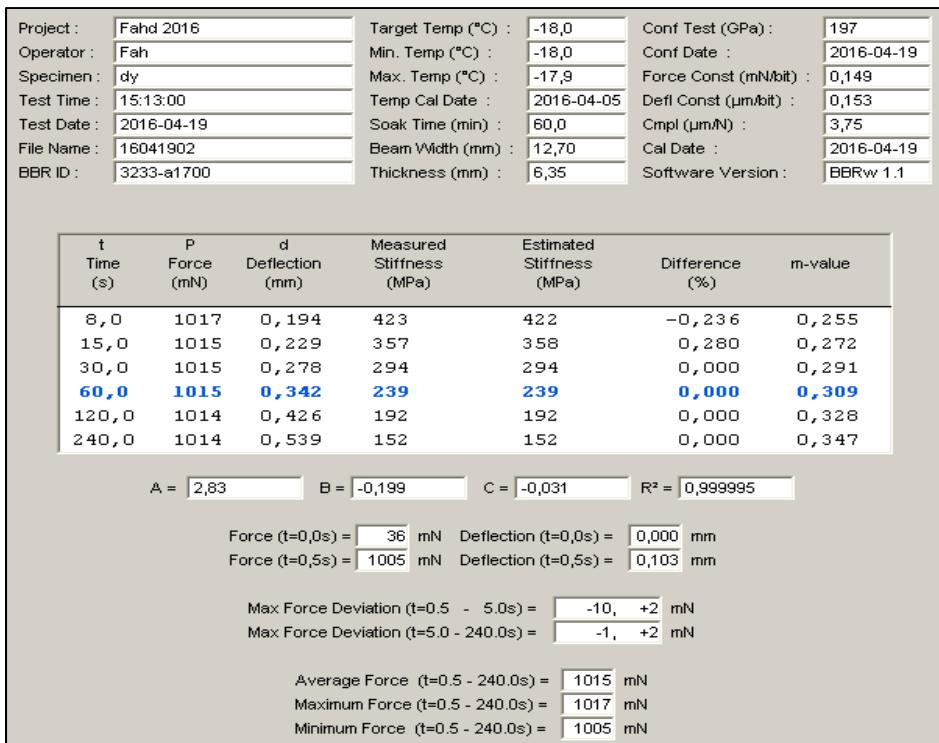


Figure-A III-73 Essai BBR du « Bitume B PAV 30 heures » à -18°C n°2

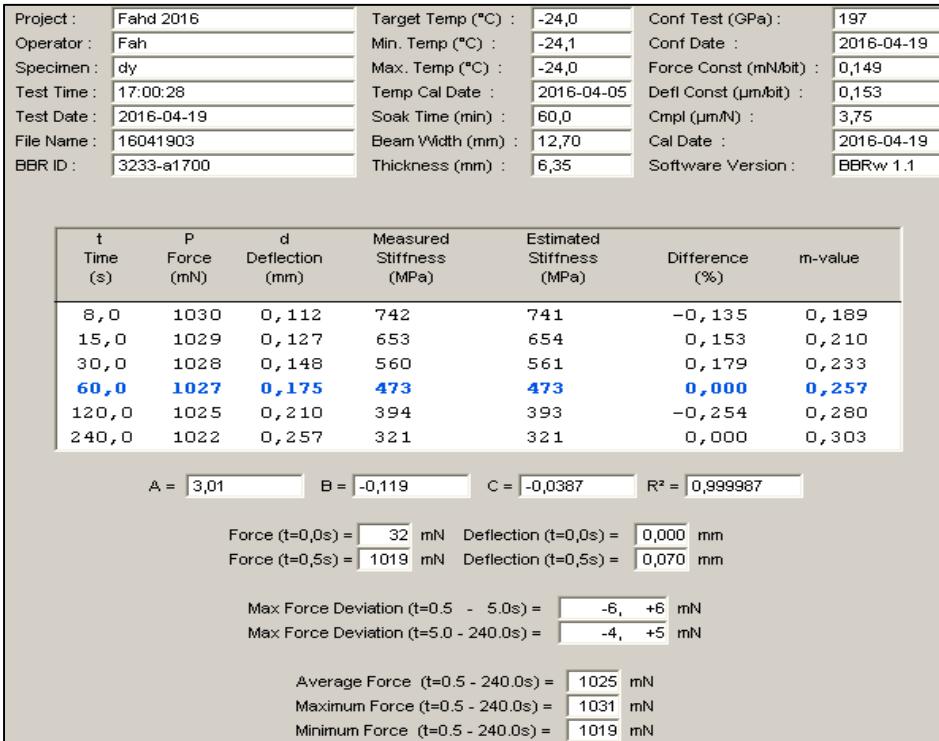


Figure-A III-74 Essai BBR du « Bitume B PAV 30 heures » à -24°C n°1

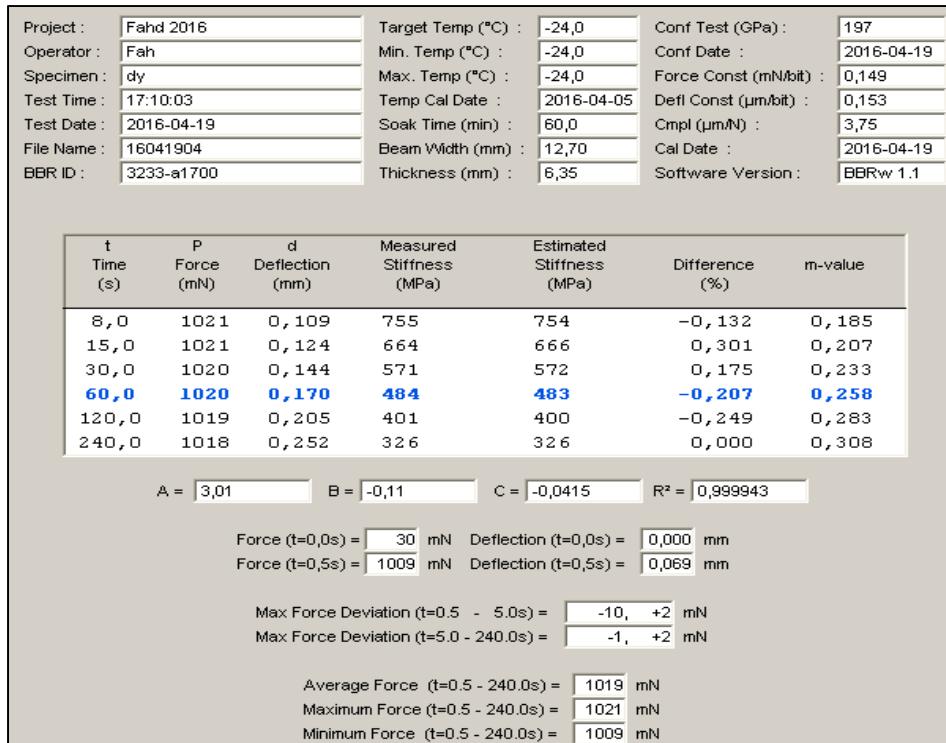


Figure-A III-75 Essai BBR du « Bitume B PAV 30 heures » à -24°C n°2

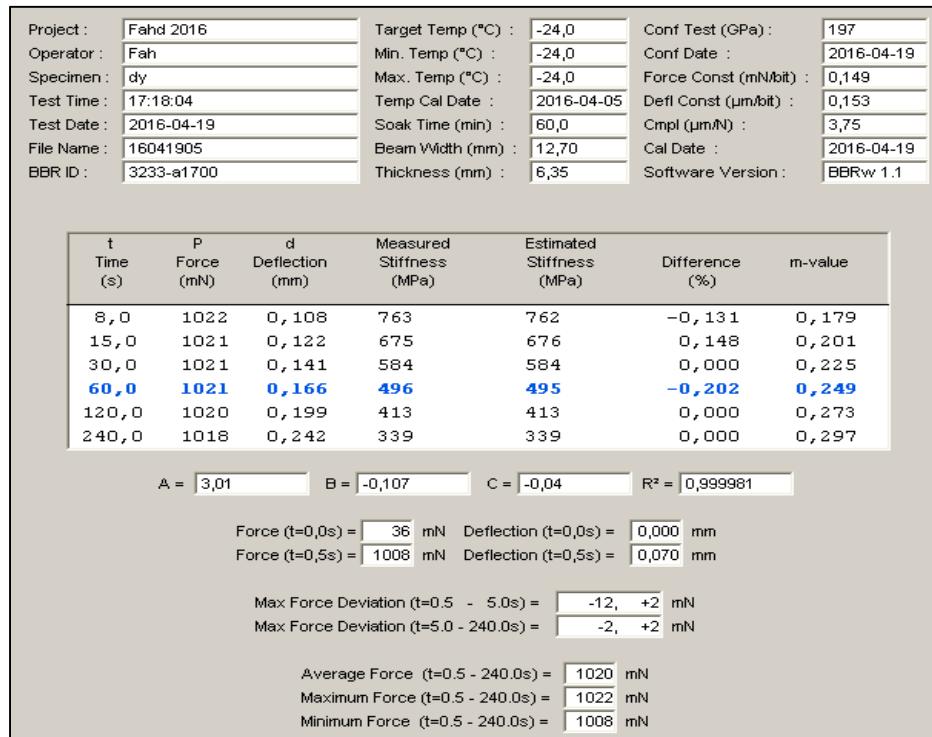


Figure-A III-76 Essai BBR du « Bitume B PAV 30 heures » à -24°C n°3

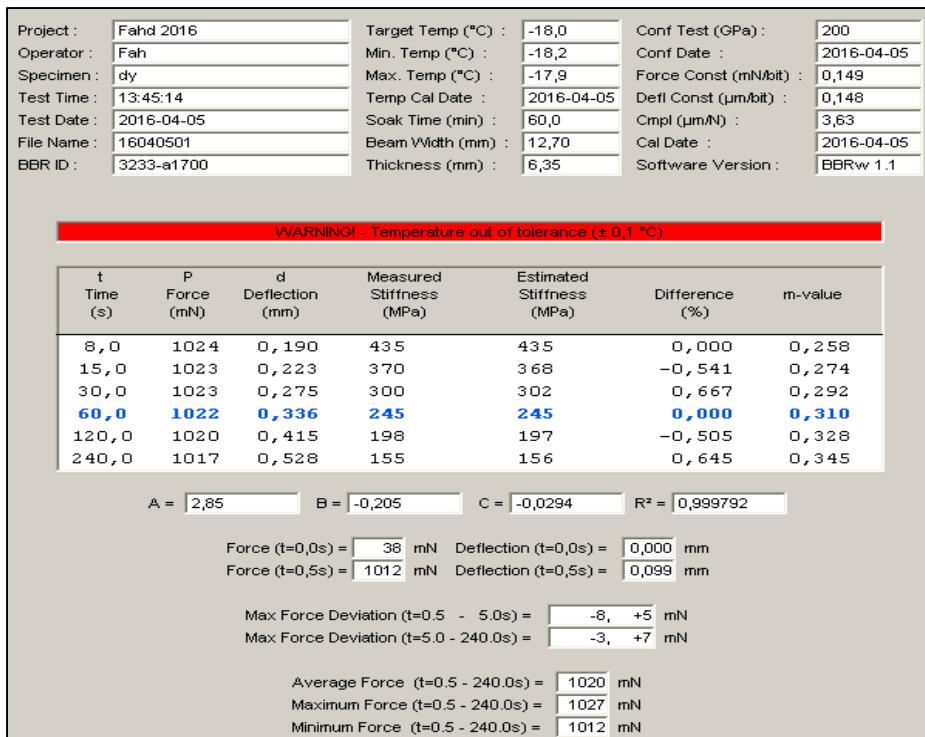


Figure-A III-77 Essai BBR du « Bitume B PAV 40 heures » à -18°C n°1

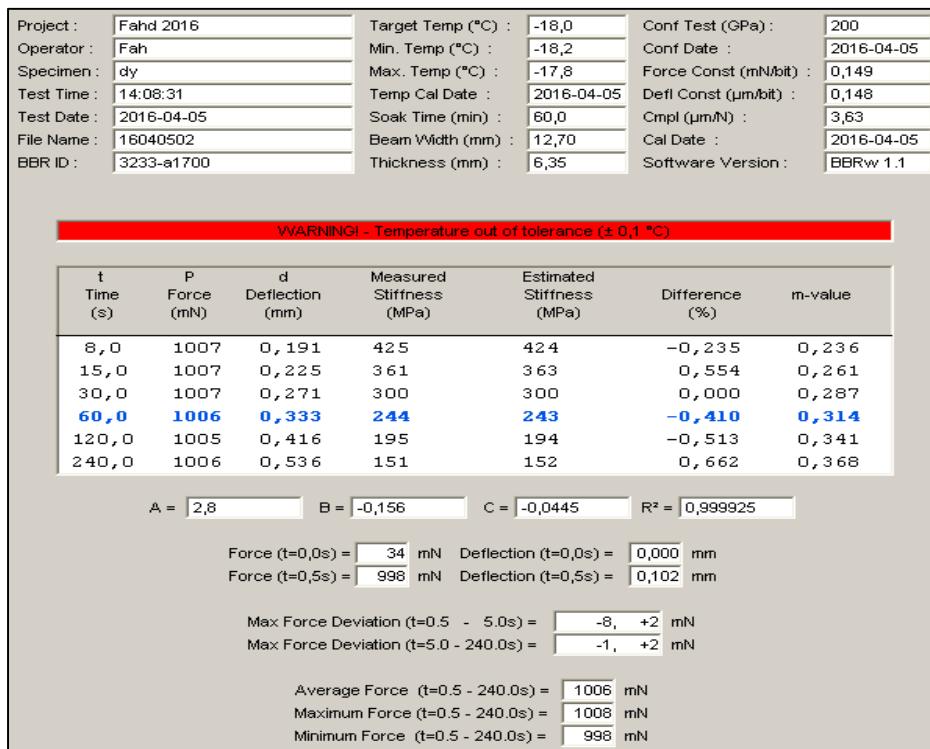


Figure-A III-78 Essai BBR du « Bitume B PAV 40 heures » à -18°C n°2

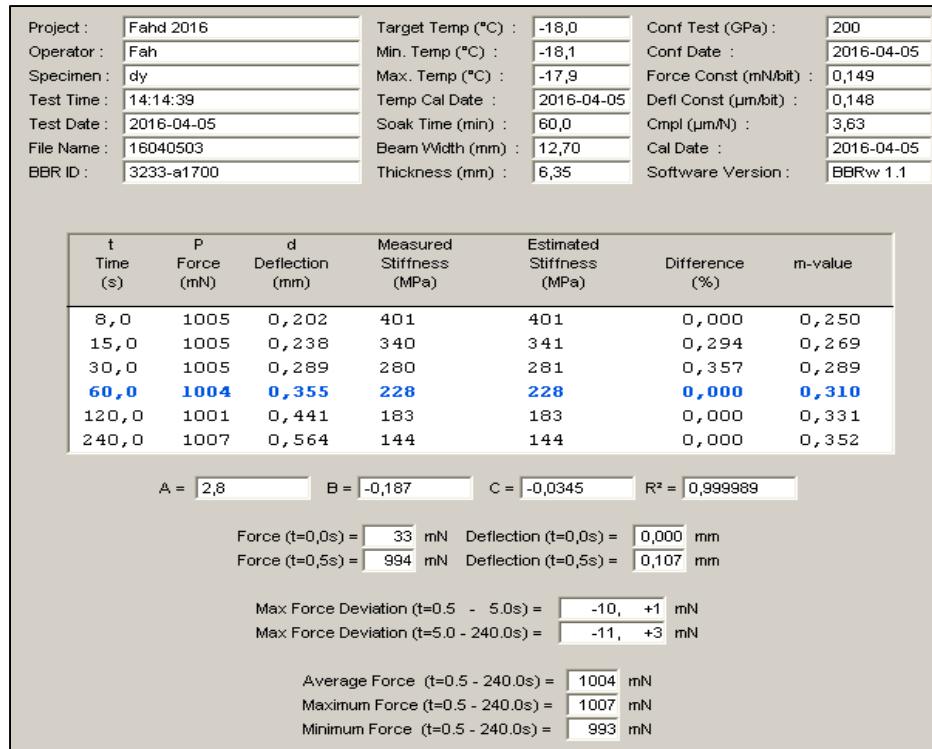


Figure-A III-79 Essai BBR du « Bitume B PAV 40 heures » à -18°C n°3

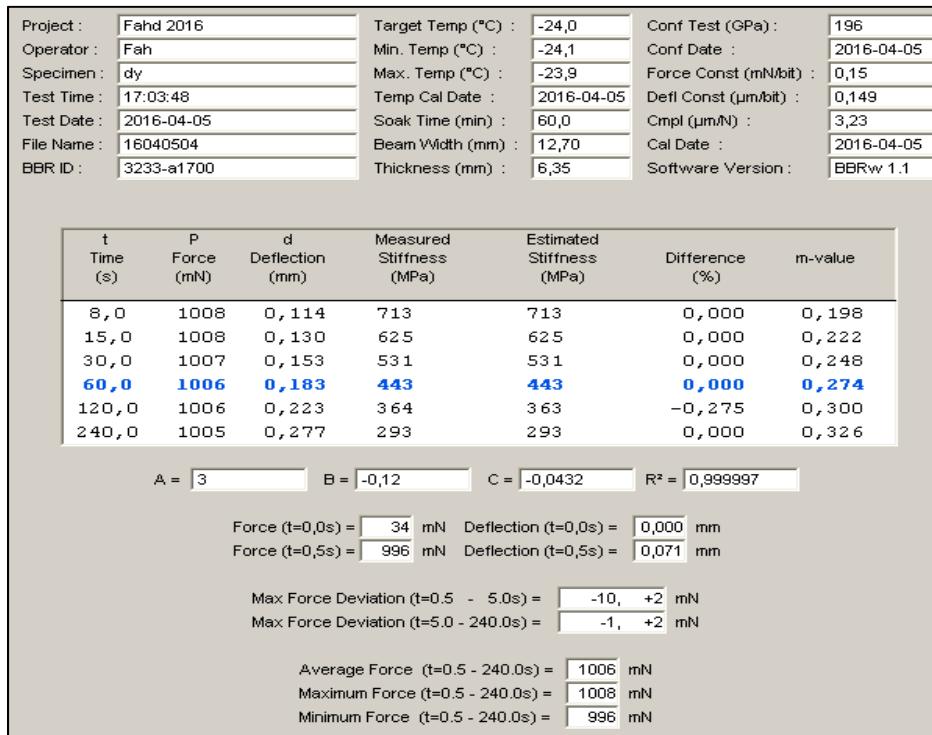


Figure-A III-80 Essai BBR du « Bitume B PAV 40 heures » à -24°C n°1

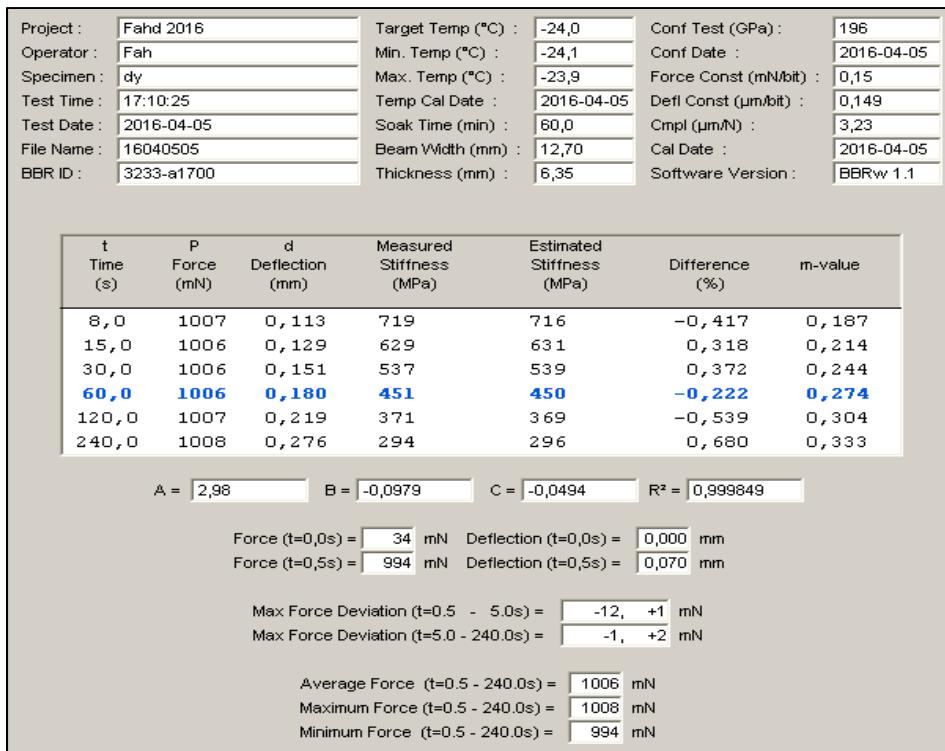


Figure-A III-81 Essai BBR du « Bitume B PAV 40 heures » à -24°C n°2

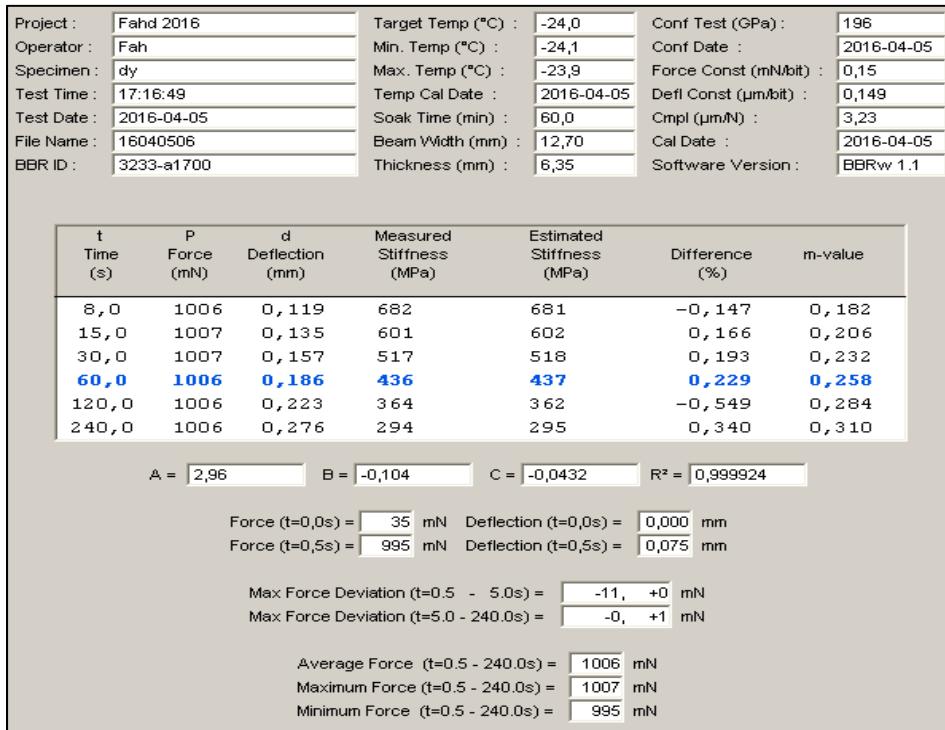


Figure-A III-82 Essai BBR du « Bitume B PAV 40 heures » à -24°C n°3

ANNEXE V

RÉSULTATS DES SPECTRES INFRAROUGES FTIR

Tableau-A V-1 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A Original

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2918,70	2766	2998	51,96	-44,41	-3719,305
