



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Eidgenössisches Departement für Umwelt, Verkehr, Energie und Kommunikation UVEK
Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la communication DETEC
Dipartimento federale dell'ambiente, dei trasporti, dell'energia e delle comunicazioni DATEC

Bundesamt für Strassen
Office fédéral des routes
Ufficio federale delle Strade

Impacts de la méthodologie de laboratoire sur la qualité des mesures sur bitumes

Einfluss der Laborverfahren auf die Bitumenmessresultate

Impacts of laboratory methodology on bitumen testing results

MPittet-Consulting
Michel Pittet

Nibuxs sàrl
Mehdi Ould Henia
Parisa Rossel

Projet de recherche VSS 2016/323 sur demande de l'Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

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

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

Le contenu de ce rapport n'engage que les auteurs ayant obtenu l'appui de l'Office fédéral des routes. Cela ne s'applique pas au formulaire 3 « Clôture du projet », qui représente l'avis de la commission de suivi et qui n'engage que cette dernière.

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

La responsabilità per il contenuto di questo rapporto spetta unicamente agli autori sostenuti dall'Ufficio federale delle strade. Tale indicazione non si applica al modulo 3 "conclusione del progetto", che esprime l'opinione della commissione d'accompagnamento e di cui risponde solo quest'ultima.

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

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

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



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Eidgenössisches Departement für Umwelt, Verkehr, Energie und Kommunikation UVEK
Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la communication DETEC
Dipartimento federale dell'ambiente, dei trasporti, dell'energia e delle comunicazioni DATEC

Bundesamt für Strassen
Office fédéral des routes
Ufficio federale delle Strade

Impacts de la méthodologie de laboratoire sur la qualité des mesures sur bitumes

Einfluss der Laborverfahren auf die Bitumenmessresultate

Impacts of laboratory methodology on bitumen testing results

MPittet-Consulting
Michel Pittet

Nibuxs sàrl
Mehdi Ould Henia
Parisa Rossel

Projet de recherche VSS 2016/323 sur demande de l'Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

Octobre 2021

1711

Impressum

Instance de recherche et équipe de projet

Direction du projet

Michel Pittet, MPittet-Consulting, Epalinges

Membres

Mehdi Ould-Henia, Nibuxs sàrl, Ecublens

Parisa Rossel, Nibuxs sàrl, Ecublens

Commission d'experts responsable

Commission technique 3 "Matériaux de construction"

Commission de normalisation et de recherche CNR 3.3 "Bitumes et liants bitumineux"

Commission de suivi

Président

Tony Bühler, Canton de Vaud – DGMR, (président CNR 3.3)

Membres

Christiane Raab, Empa

Bernard Schmid, Laboroute SA

Adrian Zippo, Shell (Switzerland) AG

Jean-Marie Fuerbringer, EPFL SB SPH-GE

Auteur de la demande

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

Source

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

.

Table des matières

Impressum	4
Résumé	9
Zusammenfassung	11
Summary	13
1 Introduction	15
1.1 Problématique	15
1.2 Objectifs	15
2 Plan de recherche	17
2.1 Collecte, tri, préparation des données	18
2.2 Mise en place des outils statistiques et des paramètres de base, étude des conditions d'essais	18
2.3 Analyse des données brutes.....	18
2.4 Méthodologie d'essais et incertitudes des résultats.....	18
2.5 Analyse des données traitées	19
2.6 Conclusions et recommandations pour la normalisation	19
3 Situation actuelle	21
3.1 Réglementation en Suisse des essais de contrôle dans la construction routière.....	21
3.2 Organisation des essais interlaboratoires, méthodologie	21
3.3 Disponibilité des données des essais interlaboratoires	21
3.4 Essais interlaboratoires CEN récents	21
3.4.1 Contexte et démarche générale.....	21
3.4.2 Pénétration à l'aiguille selon EN 1426 :	22
3.4.3 Point de ramollissement selon EN 1427	23
3.4.4 Point de rupture Fraass selon EN 12593.....	23
3.4.5 Conclusion partielle	24
4 Historique et traçabilité des normes d'essai.....	25
4.1 Objectif	25
4.2 Bitumes et liants bitumineux - Préparation des échantillons d'essai - SN EN 12594.....	25
4.3 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	26
4.4 Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427	27
4.5 Retour élastique des PmB - SN EN 13398.....	28
4.6 Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité - SN EN 13589.....	29
4.7 Point de fragilité Fraass - SN EN 12593	30
4.8 Viscosité dynamique cône et plateau- SN EN 13702	31
4.9 Viscosité dynamique au viscosimètre tournant - SN EN 13302	32
4.10 Enrobés - Préparation des échantillons d'essai pour récupération du liant.....	33
4.11 Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif - SN EN 12697-3	36
4.12 Conclusion partielle	37
5 Méthodologie statistique.....	39
5.1 Objectif et définitions	39
5.2 Test de Mandel k.....	41
5.3 Test de Mandel h	41
5.4 Test de Cochran.....	41
5.5 Test de Grubbs.....	42
5.6 Critère d'évaluation Z-score	42
6 Traitement statistique des données.....	45
6.1 Collecte et prétraitement des données de base	45