2	Aldéhyde	2729,98	2710	2743	96,26	-0,26	-4,6025
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,68	0,00	25,6025
4	Aromatique (1)	1599,25	1544	1639	93,78	-2,41	-116,8
5	Aliphatique (2)	1455,75	1397	1508	74,56	-19,20	-712,4125
6	Aliphatique (3)	1376,13	1350	1391	81,74	-9,21	-137,8125
7	Sulphoxyde	1031,24	1010	1039	91,29	-2,23	-87,9425
8	Aromatique (2)	862,89	838	908	90,24	-2,12	-80,8725
9	Aromatique (3)	810,92	785	837	87,94	-2,88	-74,7975
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,56	715	733	85,83	-3,13	-32,215

Tableau-A V-2 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A RTFO 85 minutes

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2918,71	2766	2998	51,70	-44,83	-3749,525
2	Aldéhyde	2730,08	2710	2743	96,46	-0,27	-4,835
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,60	0,00	21,79
4	Aromatique (1)	1599,27	1544	1639	93,70	-2,43	-117,54
5	Aliphatique (2)	1456,04	1397	1508	74,47	-19,38	-720,18
6	Aliphatique (3)	1376,12	1350	1391	81,87	-9,11	-136,015
7	Sulphoxyde	1031,93	1010	1039	90,16	-3,23	-93,25
8	Aromatique (2)	862,56	838	908	90,30	-2,08	-80,28
9	Aromatique (3)	810,96	785	837	87,98	-2,86	-74,39
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	721,22	715	733	85,82	-3,10	-31,735

Tableau-A V-3 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A RTFO 150 minutes

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2919,69	2766	2998	52,75	-43,45	-3737,3167
2	Aldéhyde	2728,83	2710	2743	96,26	-0,28	-4,9
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,21	0,00	14,6233333
4	Aromatique (1)	1598,90	1544	1639	93,22	-2,55	-122,92667
5	Aliphatique (2)	1455,87	1397	1508	74,05	-19,49	-721,60333
6	Aliphatique (3)	1376,12	1350	1391	81,43	-9,15	-137,04333
7	Sulphoxyde	1033,18	1010	1039	88,43	-4,44	-119,74
8	Aromatique (2)	862,15	838	908	90,09	-2,01	-79,42
9	Aromatique (3)	810,28	785	837	87,78	-2,83	-74,3
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,63	715	733	85,74	-3,00	-30,253333

Tableau-A V-4 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A RTFO 300 minutes

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2918,97	2766	2998	51,58	-44,42	-3771,225
2	Aldéhyde	2729,16	2710	2743	95,99	-0,27	-4,7825
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	95,54	0,00	1,255
4	Aromatique (1)	1598,77	1544	1639	92,58	-2,62	-127,2475
5	Aliphatique (2)	1455,87	1397	1508	73,69	-19,43	-723,0075
6	Aliphatique (3)	1376,14	1350	1391	81,02	-9,06	-135,9025
7	Sulphoxyde	1033,17	1010	1039	87,52	-4,69	-141,83
8	Aromatique (2)	863,43	838	908	89,65	-1,98	-79,8175
9	Aromatique (3)	811,55	785	837	87,35	-2,77	-72,78
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,36	715	733	85,16	-3,03	-30,7525

Tableau-A V-5 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A PAV 20 heures