6.1.1	Collecte et formatage des données	45
6.1.2	Construction de la base de données	45
6.2	Analyse des données brutes	46
7	Résultats de fidélité	51
7.1	Méthode	51
7.2	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	51
7.2.1	Reproductibilité R des bitumes et PmB < 50 1/10 mm	52
7.2.2	Reproductibilité R des bitumes durs < 50 1/10 mm	53
7.2.3	Reproductibilité R des PmB (durs) < 50 1/10 mm	54
7.2.4	Reproductibilité R des bitumes routiers et PmB ≥ 50 1/10 mm	55
7.2.5	Reproductibilité R des bitumes routiers ≥ 50 1/10 mm	56
7.2.6	Reproductibilité R des PmB ≥ 50 1/10 mm	57
7.2.7	Reproductibilité R des bitumes ≥ 100 1/10 mm (160/220)	58
7.2.8	Répétabilité r des bitumes (durs) < 50 1/10 mm	59
7.2.9	Répétabilité r des bitumes routiers et PmB ≥ 50 1/10 mm	59
7.2.10	Répétabilité r des bitumes routiers ≥ 50 1/10 mm	60
7.2.11	Répétabilité r des PmB ≥ 50 1/10 mm	61
7.2.12	Conclusion pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	62
7.3	Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427	63
7.3.1	Reproductibilité R des bitumes non modifiés (eau)	64
7.3.2	Reproductibilité R des PmB (eau)	65
7.3.3	Reproductibilité R des bitumes non modifiés durs 10/20 (eau)	66
7.3.4	Reproductibilité R des bitumes non modifiés 160/220 (eau)	67
7.3.5	Répétabilité r des bitumes non modifiés et PmB (eau)	68
7.3.6	Conclusion point de ramollissement anneau et bille- SN EN 1427	69
7.4	Retour élastique des PmB - SN EN 13398	69
7.4.1	Reproductibilité R des PmB	70
7.4.2	Conclusion pour retour élastique des PmB	71
7.5	Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité - SN EN 13589	71
7.5.1	Conclusion pour méthode force-ductilité pour PmB	72
7.6	Point de fragilité Fraass - SN EN 12593	72
7.6.1	Conclusion pour Fraass	73
7.7	Viscosité dynamique SN EN 13702 et SN EN 13302	74
7.8	Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif - SN EN 12697-3	74
7.8.1	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés, durs, routiers, PmB	74
7.8.2	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés durs, routiers	75
7.8.3	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés PmB	76
7.8.4	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés	77
7.8.5	Conclusion – Récupération des liants - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	78
7.8.6	Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427	79
7.8.7	A&B - SN EN 1427 - Bitumes récupérés, durs, routiers et PmB	80
7.8.8	A&B - SN EN 1427 - Bitumes durs, routiers récupérés	81
7.8.9	A&B - SN EN 1427 - PmB récupérés	82
7.8.10	A&B - SN EN 1427 - Bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés	83
7.8.11	Conclusion – Récupération des liants - Ramollissement anneau et bille - SN EN 1427	83
7.8.12	Retour élastique - SN EN 13398 - PmB récupérés	84
7.8.13	Conclusion – Récupération des liants – Retour élastique - SN EN 13398	85
7.9	Essais spéciaux - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	85
7.9.1	Conclusion - Essais spéciaux - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	92
7.10	A&B - SN EN 1427 – Identification de tendances de résultats selon z-score	92
8	Corrélation avec paramètres particuliers	95
8.1	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	95
8.1.1	Pénétrabilité à l'aiguille - Incidence du temps de repos	95
8.1.2	Pénétrabilité à l'aiguille – Incidence de la préparation, du réchauffage	95
8.2	Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427	95
8.2.1	A&B – Incidence du type de liquide, eau ou glycérol	95
8.3	Retour élastique des PmB - SN EN 13398	96
8.4	Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité - SN EN 13589	96

8.5	Point de fragilité Fraass – SN EN 12593	96
8.6	Viscosité dynamique SN EN 13702 et SN EN 13302	96
8.7	Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif - SN EN 12697-3	96
8.8	Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426	96
8.9	Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427	98
8.10	Retour élastique des PmB - SN EN 13398	99
8.11	Conclusions partielles de la corrélation avec les paramètres particuliers.	99
9	Conclusion	103
9.1	Préparation et traitement statistique des résultats	103
9.2	Résultats de fidélité	103
9.2.1	Pénétrabilité à l'aiguille – SN EN 1426	103
9.2.2	Point de ramollissement anneau et bille – SN EN 1427	104
9.2.3	Retour élastique des PmB – SN EN 13398	104
9.2.4	Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité – SN EN 13589	104
9.2.5	Point de fragilité Fraass – SN EN 12593	104
9.2.6	Viscosité dynamique – SN EN 13702 et SN EN 13302	104
9.2.7	Récupération des liants	104
9.2.8	Essais spéciaux	105
9.3	Corrélation avec les paramètres particuliers	105
9.3.1	Essais sur les bitumes de base	105
9.3.2	Essais sur les bitumes récupérés	105
9.4	Implication pour la pratique	106
9.5	Effet sur la normalisation. Propositions pour l'adaptation des normes	106
9.6	Proposition pour des recherches ultérieures	109
9.7	Remerciements	109
	Glossaire	111
	Bibliographie	113
	Clôture du projet	115

Résumé

Le projet a pour objectif principal l'exploitation des bases de données des essais interlaboratoires réalisés dans le cadre de l'association Robin en analysant l'impact de la méthodologie d'essai en laboratoire sur la qualité des mesures et fournir une base utile pour une actualisation des valeurs de fidélité dans les normes.

Les résultats des essais croisés disponibles ont été répertoriés, triés puis préparés sous une forme synthétique en vue d'une exploitation statistique efficace et exhaustive. Ceci a permis le traitement statistique de 127 essais interlaboratoires, soit un total de 2940 résultats d'essais individuels.

L'analyse chronologique de l'historique et de l'évolution des normes d'essais, en décrivant les modifications "significatives", montre que les adaptations apportées dans les différentes versions publiées, ont pour la grande majorité une importance mineure sur les valeurs mesurées.

Les résultats obtenus ont permis de confirmer quelques valeurs seuils de fidélité proposées par les normes EN mais ont clairement mis en exergue des seuils de reproductibilité R et de répétabilité r, pas toujours en adéquation avec les types de bitumes actuels et en particulier en ce qui concerne les liants récupérés, provenant d'enrobés. Une réactualisation des valeurs de fidélité doit être examinée, si possible en tenant compte des différents types de bitumes. A signaler que l'utilisation accrue d'agrégats d'enrobés ajoute une incertitude significative qui n'a pas pu être évaluée dans le cadre de cette recherche.

L'analyse des résultats et des renseignements collectés au moyen des check-lists montre que l'harmonisation des méthodologies, réalisée dans le cadre de Robin, mènent à une qualité satisfaisante de reproductibilité. La valeur statistique de cohérence interlaboratoires [Z] indique un score global satisfaisant, plus de 95% de tous les résultats (avant détection des valeurs aberrantes) se situent dans l'intervalle ± 2 .

Aucun changement significatif de la variabilité de la qualité des liants bitumineux disponibles sur le marché suisse n'a pu être démontrée dans le cadre de cette recherche.

A relever le grand travail réalisé dans le cadre du CEN durant les années 1995 à 1997 avec l'harmonisation des méthodologies et l'organisation d'essais interlaboratoires, pour lequel la Suisse a largement contribué (Empa et Lavoc-Epfl). La publication des premières normes EN concernant les essais sur liants, date de l'année 1999. Elles ont été introduites en suisse dès l'année 2000 avec, en général, une mise en vigueur l'année suivante de la publication.

Les informations obtenues dans le cadre de ce travail de recherche montrent la grande utilité du système qualité, de l'accréditation des essais et d'une collaboration dynamique entre tous les membres du domaine. Les produits et procédés industriels disponibles sur le marché évoluent en permanence et demandent ponctuellement une adaptation de méthodologie personnalisée.