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2919,60	2766	2998	53,23	-43,21	-3700,92
2	Aldéhyde	2729,83	2710	2743	96,15	-0,26	-4,68
3	Carbonyle	1693,02	1660	1760	95,75	-0,91	-9,46
4	Aromatique (1)	1599,81	1544	1639	92,83	-2,63	-128,04
5	Aliphatique (2)	1455,91	1397	1508	74,00	-19,36	-719,415
6	Aliphatique (3)	1376,11	1350	1391	81,32	-9,08	-136,51
7	Sulphoxyde	1031,11	1010	1039	89,38	-3,29	-140,965
8	Aromatique (2)	862,42	838	908	89,73	-1,94	-73,9
9	Aromatique (3)	811,77	785	837	87,25	-2,88	-74,13
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,65	715	733	85,24	-3,02	-30,625

Tableau-A V-6 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A PAV 30 heures

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2919,32	2766	2998	52,82	-43,58	-3717,1325
2	Aldéhyde	2729,59	2710	2743	96,16	-0,24	-4,285
3	Carbonyle	1694,94	1660	1760	95,28	-1,24	-21,4675
4	Aromatique (1)	1598,72	1544	1639	92,58	-2,68	-132,1675
5	Aliphatique (2)	1455,89	1397	1508	73,89	-19,31	-717,1875
6	Aliphatique (3)	1376,14	1350	1391	81,16	-9,01	-135,6475
7	Sulphoxyde	1032,50	1010	1039	87,86	-4,36	-167,7
8	Aromatique (2)	863,95	838	908	89,59	-1,97	-75,435
9	Aromatique (3)	811,42	785	837	87,26	-2,70	-70,78
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,40	715	733	85,09	-3,01	-31,065

Tableau-A V-7 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume A PAV 40 heures

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du Pic
1	Aliphatique (1)	2919,31	2766	2998	52,50	-43,68	-3724,985
2	Aldéhyde	2729,97	2710	2743	95,96	-0,24	-4,4275
3	Carbonyle	1695,23	1660	1760	94,64	-1,58	-33,55
4	Aromatique (1)	1598,41	1544	1639	92,20	-2,75	-135,815
5	Aliphatique (2)	1455,93	1397	1508	73,63	-19,27	-712,4775
6	Aliphatique (3)	1376,16	1350	1391	80,89	-8,98	-135,27
7	Sulphoxyde	1033,14	1010	1039	87,47	-4,45	-157,6175
8	Aromatique (2)	864,50	838	908	89,37	-1,96	-75,7425
9	Aromatique (3)	811,87	785	837	87,08	-2,67	-69,09
10	Longues chaînes carbonées (aliphatique)	720,49	715	733	84,87	-3,01	-30,46

Tableau-A V-8 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B Original

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2921,09	2766	2998	56,60	-40,02	-3585,79
2	Aldéhyde	2730,18	2710	2743	96,70	-0,26	-4,76
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,85	0,00	-3,9
4	Aromatique (1)	1600,73	1544	1639	93,82	-2,54	-125,005
5	Aliphatique (2)	1455,55	1397	1508	74,37	-19,63	-742,1
6	Aliphatique (3)	1376,04	1350	1391	81,50	-9,42	-148,575
7	Sulphoxyde	1030,87	1010	1039	90,53	-2,48	-106,625
8	Aromatique (2)	864,09	838	908	90,28	-1,92	-73,435
9	Aromatique (3)	812,19	785	837	88,09	-2,72	-71,055
10	Longues chaînes carbonées	722,85	715	733	87,34	-2,18	-22,13

Tableau-A V-9 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B RTFO 85 minutes

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2921,05	2766	2998	55,76	-40,56	-3664,94
2	Aldéhyde	2729,09	2710	2743	96,66	-0,30	-5,3
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,85	0,00	-3,42
4	Aromatique (1)	1600,12	1544	1639	93,79	-2,45	-117,49
5	Aliphatique (2)	1455,80	1397	1508	73,89	-19,99	-752,935
6	Aliphatique (3)	1376,01	1350	1391	81,06	-9,66	-153,185
7	Sulphoxyde	1033,17	1010	1039	89,39	-3,69	-99,565
8	Aromatique (2)	863,50	838	908	90,38	-1,96	-79,025
9	Aromatique (3)	809,72	785	837	88,19	-2,75	-74,67
10	Longues chaines carbonées	722,97	715	733	87,41	-2,28	-22,895

Tableau-A V-10 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B RTFO 150 minutes

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2921,04	2766	2998	55,83	-40,45	-3652,4033
2	Aldéhyde	2729,23	2710	2743	96,59	-0,28	-5,07
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	96,45	0,00	-6,2366667
4	Aromatique (1)	1599,76	1544	1639	93,49	-2,45	-117,02
5	Aliphatique (2)	1455,71	1397	1508	73,80	-19,89	-751,00333
6	Aliphatique (3)	1376,02	1350	1391	80,90	-9,60	-152,05667
7	Sulphoxyde	1033,13	1010	1039	88,86	-3,78	-119,40667
8	Aromatique (2)	864,10	838	908	90,20	-1,87	-77,613333
9	Aromatique (3)	809,10	785	837	87,89	-2,77	-74,82
10	Longues chaines carbonées	722,90	715	733	87,20	-2,23	-22,156667

Tableau-A V-11 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B RTFO 300 minutes

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2921,01	2766	2998	55,86	-40,25	-3629,1367
2	Aldéhyde	2729,21	2710	2743	96,30	-0,27	-4,99
3	Carbonyle	1660,00	1660	1760	95,95	0,00	-17,513333
4	Aromatique (1)	1599,80	1544	1639	93,04	-2,44	-116,28333
5	Aliphatique (2)	1455,70	1397	1508	73,62	-19,71	-743,33667
6	Aliphatique (3)	1376,01	1350	1391	80,63	-9,52	-151,07667
7	Sulphoxyde	1033,12	1010	1039	88,07	-3,96	-140,85
8	Aromatique (2)	865,08	838	908	89,71	-1,86	-79,13
9	Aromatique (3)	808,94	785	837	87,38	-2,75	-76,346667
10	Longues chaines carbonées	722,98	715	733	86,77	-2,18	-21,613333

Tableau-A V-12 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B PAV 20 heures

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2921,02	2766	2998	56,28	-40,08	-3613,405
2	Aldéhyde	2730,09	2710	2743	96,53	-0,24	-4,5475
3	Carbonyle	1696,51	1660	1760	95,85	-1,04	-29,3125
4	Aromatique (1)	1599,71	1544	1639	93,16	-2,49	-119,2675
5	Aliphatique (2)	1455,81	1397	1508	73,75	-19,75	-741,7225
6	Aliphatique (3)	1376,08	1350	1391	80,89	-9,44	-150,865
7	Sulphoxyde	1033,08	1010	1039	87,44	-4,54	-183,475
8	Aromatique (2)	865,01	838	908	89,84	-1,86	-73,8575
9	Aromatique (3)	808,22	785	837	87,38	-2,82	-77,475
10	Longues chaînes carbonées	722,52	715	733	86,75	-2,25	-22,38

Tableau-A V-13 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B PAV 30 heures

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2920,99	2766	2998	56,08	-40,13	-3620,825
2	Aldéhyde	2729,93	2710	2743	96,37	-0,24	-4,4275
3	Carbonyle	1696,16	1660	1760	95,33	-1,33	-38,13
4	Aromatique (1)	1599,43	1544	1639	92,82	-2,56	-123,8575
5	Aliphatique (2)	1455,81	1397	1508	73,53	-19,75	-744,9775
6	Aliphatique (3)	1376,06	1350	1391	80,62	-9,42	-150,3125
7	Sulphoxyde	1033,13	1010	1039	87,17	-4,59	-167,9025
8	Aromatique (2)	864,94	838	908	89,62	-1,83	-74,4425
9	Aromatique (3)	809,68	785	837	87,23	-2,74	-74,6775
10	Longues chaînes carbonées	722,78	715	733	86,64	-2,18	-22,1725

Tableau-A V-14 Résultats des spectres infrarouge FTIR du bitume B PAV 40 heures

Numéro du Pic	Groupement représenté	Longeur d'onde du pic (cm-1)	Première borne (en cm-1)	Deuxième borne (en cm-1)	Transmittance minimale du pic (%T)	Hauteur du pic (%T)	Aire du pic
1	Aliphatique (1)	2921,02	2766	2998	55,82	-40,34	-3645,965
2	Aldéhyde	2729,84	2710	2743	96,29	-0,25	-4,625
3	Carbonyle	1696,76	1660	1760	95,31	-1,32	-36,98
4	Aromatique (1)	1600,44	1544	1639	92,66	-2,59	-125,4775
5	Aliphatique (2)	1455,78	1397	1508	73,40	-19,77	-745,08
6	Aliphatique (3)	1376,02	1350	1391	80,40	-9,48	-151,07
7	Sulphoxyde	1033,16	1010	1039	87,89	-3,90	-114,42
8	Aromatique (2)	864,87	838	908	89,49	-1,87	-75,285
9	Aromatique (3)	809,05	785	837	86,98	-2,86	-77,7775
10	Longues chaînes carbonées	722,64	715	733	86,57	-2,23	-22,6475

ANNEXE VI

RECHERCHE DE CORRÉLATIONS ENTRE L'INDICE SULPHOXYDE ET DIFFÉRENTS CRITÈRES RHÉOLOGIQUES

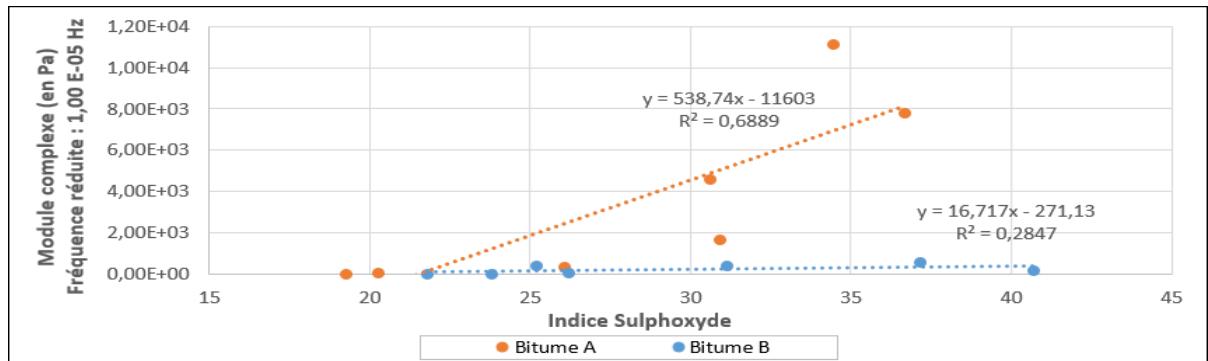


Figure-A VI-1 Module complexe en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 0,00001Hz

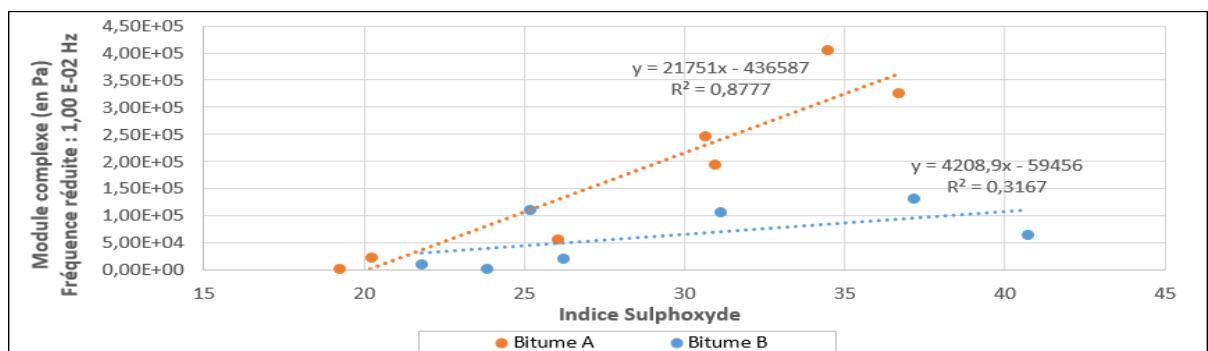


Figure-A VI-2 Module complexe en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 0,01 Hz

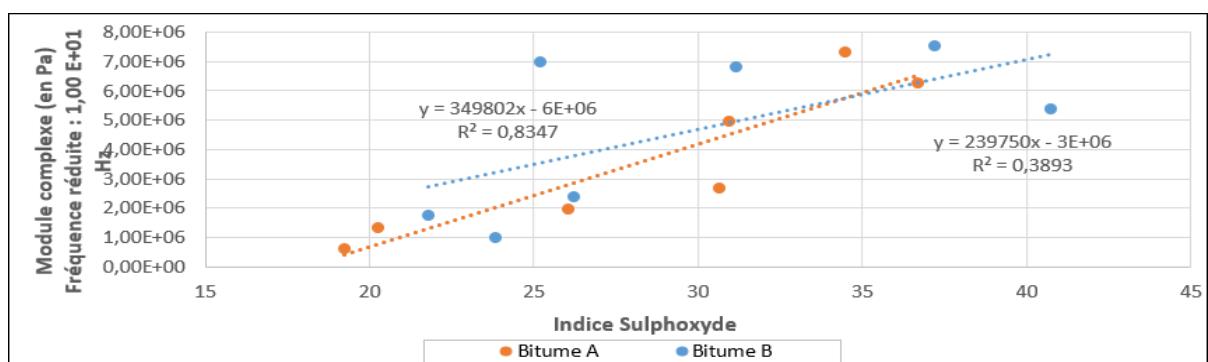


Figure-A VI-3 Module complexe en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 10 Hz

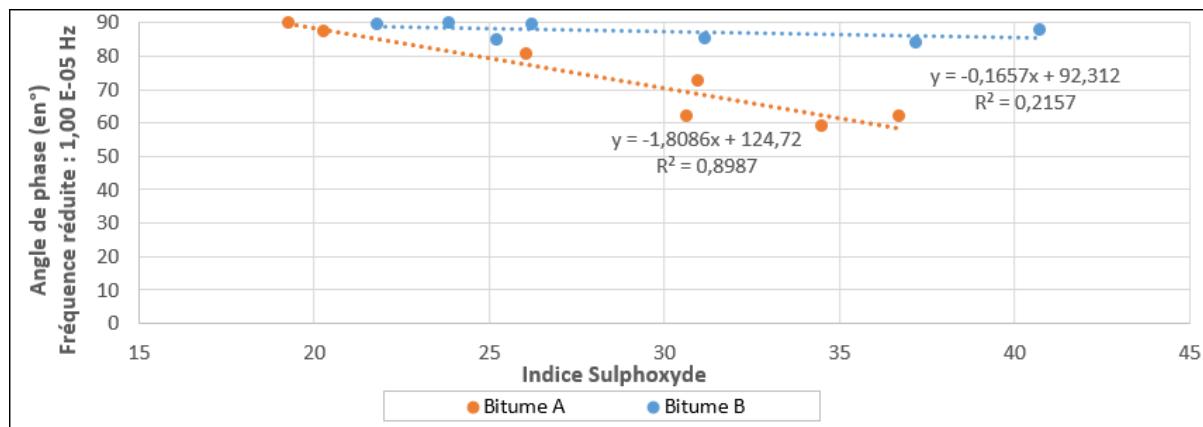


Figure-A VI-4 Angle de phase en fonction de l'indice sulphonyde – Fréquence : 0,00001 Hz

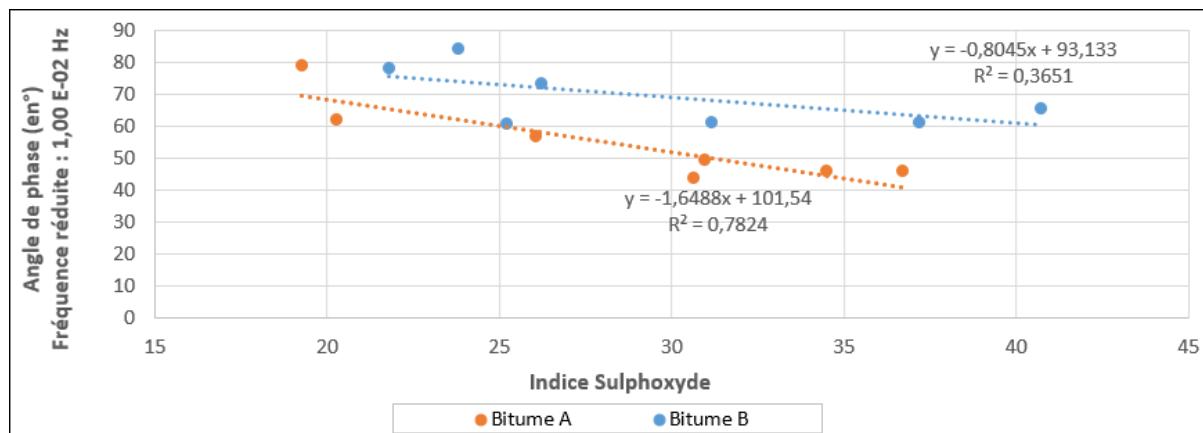


Figure-A VI-5 Angle de phase en fonction de l'indice sulphonyde – Fréquence : 0,01 Hz

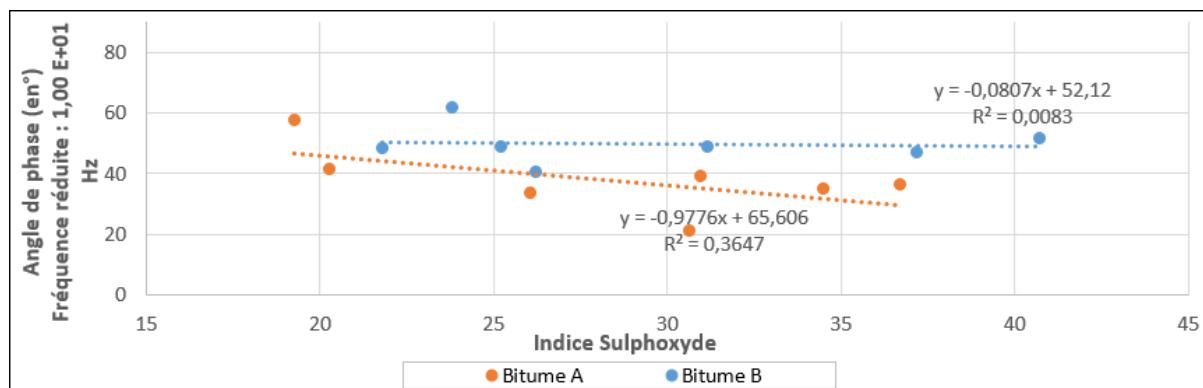


Figure-A VI-6 Angle de phase en fonction de l'indice sulphonyde – Fréquence : 10 Hz