Ce travail de recherche montre aussi que l'organisation d'essais interlaboratoires réalisés par l'association des laboratoires accrédités Robin de 1995 à ce jour, soit depuis 26 ans, a permis, grâce au partage de l'expérience acquise par chacun de ses membres, de tendre vers une amélioration globale de la qualité. Certains points des méthodologies, en particulier ceux qui concerne la gestion de l'histoire thermique et de la préparation des échantillons ont été clarifiés et harmonisés. L'échange d'informations, avec une transparence totale, a permis aux nouveaux membres de bénéficier de l'expérience des plus anciens et d'offrir ainsi une image positive de collaboration et aussi d'en faire bénéficier les organes de normalisations, suisse (VSS) et européen (CEN).

Zusammenfassung

Das Hauptziel des Projektes ist es, die Datenbanken der im Rahmen des Robin-Verbandes durchgeführten Ringversuche zu nutzen, indem der Einfluss der Labortestmethodik auf die Qualität der Messungen analysiert wird und eine nützliche Grundlage für die Aktualisierung der Präzisionswerte in den Normen geschaffen wird.

Die vorhandenen Kreuztestergebnisse wurden aufgelistet, sortiert und anschliessend in einer synthetischen Form für eine effiziente und umfassende statistische Auswertung aufbereitet. Dies ermöglichte die statistische Auswertung von 127 Kreuztests, d.h. insgesamt 2940 einzelnen Testergebnissen.

Diese Forschungsarbeit zeigt, dass die Organisation von Ringversuchen, die von 1995 bis heute, also seit 26 Jahren, von der Robin Association of Accredited Laboratories durchgeführt wurde, dank des Erfahrungsaustauschs zwischen den einzelnen Mitgliedern zu einer allgemeinen Qualitätssteigerung geführt hat. Bestimmte Punkte der Methodik, insbesondere die Verwaltung der thermischen Vorgeschichte und die Probenvorbereitung, wurden geklärt und harmonisiert. Der Informationsaustausch bei völliger Transparenz hat es den neuen Mitgliedern ermöglicht, von den Erfahrungen der älteren Mitglieder zu profitieren und so ein positives Bild der Zusammenarbeit zu bieten und auch den Normungsgremien, sowohl den schweizerischen (VSS) als auch den europäischen (CEN), zu nutzen.

Die chronologische Analyse der Geschichte und Entwicklung der Prüfnormen, die die "signifikanten" Änderungen beschreibt, zeigt, dass die in den verschiedenen veröffentlichten Versionen vorgenommenen Anpassungen zum grössten Teil eine geringe Bedeutung für die Messwerte haben. Im Rahmen des CEN wurde in den Jahren 1995 bis 1997 mit der Harmonisierung der Methodik und der Organisation von Ringversuchen eine enorme Arbeit geleistet, zu der die Schweiz einen wesentlichen Beitrag leistete (Empa und Lavoc-Epfl). Die Veröffentlichung der ersten EN-Normen zu Bindemitteltests stammt aus dem Jahr 1999. Sie wurden in der Schweiz im Jahr 2000 eingeführt und traten in der Regel im folgenden Jahr in Kraft.

Die erzielten Ergebnisse bestätigten einige der von den EN-Normen vorgeschlagenen Schwellenwerte für die Präzision, wiesen aber deutlich auf Schwellenwerte für die Reproduzierbarkeit R und die Wiederholbarkeit r hin, die nicht immer mit den aktuellen Bitumensorten übereinstimmen, insbesondere im Hinblick auf zurückgewonnene Bindemittel aus Asphaltmischungen. Eine Aktualisierung der Fidelity-Werte sollte in Erwägung gezogen werden, wenn möglich unter Berücksichtigung der verschiedenen Bitumensorten. Es sollte beachtet werden, dass die zunehmende Verwendung von Asphaltzuschlägen eine erhebliche Unsicherheit hinzufügt, die in dieser Untersuchung nicht bewertet werden konnte.

Die Analyse der Ergebnisse und der mit Hilfe der Checklisten gesammelten Informationen zeigt, dass die im Rahmen von Robin durchgeführte Harmonisierung der Methoden zu einer zufriedenstellenden Qualität der Reproduzierbarkeit führt. Der statistische Wert für die Ringversuchskonsistenz |Z| zeigt ein zufriedenstellendes Gesamtergebnis an, bei dem mehr als 95 % aller Ergebnisse (vor Erkennung von Ausreissern) innerhalb von ± 2 liegen.

Die aus dieser Forschungsarbeit gewonnenen Informationen zeigen die grosse Nützlichkeit des Qualitätssystems, die Akkreditierung der Tests und die dynamische Zusammenarbeit zwischen allen Mitgliedern des Bereichs. Die auf dem Markt befindlichen industriellen Produkte und Prozesse entwickeln sich ständig weiter und erfordern von Zeit zu Zeit eine kundenspezifische Anpassung der Methodik.

Bei dieser Untersuchung konnte keine signifikante Veränderung der Variabilität der Qualität der auf dem Schweizer Markt erhältlichen bituminösen Bindemittel nachgewiesen werden.

Summary

The main objective of the project is to exploit the databases of the round robin tests carried out within the framework of the Swiss Association "Robin" by analysing the impact of the laboratory test methodology on the quality of the measurements and to provide a valuable contribution for an update of the fidelity values in the standards.

The available round robin tests results were enumerated, sorted and prepared in a synthetic form for efficient and comprehensive statistical analysis. This allowed the statistical processing of 127 round robin tests, i.e. a total of 2940 individual test results.

The analysis of the historical evolution of the test standards, describing the "significant" changes, shows that the adaptations made in the various published versions have mostly a minor importance on the measured values.

The results obtained confirmed some of the precision threshold values proposed by the EN standards but clearly highlighted some reproducibility R and repeatability r thresholds, which are not always in line with the current types of bitumen and in particular with regard to recovered binders from asphalt mixes. An update of the precision values should be considered, when appropriate, by taking into account the different types of bitumen. It should be noted that the increased use of asphalt aggregates adds significant uncertainty which was not assessed in this research.

The analysis of the results and the information collected by means of checklists shows that the harmonisation of methodologies, carried out within the framework of Robin Association, leads to a satisfactory quality of reproducibility. The statistical value of inter-laboratory consistency $|Z|$ indicates a satisfactory overall score, with more than 95% of all results (before detection of outliers) falling within the ± 2 interval.

No significant change in the variability of the quality of bituminous binders available on the Swiss market could be demonstrated in this research.

It should be noted that a great deal of work was carried out within the framework of CEN in the years 1995 to 1997 with the harmonisation of methodologies and the organisation of inter-laboratory tests, to which Switzerland made an important contribution (Empa and Lavoc-Epfl). The publication of the first EN standards for binder testing dates from 1999. They were introduced in Switzerland in 2000 and generally came into force the following year.

The information obtained in this research work shows the great value of the quality system, of test accreditation and of a dynamic collaboration between all members of the field. The industrial products and processes available on the market are constantly evolving and occasionally require customised methodology adaptation.

This research work also shows that the organisation of interlaboratory tests carried out by the Robin association of accredited laboratories from 1995 to the present day, i.e. for 26 years, has made it possible, thanks to the sharing of the experience acquired by each of its members, to move towards an overall improvement in quality. Certain points of the methodologies, in particular those concerning the management of thermal history and sample preparation, have been clarified and harmonised. The exchange of information, with total transparency, has allowed the new members to benefit from the experience of the older ones and thus to offer a positive image of collaboration and also to benefit the Swiss (VSS) and European (CEN) standardisation organisations.

1 Introduction

1.1 Problématique

La qualité et la pertinence des résultats obtenus en laboratoire peuvent quelquefois être mises en cause après l'obtention de résultats d'analyse présentant une divergence significative entre plusieurs organismes. Dans ce cas, les différents partenaires engagent souvent des discussions complexes généralement focalisées davantage sur les méthodes et procédures appliquées dans les laboratoires que sur la qualité du matériau qui est pourtant l'objet des contrôles.

D'importants efforts sont engagés pour garantir une qualité optimale des résultats d'essais ainsi qu'identifier les valeurs de fidélité dont la répétabilité intralaboratoire et la reproductibilité interlaboratoires. Ces éléments sont par ailleurs intégrés aux normes d'essais EN respectivement SN. Les normes sont généralement révisées tous les 5 ans et des modifications et/ou compléments apportés par une définition plus précise des méthodologies appliquées qui doivent permettre de tendre vers une amélioration de la répétabilité et de la reproductibilité. L'expérience accumulée durant plus de 20 ans a démontré le rôle important de la procédure de préparation des échantillons, de l'histoire thermique des matériaux et l'impact sur le résultat final d'un essai pouvant être significatif.

Dans un souci d'harmonisation des procédures en laboratoire et de quantification de la qualité des mesures effectuées l'association des laboratoires accrédités "ROBIN" a été créée en 1995. La réalisation annuelle d'essais interlaboratoires traitant des granulats, bitumes et enrobés fournit une masse de données importantes pouvant alors être exploitées afin d'améliorer les procédures en laboratoire et mettre à jour les aspects relatifs à la répétabilité et reproductibilité des résultats.

Les laboratoires participants accrédités (11 laboratoires en 1996 et 29 en 2018) sont tous motivés par la même démarche, "l'assurance qualité" qui aboutit à l'obtention du label qualité STS. Cette accréditation est une reconnaissance de compétences, d'impartialité et de conformité à la norme SN EN ISO/IEC 17025, par l'organisme faisant autorité.

1.2 Objectifs

Le projet a pour objectif global l'exploitation des bases de données des essais interlaboratoires réalisés dans le cadre de l'association Robin en analysant l'impact de la méthodologie d'essai en laboratoire sur la qualité des mesures. Le projet doit permettre de :

- Fournir une contribution substantielle pour la normalisation (SN et EN) par une éventuelle redéfinition de certaines valeurs prescrites ainsi que la mise à jour des données relatives à la reproductibilité et dans une moindre mesure de la répétabilité.
- Améliorer la reproductibilité par une harmonisation des méthodologies en laboratoire.
- Évaluer l'effet des modifications dans les modes opératoires sur les valeurs mesurées.

Les objectifs doivent être atteints par l'exploitation d'une base de données relative aux essais sur liants y. c. les liants extraits d'enrobés par extraction à l'évaporateur rotatif, avec d'une part une exploitation des résultats d'essais et d'autre part une analyse des conditions d'essais collectées au moyen de check-list. Une différenciation fonction des différentes classes de bitumes selon les normes en vigueur a été effectuée.

2 Plan de recherche

Le succès du projet et la qualité des résultats à produire est particulièrement tributaire de deux sous-objectifs considérés comme essentiels :

- Mise en œuvre d'une méthodologie d'analyses statistiques actuelle et conforme aux normes pertinentes ;
- Disponibilité d'une base de données complète et cohérente.

Ces deux éléments ont orienté l'organisation de la recherche, qui s'appuie sur une méthodologie de travail illustrée dans la **Fig. 1**.

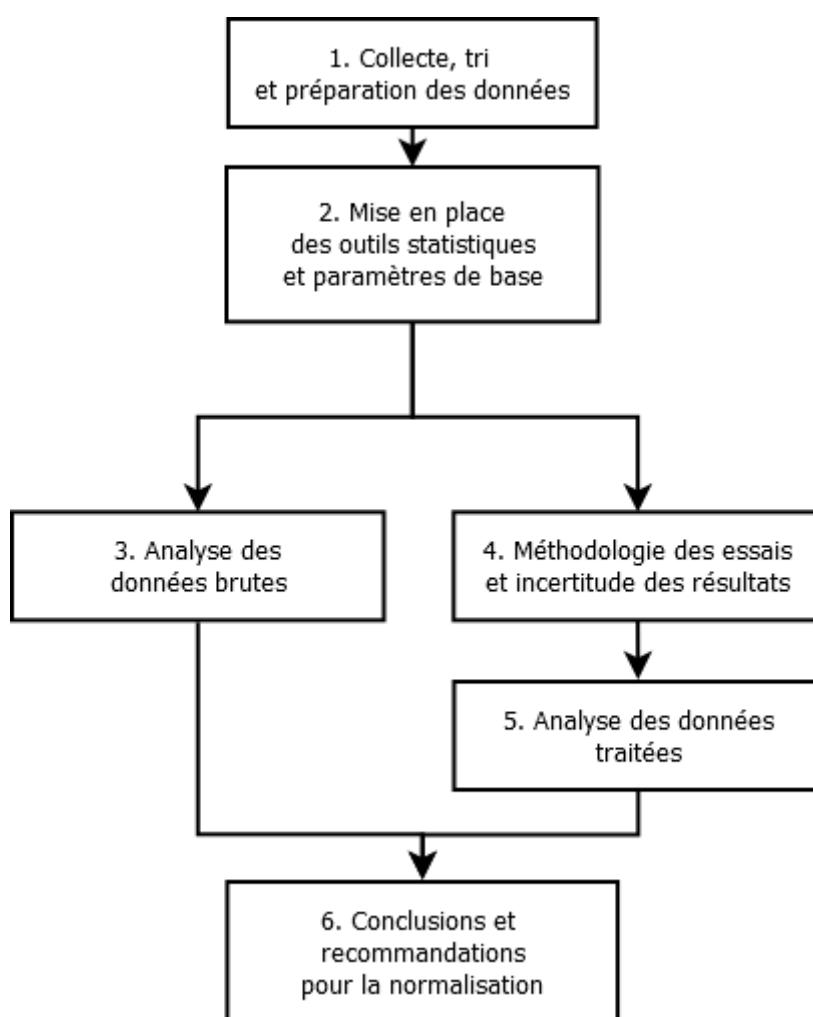


Fig. 1 Organigramme général des phases définies dans le projet

Le contenu des phases du projet est décrit plus en détail dans ce qui suit :