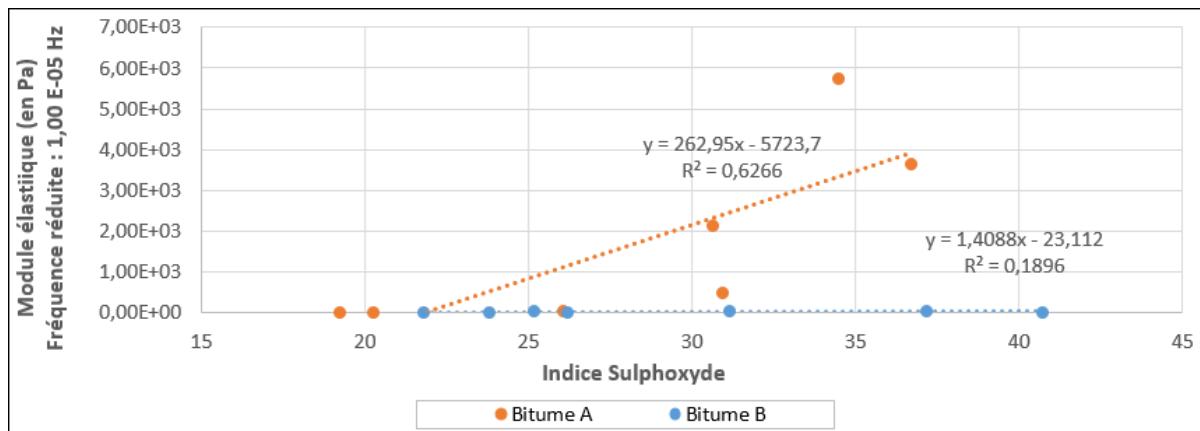


Figure-A VI-7 Module élastique en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 0,00001Hz

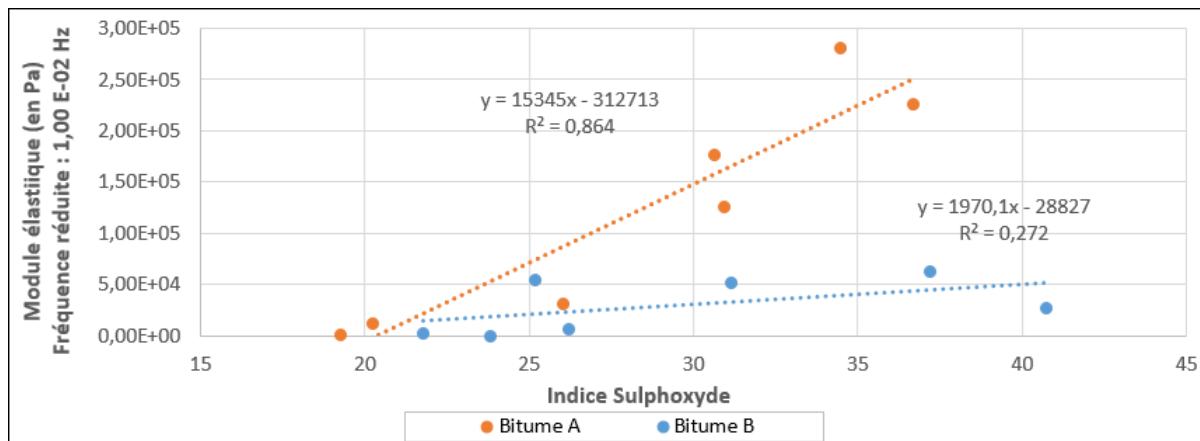


Figure-A VI-8 Module élastique en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 0,01 Hz

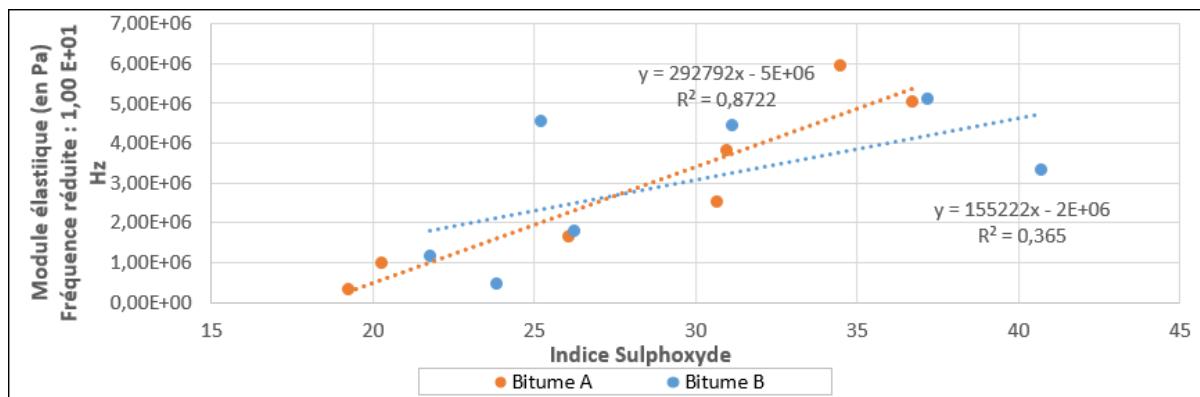


Figure-A VI-9 Module élastique en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 10 Hz

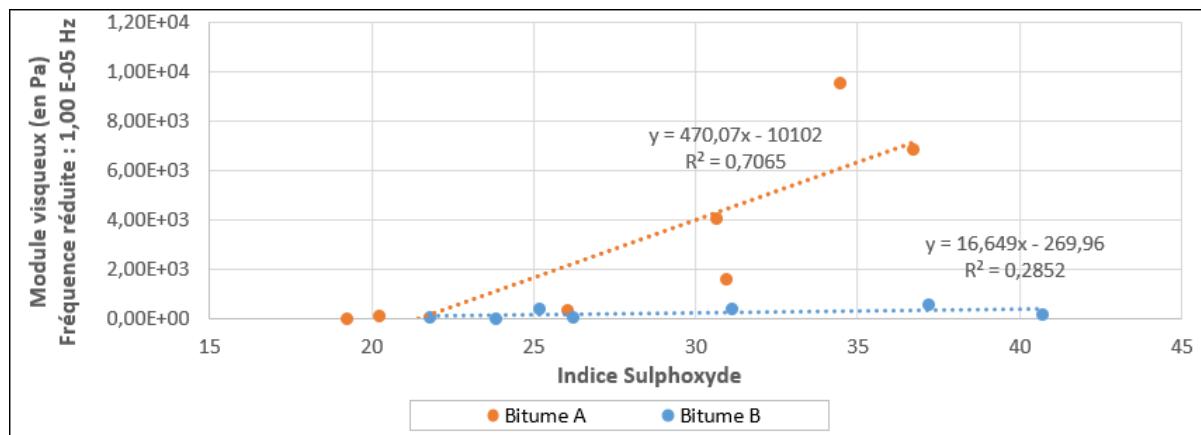


Figure-A VI-10 Module visqueux en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence :
0,00001Hz

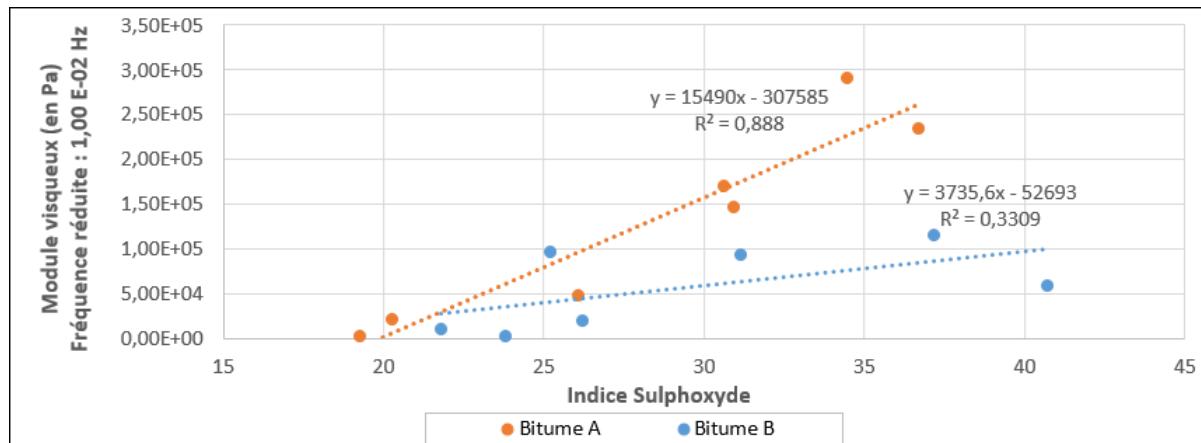


Figure-A VI-11 Module visqueux en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 0,01 Hz