2.1 Collecte, tri, préparation des données

Les résultats des essais croisés disponibles ont été répertoriés, triés puis préparés sous une forme synthétique en vue d'une exploitation efficace (voir chapitre 6). En plus des essais et résultats bruts, les conditions d'essais et les normes appliquées ont été identifiées, notamment un historique des principales modifications (voir chapitre 1).

Les sources de données exploitées concernent principalement les résultats produits par les essais interlaboratoires de l'association ROBIN.

Cela concerne, notamment, les tableaux de synthèse des essais réalisés entre 1996 et 2018 pour le type, le nombre de produits, le nombre de laboratoire, les valeurs individuelles et déterminantes par essai.

D'autre part, les check-lists contiennent des informations importantes, dont les caractéristiques du matériel utilisé, des procédés propres à chaque laboratoire non décrits ou imposés par la norme, l'histoire thermique précédant le réchauffage et la préparation des échantillons, le réchauffage, l'homogénéisation éventuelle, la préparation, le refroidissement, le repos avant essai, le type de solvant, etc. Ces informations sont très utiles pour la recherche de tendances observées.

Les résultats de cette première étape correspondent à une première base de données contenant les résultats bruts ainsi que les attributs jugés pertinents.

2.2 Mise en place des outils statistiques et des paramètres de base, étude des conditions d'essais

Les outils statistiques servant à l'exploitation et la synthèse des données seront sélectionnés et implémentés pour l'exploitation des données brutes

En plus de la méthode ISO 13528:2015(fr) - Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires [7], d'autres normes et méthodes statistiques ont été examinées et retenues sur la base de leur adéquation avec l'exploitation envisagée (voir références : [1], [2], [3], [4], [5], [6], [9], [10], [12]), ainsi qu'en investiguant des modèles d'analyse statistiques de différents degrés. (voir références : [21], [22], [23], [24], [25], [26]).

La méthodologie d'analyses statistiques, les outils correspondants et leur validation sont décrits au chapitre 5.

2.3 Analyse des données brutes

Une première analyse est réalisée sur les données brutes (issues de la phase 1.) grâce au recours des outils statistiques définis précédemment.

Cette phase permet d'actualiser, par une démarche standard, les valeurs d'incertitude des mesures, celles-ci pouvant être directement exploitable dans les différentes normes des essais sur matériaux bitumineux (voir chapitre 7).

2.4 Méthodologie d'essais et incertitudes des résultats

Cette phase importante du projet a pour objectif l'analyse de la sensibilité des incertitudes aux méthodologies d'essais appliquées. Les données exploitées proviennent de plus de 20 ans d'essais interlaboratoires, période au cours de laquelle les méthodologies d'essais et l'équipement des différents laboratoires ont considérablement évolué. Pour cela, il est nécessaire de confronter les données brutes avec les conditions d'essais, ceci afin de rendre les différents résultats annuels comparables.

Parmi ces analyses spécifiques, nous pouvons énumérer :

- L'effet dans le temps de la modification et de la précision des modes opératoire au sein du même groupe d'essais croisés.
- Traitement statistique des résultats aberrants : l'effet de résultats aberrants facilement identifiables dans le mode opératoire imputable à un seul participant aux essais croisés. Dans la procédure standard, les résultats fournis par ce dernier et pouvant être qualifiés comme 'aberrants' ont une influence importante sur la reproductibilité de l'essai traité et engendrer une tolérance importante de manière injustifiée. Le traitement statistique du résultat aberrant d'un laboratoire (développé au chapitre 5) aboutit à une évaluation de son impact sur le résultat final de l'essai croisé (voir chapitre 7).

Le paramètre « prélèvement » selon SN 670 501 EN 58 (échantillon : composite, divisé, de laboratoire, de couche, de courant principal, de courant périphérique, ponctuel, de surface, d'essai, de hauteur totale) et selon SN 670 427 EN 12697-27 (prélèvement élémentaire, échantillon : global, représentatif, ponctuel, de laboratoire) ainsi que de la masse de l'échantillon transmis au laboratoire ne sont pas intégrés dans la détermination de l'incertitude bien que leur incidence peut être très significative sur le résultat. En effet, ces tâches sont souvent réalisées par le client du laboratoire, et ce dernier ne maîtrise donc pas cette source d'incertitude.

Ces différentes analyses permettront d'uniformiser la qualité des données générées sur une longue période qui a vu une évolution des normes et des modes opératoires, en parallèle avec celui du fonctionnement même de l'association Robin.

2.5 Analyse des données traitées

Les résultats de cette phase, exposés aux chapitres 7 et 8, aboutit à une exploitation de la base de données traitées, dont les éléments sont évalués avec les outils statistiques développés dans la phase 2.

Les résultats obtenus seront finalement confrontés à ceux issus de l'analyse des données brutes (phase 3) afin de mettre en évidence l'impact éventuel des différents paramètres.

L'ensemble des résultats recueillis dans cette recherche devaient être confrontés aux informations et résultats issus de projets internationaux, par exemple le projet FEHRL BiTVal 114, le projet CEDR FunDBitS et le travail effectué par le CEN TC336 WG1, TG9 [27] et avec lesquels une collaboration était envisagée. Finalement, seuls les résultats issus de l'étude du CEN se sont révélés pertinents pour une comparaison des valeurs de fidélité obtenues (voir chapitres 7 et 9)

2.6 Conclusions et recommandations pour la normalisation

La valorisation des résultats obtenus passe par leur structuration et leur présentation sous une forme synthétique et utile pour les besoins de la normalisation.

Les résultats finaux offrent aux laboratoires suisses une base commune de référence et apporteront en général des bénéfices significatifs à l'ensemble des acteurs du domaine.

Les principaux résultats font l'objet de synthèses et de conclusions partielles (chapitres 7 et 8) et générales (chapitre 9).

3 Situation actuelle

3.1 Réglementation en Suisse des essais de contrôle dans la construction routière

Pour le domaine des matériaux routiers, granulats, bitumes et enrobés, les 1^{ères} normes EN validées en Suisse ont été publiées en 1999. L'introduction des normes SN EN s'est faite progressivement avec le remplacement des normes SN. Dans certains cas une annexe nationale (NA) a été élaborée avec le choix de conditions particulières adaptées aux méthodologies suisses, par ex. pour l'essai de récupération des liants (SN 670 403a-NA:2008). L'accumulation d'expériences validées par des mandats de recherches et d'essais interlaboratoires ont justifié ce choix. L'historique des normes d'essais, la traçabilité des paramètres importants, la fidélité sont synthétisés dans le chapitre 4.

3.2 Organisation des essais interlaboratoires, méthodologie

Le choix des produits à analyser, bitumes et enrobé pour la récupération du liant a toujours été proposé et discuté dans le cadre des séances d'organisation des essais croisés Robin. Le choix de matériaux spécifiques a été fait quelquefois selon des besoins ou type particuliers. L'échantillonnage et la préparation des échantillons s'est effectué dans le respect des normes en vigueur.

Il est important de préciser que dans les check-lists transmises aux participants, les conditions de préparation des échantillons sont généralement spécifiées. Les normes EN ne proposent que très peu d'informations, en particulier pour le réchauffage de l'enrobé à analyser, dans le cadre de la récupération du liant. Ces conditions imposées devraient mener probablement à un resserrement des dispersions.

3.3 Disponibilité des données des essais interlaboratoires

Les données traitées des essais interlaboratoires couvrent les années 1996 à 2018. Le mandat attribué prévoyait un traitement des années 1996 à 2016. Il a paru très utile d'adjoindre, en supplément, les années 2017 et 2018. Le nombre de laboratoires accrédités participants aux essais interlaboratoires a régulièrement augmenté, soit : 11 laboratoires en 1996 pour atteindre 29 laboratoires en 2018.

3.4 Essais interlaboratoires CEN récents

3.4.1 Contexte et démarche générale

Les principaux essais interlaboratoires réalisés par le CEN ou ses membres individuels ont servi de base à la définition des valeurs de fidélité pour les normes EN. L'essentiel des valeurs de fidélité n'ont plus été révisées depuis leur première introduction dans les normes EN.

Le comité TG9 du CEN a procédé à partir de 2012 à une évaluation de la fidélité des méthodes d'essai sur bitumes suivantes : Pénétration à l'aiguille (EN 1426), Point de ramollissement anneau et bille (EN 1427) et point Fraass (EN 12593). Il s'agit à notre connaissance de l'unique initiative récente visant à actualiser les valeurs de fidélité qui datent pour la plupart du milieu des années 1990.

La présente section donne un aperçu synthétique des principaux résultats issus du compte-rendu publié par le TG9 en mars 2015 [27].

Les données de base traitées par le TG9 proviennent de 8 sources d'informations couvrant la période 2000 à 2011. La majorité des sources correspond à des essais interlaboratoires nationaux.

La méthodologie de travail du groupe de travail TG9 est illustrée dans le rapport [27] pour chaque essai et catégorie de bitumes au travers des éléments suivants :

- Représentation des résultats d'essais interlaboratoires (RRT : Round Robin Test) avec détermination de la répétabilité (r) et de la reproductibilité (R).
- Comparaison des valeurs obtenues par rapport aux limites de fidélité actuelles des normes.
- Proposition d'amendement des limites actuelles si cela s'avère justifié.

Une analyse de la distribution cumulée des résultats des RRT sert de base statistique à la définition de nouvelles valeurs de fidélité. La valeur amendée est déterminée selon un critère admettant que les limites de fidélité sont respectées par une proportion acceptable des essais interlaboratoires.

La proportion « acceptable » est fixée dans le rapport du TG9 à une valeur voisine de la valeur de 50%. Ce choix subjectif selon les auteurs représente un compromis raisonnable entre la nécessité d'une augmentation des limites de fidélité actuelles et une confiance/connaissance insuffisante dans les conditions d'obtention des données utilisées.

3.4.2 Pénétration à l'aiguille selon EN 1426 :

L'analyse de la variabilité des essais de pénétration à l'aiguille a concerné les types de bitumes suivants : bitumes standards selon EN 12591 et bitumes modifiés au polymères selon EN 14023. Aucune donnée n'est disponible pour les bitumes durs selon EN 13924-1.

Les résultats de fidélité obtenus et les amendements proposés par le groupe TG9 sont illustrés de manière synthétique dans le tableau suivant.

Tab. 1 Valeurs de fidélité du rapport TG9 du CEN pour l'essai de pénétrabilité à l'aiguille selon SN EN 1426

Type	Groupe	Norme	Nombre de résultats	Résultats conformes (%)	Proposition CEN	Commentaire CEN
R	Bitumes routiers < 50 1/10 mm	3	9	0 (0%)	6	
r	Bitumes routiers < 50 1/10 mm	2	5	3 (60%)	-	Pas d'amendement
R	Bitumes routiers ≥ 50 1/10 mm	6%	58	9 (15%)	12%	
r	Bitumes routiers ≥ 50 1/10 mm	4%	20	12 (60%)	-	Pas d'amendement
R	PmB < 50 1/10 mm	3	24	2 (8%)	5	
r	PmB < 50 1/10 mm	2	4	3 (75%)	-	Pas d'amendement
R	PmB ≥ 50 1/10 mm	6%	19	0 (0%)	14%	
r	PmB ≥ 50 1/10 mm	4%	8	0 (0%)	6%	

Le rapport du TG9 questionne le fait que la dispersion observée peut indiquer que la méthode d'essai EN 1426 n'est peut-être pas aussi robuste que ce qui est admis jusqu'à présent.

Le paramètre du type d'appareil de mesure (automatique, semi-automatique, manuel) s'est avéré être le facteur le plus déterminant sur la variabilité des résultats. L'appareil automatique est celui qui présente le plus gros écart par rapport à la valeur moyenne globale et par rapport à l'appareil manuel admis comme référence.

3.4.3 Point de ramollissement selon EN 1427

L'analyse de la variabilité des essais de température de ramollissement a concerné les types de bitumes suivants :

- bitumes routiers selon EN 12591, considérés dans leur ensemble puis par domaine de pénétration ;
- bitumes modifiés au polymères selon EN 14023, considérés dans leur ensemble puis une analyse des PmB avec une température supérieure à 80°C et un essai réalisé avec de la glycérine.