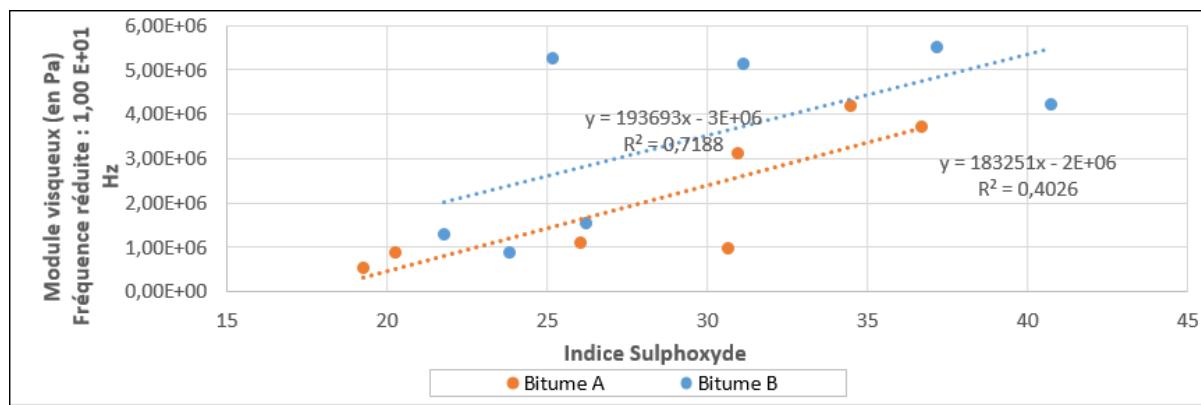


Figure-A VI-12 Module visqueux en fonction de l'indice sulphoxyde – Fréquence : 10 Hz

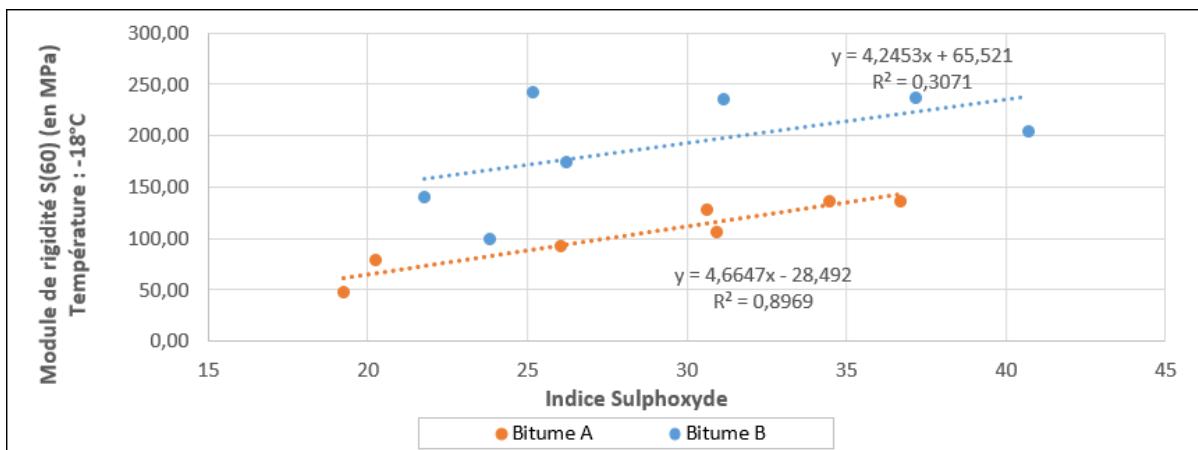


Figure-A VI-13 Module de rigidité S(60) à -18°C en fonction de l'indice carbonyle

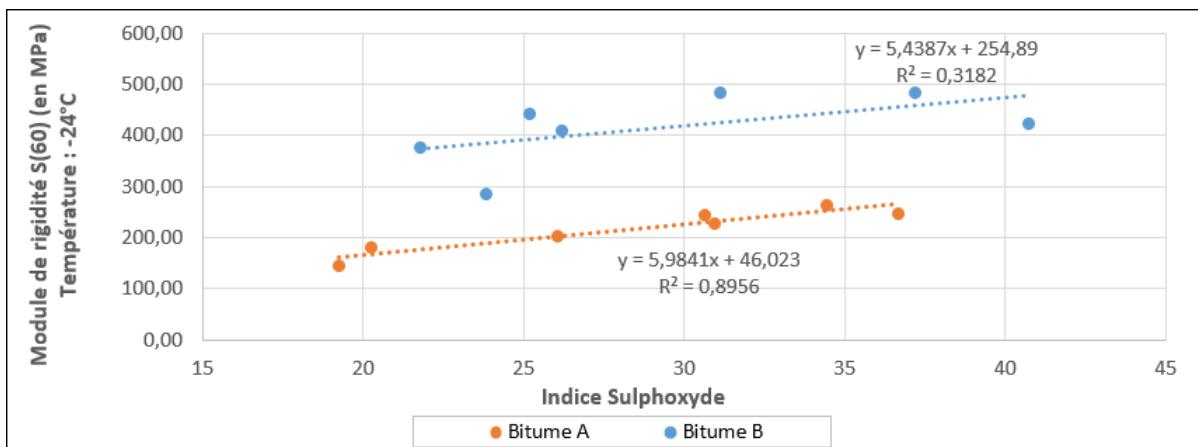


Figure-A VI-14 Module de rigidité S(60) à -24°C en fonction de l'indice carbonyle