Aucune donnée n'est disponible pour les bitumes durs selon EN 13924-1.

Les résultats de fidélité obtenus et les amendements proposés par le groupe TG9 sont illustrés de manière synthétique dans le tableau suivant.

Tab. 2 Valeurs de fidélité du rapport TG9 du CEN pour l'essai de point de ramollissement selon SN EN 1427

Type	Groupe	Norme	Nombre de résultats	Résultats conformes (%)	Proposition CEN	Commentaire CEN
R	Bitumes routiers	2	69	39 (56%)	-	Pas d'amendement
r	Bitumes routiers	1	27	19 (70%)	-	Pas d'amendement
R	Bitumes < 100 1/10 mm	2	52	37 (70%)	-	Pas d'amendement
R	Bitumes ≥ 100 1/10 mm	2	17	2 (12%)	3	
R	PmB	3.5	43	19 (44%)	4	
r	PmB	1.5	9	4 (44%)	2.5	
R	PmB Temp. A&B > 80°C essai avec glycérine	5.5	9	3 (33%)	8	
r	PmB Temp. A&B > 80°C essai avec glycérine	1.5	9	1 (11%)	3	

Il est utile de constater des différences significatives entre les bitumes routiers standards (pen < 100 0.1 mm) et les bitumes routiers mous (pen > 160 0.1 mm).

3.4.4 Point de rupture Fraass selon EN 12593

L'analyse de la variabilité des essais de pénétration à l'aiguille a concerné les types de bitumes suivants : bitumes routiers selon EN 12591 et bitumes modifiés au polymères selon EN 14023. Aucune donnée n'est a priori disponible pour les bitumes durs selon EN 13924-1.

Les résultats de fidélité obtenus et les amendements proposés par le groupe TG9 sont illustrés de manière synthétique dans le tableau suivant.

Tab. 3 Valeurs de fidélité du rapport TG9 du CEN pour l'essai du point de rupture Fraass selon SN EN 12593

Type	Groupe	Norme	Nombre de résultats	Résultats conformes (%)	Proposition CEN	Commentaire CEN
R	Bitumes routiers	6	35	10 (29%)	7	
r	Bitumes routiers	3	7	7 (100%)	-	Pas d'amendement
R	PmB	6	21	8 (30%)	7	

3.4.5 Conclusion partielle

Les membres du groupe TG9 du CEN reconnaissent l'écart important entre les valeurs de fidélité des normes actuelles et celles issues des essais interlaboratoires.

Tout changement dans les valeurs R et r sera conséquent et aura un impact déterminant sur la définition des classes de produits.

La volonté actuelle du CEN et des fournisseurs de bitumes de ne pas procéder à une redéfinition des classes de produits implique qu'une adaptation des valeurs de fidélité des normes n'est pas encore d'actualité.

4 Historique et traçabilité des normes d'essai

4.1 Objectif

Depuis leur apparition, les normes ont évolué avec l'apport parfois de modifications majeures dans leur contenu. L'expérience acquise a permis de déceler et mettre en évidence des paramètres significatifs qui peuvent influencer et biaiser les résultats d'essais. L'analyse chronologique des normes d'essais est présentée dans ce chapitre avec une identification des paramètres qui peuvent avoir une incidence sur la qualité de la fidélité. Dans les tableaux d'historiques des normes, sont principalement synthétisés les conditions particulières de préparation des échantillons ainsi que les écarts pour l'établissement de la valeur déterminante et les valeurs de fidélité.

A titre informatif, il est précisé que les normes citées dans ce chapitre ne sont pas référencées dans la bibliographie.

4.2 Bitumes et liants bitumineux - Préparation des échantillons d'essai - SN EN 12594

Cette norme prescrit une méthode de préparation des échantillons de liants bitumineux afin de tester leurs propriétés.

Tab. 4 Historique normes – Préparation des échantillons d'essai selon SN EN 12594

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Conditions réchauffage		Ensemble procédure	
				Bitumes	PmB	Durée [min]	Durée [min]
6	EN 12594 :2014	SN 670 504 :2015	2015 -09-30	≤ 100°C +A&B	fournisseur ou 180... 200°C	≤ 120	< 135
5	EN 12594 :2007	SN 670 504 :2007	2008 -02-01	≤ 100°C + A&B	≤ 100°C+A&B fournisseur ou ≤ 200°C	≤ 120	< 135
4	EN 12594 :1999	SN 670 500-3 :2000	2000 -06	80...90°C + A&B	180...200°C	≤ 120	< 135
3	EN 1426 :1999	SN 671 700b :1998	1998 -03	fluidité requise	-	conditions qui ne modifient pas le caractère du liant	
2	-	SN 671 700a :1968	1968 -11	degré de liquéfaction nécessaire	-	conditions qui ne modifient pas le caractère du liant	
1	-	SNV 71 700 :1954	1954 -01	-	-	-	-

Version n° 6 - EN 12594:2014, SN 670 504:2015, en vigueur dès le 30.09.2015, s'applique aux liants, liants bitumineux, liants PmB, liants récupérés. Pour les bitumes modifiés, utiliser le mode opératoire donné par le fournisseur. Si aucune recommandation n'est donnée pour les bitumes modifiés par des polymères selon l'EN 14023, se référer aux conditions spécifiées par la norme.

Version n° 5 - EN 12594:2007, SN 670 504:2007, en vigueur dès le 01.02.2008, s'applique aux liants, liants bitumineux, liants récupérés : Pour les bitumes modifiés, utiliser le même mode opératoire, si aucune autre recommandation n'a été donnée par le fournisseur.

Version n° 4 - EN 12594:1999, SN 670 500-3:2000, en vigueur dès 06.2000, s'applique aux liants, liants bitumineux, liants récupérés, pour les bitumes modifiés, la température doit être comprise entre 180 °C et 200 °C quel que soit le point de ramollissement. Les

échantillons obtenus à partir d'extraction du liant bitumineux doivent être préparés immédiatement après leur récupération et testés d'après le mode opératoire approprié.

Version n° 3 - EN 1426:1999, SN 671 700b:1998, en vigueur dès 03.1998. Ne sont admissibles que les opérations qui ne modifient pas le caractère du liant. Le réchauffage doit s'effectuer sous contrôle précis de la température. Le liant ne doit être chauffé que pour atteindre la fluidité requise.

Version n° 2 - SN 671 700a, en vigueur dès 11.1968, Norme SN Prescriptions générales d'examen : Seules sont admises les opérations préliminaires qui ne modifient pas les qualités du liant. Le liant sera réchauffé sous contrôle exact de sa température, seulement jusqu'au degré de liquéfaction absolument nécessaire.