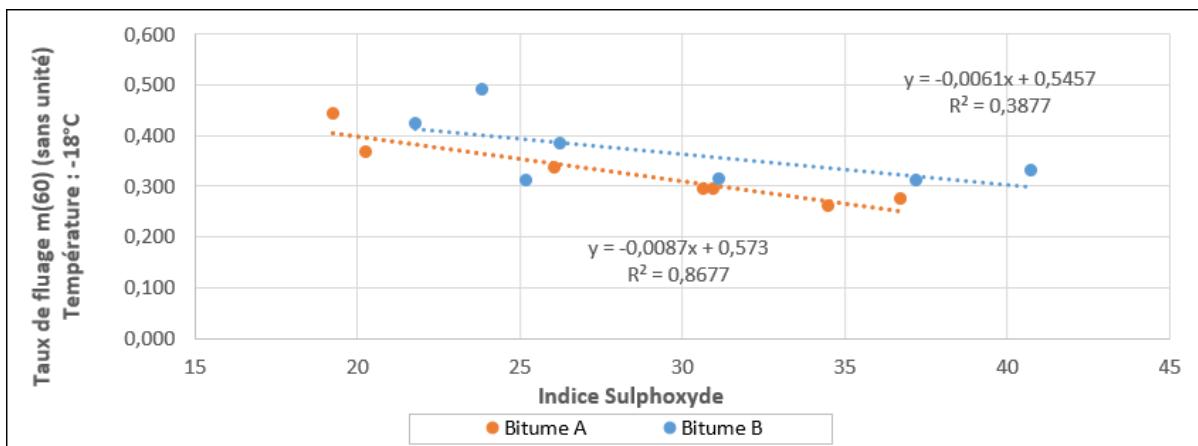


Figure-A VI-15 Taux de fluage m(60) à -18°C en fonction de l'indice carbonyle

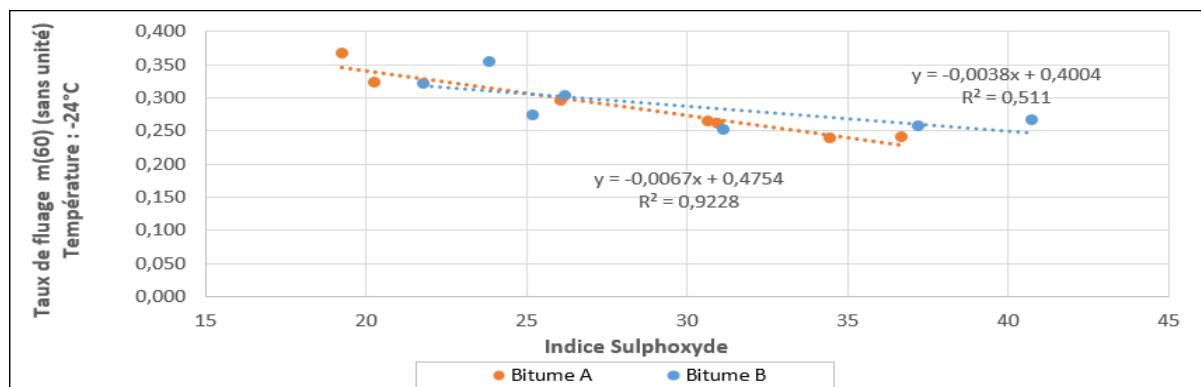


Figure-A VI-16 Taux de fluage m(60) à -24°C en fonction de l'indice carbonyle

Tableau-A VI-1 Table de coefficients de Bravais –Pearson

risque = ddl =	seuil s	10%	5%	2%	1%
1		0,9877	0,9969	0,9995	0,9999
2		0,9	0,95	0,98	0,99
3		0,8054	0,8783	0,9343	0,9587
4		0,7293	0,8114	0,8822	0,9172
5		0,6694	0,7545	0,8329	0,8745
6		0,6215	0,7067	0,7887	0,8343
7		0,5822	0,6664	0,7498	0,7977
8		0,5494	0,6319	0,7155	0,7646
9		0,5214	0,6021	0,6851	0,7348
10		0,4973	0,576	0,6581	0,7079
11		0,4762	0,5529	0,6339	0,6835
12		0,4575	0,5324	0,612	0,6614
13		0,4409	0,5139	0,5923	0,6411
14		0,4259	0,4973	0,5742	0,6226
15		0,4124	0,4821	0,5577	0,6055
16		0,4	0,4683	0,5425	0,5897
17		0,3887	0,4555	0,5285	0,5751
18		0,3783	0,4438	0,5155	0,5614
19		0,3687	0,4329	0,5034	0,5487
20		0,3598	0,4227	0,4921	0,5368
25		0,3233	0,3809	0,4451	0,4869
30		0,296	0,3494	0,4093	0,4487
35		0,2746	0,3246	0,381	0,4182
40		0,2573	0,3044	0,3578	0,3932
45		0,2438	0,2875	0,3384	0,3721
50		0,2306	0,2732	0,3218	0,3541
60		0,2108	0,25	0,2948	0,3248
70		0,1954	0,2319	0,2737	0,3017
80		0,1829	0,2172	0,2565	0,283
90		0,1726	0,205	0,2422	0,2673
100		0,1638	0,1946	0,2301	0,254

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Anderson, D.A., & Dongre, R. (1995). *The SHRP Direct Tension Specification Test – Its Development and Use*. Physical Properties of Asphalt Cement Binders J.C. Hardin, Ed. ASTM STP 1241. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA. p. 51-66.
- Anderson, D.A., & Bahia, H.U. (1995). *The Development of the Bending Beam Rheometer; Basics and Critical Evaluation of the Rheometer*. Physical Properties of Asphalt Cement Binder. ASTM STP 1241, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA. p. 28-50.
- Asphalt Institute. (2007). *MS-4: The Asphalt Handbook*. (7th Edition).
- Asphalt Institute. (2011). *MS-26: The Asphalt Binder Handbook*. (1st Edition).
- ASTM International. (2012). *Standard Test Method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test)*. Norme ASTM D2872-12e1(2012). West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D2872-12E01>.
- ASTM International. (2009). *Standard Test Method for Separation of Asphalt into Four Fractions*. Norme ASTM D4124-09(2009). West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D4124-09>.
- ASTM International. (2016). *Standard Specification for Performance Graded Asphalt Binder*. Norme ASTM D6373-16(2016). West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D6373-16>.
- ASTM International. (2016). *Standard Test Method for Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder Using the Bending Beam Rheometer (BBR)*. Norme ASTM D6648-08(2016), West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D6648-08R16>.
- ASTM International. (2013). *Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV)*. Norme ASTM D6521-13(2013). West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D6521>.
- ASTM International. (2015). *Standard Test Method for Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR)*. Norme ASTM D7175-15(2015). West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D7175-15>.

ASTM International. (2015). *Standard Test Method for Multiple Stress Creep and Recovery (MSCR) of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer*. Norme ASTM D7405-15(2015). West Conshohocken, PA. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D7405-15>.

Baquet E. (2011). *Modélisation thermomécanique visco-hyperélastique du comportement d'un polymère semi-cristallin : application au cas d'une matrice polyamide 6.6*. (Thèse de Doctorat. ParisTech Institut des Sciences et Technologies, France).

Carbazole. (2015). Dans Wikipédia. Repéré le 10 décembre 2016 à : <https://fr.wikipedia.org/wiki/Carbazole>.

Di Benedetto, H., & Corté, J.-F. (2004). *Matériaux routiers bitumineux 1 : description et propriétés des constituants*, 1^{ère} éd. Coll. Mécanique et Ingénierie des Matériaux. Paris: Hermès Science, 234 pages.

Di Benedetto, H., & Corté, J.-F. (2005). *Matériaux routiers bitumineux 2 : constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges*, 1^{ère} éd. Coll. Mécanique et Ingénierie des Matériaux. Paris: Hermès Science, 283 pages.

Edwards, Y., Tasdemir, Y., & Isacsson, U. (2005). *Influence of commercial waxes on bitumen aging properties*. Energy & Fuels, volume 19, n°6, p. 2519–2525. DOI:10.1021/ef050166r.

Feng Zhen-gang, Bian Hui-juan, Li Xin-jun, & Yu Jian-ying. (2015). *FTIR analysis of UV aging on bitumen and its fractions*. Materials and Structures, volume 49, p.1381-1389. DOI 10.1617/s11527-015-0583-9.

Gómez, Eddie F., Luo Xiaolan, Li Cong, Frederick C. Michel Jr., & Li Yebo. (2014). *Biodegradability of crude glycerol-based polyurethane foams during composting, anaerobic digestion and soil*. Polymer Degradation and Stability. April 2014. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2014.01.008.

Indole. (2016). Dans Wikipédia. Repéré le 10 décembre 2016 à : <https://fr.wikipedia.org/wiki/Indole>.

Lelièvre, A. (1994). *Les enrobés bitumineux*. Sainte-Foy, Québec: Éditions Le Griffon d'argile, 409 pages.

Karlsson, R., & Isacsson, U. (2003). *Application of FTIR-ATR to Characterization of Bitumen Rejuvenator Diffusion*. Journal of Materials in Civil Engineering. March/April 2003.

Materazzi, S., & Vecchio, S. (2010). *Evolved Gas Analysis by Infrared Spectroscopy*. Applied Spectroscopy Reviews, Volume 45, n°4, p.241-273, DOI: 10.1080/05704928.2010.483664, First posted on: 12 April 2010.

- Martinez, C. S. L. (2012). *Analysis of Athabasca Bitumen and its Fractions using High Pressure Thermogravimetry – Evolved Gas Thermal Techniques*. Department of chemical and petroleum engineering Calgary, alberta. November, 2012.
- Mouazen M., Poulesquen A., Bart F., Masson J., Charlot M. & Vergnes B. (2013). *Rheological, structural and chemical evolution of bitumen under gamma irradiation*. Fuel Processing Technology. Volume 114 (2013) p. 144–153.
- Nivitha, M.R., Prasad, E., & Krishnan, J.M. (2016). *Ageing in modified bitumen using FTIR spectroscopy*. International Journal of Pavement Engineering, Volume 17, n°7, p.565-577, DOI: 10.1080/10298436.2015.1007230.
- Povolo, M., Cabassia G., Profaizerb M., & Lanteric S. (2011). *Study on the use of evolved gas analysis FTIR (EGA FTIR) for the evaluation of cheese volatile fraction*. The Open Food Science Journal · January 2011, volume 5, p. 10-16.
- Read J., & Whiteoak D. (2003). *Shell Bitumen Handbook, 5th Edition*. ICE Publishing.
- Young, J.-F., Mindess S., Gray R. J., & Bentur A. (1998). *Prentice Hall International Series in Civil Engineering and Engineering Mechanics*. The Science and Technology of Civil Engineering Materials. Coll. Upper Saddle River (Ny). Prentice Hall.
- Songhun Yoon, Sharad Durgashanker Bhatt, Wonkyu Lee, Heung Yeoun Lee, Soon Yong Jeong, Jin-Ook Baeg, & Chul Wee Lee. (2009). *Separation and characterization of bitumen from Athabasca oil sand*. Korean J. Chem. Eng. 2006. Volume 26 Issue 1, p.64-71.
- Sonibare, O.O., Egashira, R. & Adedosu T.A. (2003). *Thermo-oxidative reactions of Nigerian oil sand bitumen*. Thermochimica. Volume 405 (2003), p.195–205.
- Spectroscopie infrarouge. (2016). Dans Wikipédia. Repéré le 10 décembre 2016 à : https://fr.wikipedia.org/wiki/Spectroscopie_infrarouge.
- Tourangeau G. (2005). *L'approche qualité et les essais sur les bitumes au ministère des transports du Québec*. Direction du Laboratoire des chaussées.
- Walczak I. (2000). *Détermination des produits organiques d'altération chimique et radiochimique du bitume - Application aux enrobés bitumés (Bitumen chemical and radiochemical alterations organic products determination. Applications to bitumen wastes)*. (Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France).
- Speight J. G. (2006). *The Chemistry and Technology of Petroleum, Fourth Edition*. CRC Press 2006.

Silverstein R. M., Bassler G. C., & Morrill T. C. (1991). *Spectrometric identification of organic compounds, 5th Edition*. Wiley, New York.

Xiaohu Lu, & Isaesson U. (2001). *Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology*. Construction and Building Materials, Volume 16 (2002), p.15-22.

Zhao Hou-yin, Cao Yan, Sit Song P., Lineberry Q. & Pan Wei-ping. (2012). *Thermal characteristics of bitumen pyrolysis*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. February 2012, Volume 107, Issue 2, pp 54.