Version n° 1 – 1ère norme suisse (1954)

4.3 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

Cette norme définit une méthode pour la détermination de la consistance des bitumes et des liants bitumineux. Le mode opératoire courant s'applique pour les pénétrabilités inférieures ou égales à 330 x 0.1 mm, mais pour les pénétrabilités supérieures à cette valeur, jusqu'à 500 x 0.1 mm, des conditions opératoires différentes sont prévues. Note : Cette méthode peut également s'appliquer aux liants bitumineux récupérés, par exemple ceux extraits d'enrobés bitumineux.

Remarque : les valeurs de fidélité indiquées dans le tableau sont spécifiques aux conditions d'essai à 25°C, 100g, 5 s.

Tab. 5 Historique – Pénétrabilité selon SN EN 1426

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Valeur déterminante		Fidélité	
				Ecart min/max 3 essais [0.1 mm]		Répétabilité r [0.1 mm]	Reproductibilité R [0.1 mm]
6	EN 1426 :2015	SN 670 511 :2016	2016 -03-31	< 50 = 2 ≥ 50...149 = 4	≥ 150...249 = 6 ≥ 250 = 8	< 50 = 2 ≥ 50 = 4%	< 50 = 3 ≥ 50 = 6%
5	EN 1426 :2007	SN 670 511a :2009	2009 -02-01	< 50 = 2 ≥ 50...149 = 4	≥ 150...249 = 6 ≥ 250 = 8	< 50 = 2 ≥ 50 = 4%	< 50 = 3 ≥ 50 = 6%
4	EN 1426 :2007	SN 670 511 :2007	2007 -08-01	< 50 = 2 ≥ 50...149 = 4	≥ 150...249 = 6 ≥ 250 = 8	< 50 = 2 ≥ 50 = 4%	< 50 = 3 ≥ 50 = 6%
3	EN 1426 :1999	SN 670 500-7 :2000	2000 -06	< 50 = 2 ≥ 50...149 = 4	≥ 150...249 = 6 ≥ 250 = 8	< 50 = 2 ≥ 50 = 4%	< 50 = 3 ≥ 50 = 6%
2	-	SN 671 740a :1968	1968 -01	± (Pen/50) + 2		-	± (Pen/25) + 2
1	-	SNV 71 740 :1954	-	-	-	-	-

Version n° 6 - EN 1426:2015, SN 670 511:2016, en vigueur dès le 31.03.2016, dimensions des godets et longueur des aiguilles différentes selon valeurs de pénétration. Pas de rectification de la surface proposée, mais afin d'éviter les surfaces irrégulières de bitume dur conformément à l'EN 13305 (bitumes industriels durs) après refroidissement, placer le récipient d'échantillon rempli de bitume chaud dans l'étuve à une température d'environ 80 °C pendant une période de 15 min à 30 min. Mise en température pour essai, durée égale à celle du refroidissement. Méthodologie applicable aussi pour les bitumes PmB.

Version n° 5 - EN 1426:2007, SN 670 511a:2009 ; en vigueur dès le 01.02.2009, le mode opératoire courant s'applique pour les pénétrabilités inférieures ou égales à 330 x 0.1 mm. Pour les pénétrabilités supérieures à 330 x 0.1 mm, des conditions opératoires différentes sont prévues (température = 15°C + aiguilles plus longues).

Version n° 4 - EN 1426:2007, SN 670 511:2007, en vigueur dès le 01.08.2007, le mode opératoire courant s'applique pour les pénétrabilités inférieures ou égales à 330 × 0.1mm. Pour les pénétrabilités supérieures à cette valeur, des conditions opératoires différentes sont prévues (température = 15°C). Dimensions des godets : pour valeurs de pénétration < 160, prof. 35 mm, diamètre 55 mm. Pour valeurs de pénétration ≥ 160... ≤ 330, prof. 45 mm, diamètre 70 mm. En ce qui concerne les bitumes modifiés, il conviendrait de les utiliser uniquement à titre d'orientation en attendant que les résultats d'essais circulaires complémentaires soient disponibles.

Version n° 3 - EN 1426:1999, SN 670 500-7:2000, en vigueur dès 06.2000, dimensions des godets : pour valeurs de pénétration < 200, prof. 35 mm, diamètre 55 mm. Pour valeurs de pénétration ≥ 200...< 350, prof. 45 mm, diamètre 70 mm. Pour valeurs de pénétration ≥ 350...< 500, prof. 60 mm, diamètre 70 mm. Pas de rectification de la surface proposée. Refroidissement entre 15°C et 30°C, pour godets < 45 mm de profondeur, de 60 min à 90 min. Pour godets ≥ 45...≤ 60 mm de profondeur, de 90 min à 120 min. Mise en température pour essai, durée égale à celle du refroidissement. Si la pénétration est supérieure à 100 × 0.1 mm, laisser toutes les aiguilles dans les échantillons jusqu'à ce que toutes les déterminations aient été effectuées. Les données de fidélité ne sont pas nécessairement applicables dans d'autres conditions ou pour les bitumes modifiés. En ce qui concerne les bitumes modifiés, ne les appliquer qu'à titre d'orientation en attendant l'établissement de critères adéquats.

Version n° 2 - SN 671 740a :1968, en vigueur dès 01.1968, dimensions des godets : pour valeurs de pénétration < 220, prof. 35 mm, diamètre 55 mm. Pour valeurs de pénétration ≥ 220, prof. 45 mm, diamètre 70 mm. Rectifier la surface en effleurer brièvement, avec prudence la surface de la substance avec la flamme d'un bec Bunsen. Refroidissement entre 18°C et 30°C durant 90 min. Mise en température pour essai durant 90 min.

Version n° 1 - 1^{ère} norme suisse (1954)

4.4 Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427

Cette norme définit une méthode de détermination du point de ramollissement des bitumes et des liants bitumineux, dans la plage des températures de 28 °C à 150 °C. Note : Cette méthode peut également s'appliquer aux liants bitumineux récupérés, par exemple ceux extraits d'enrobés bitumineux.

Tab. 6 Historique – Ramollissement A&B selon SN EN 1427

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Valeur déterminante		Fidélité	
				Ecart entre 2 anneaux Bitume [°C]	PmB [°C]	Répétabilité r [°C]	Reproductibilité R [°C]
5	EN 1427 :2015	SN 670 512 :2016	2016 -03-31	≤ 80 = 1 > 80 = 2	≤ 2	E-Bitume = 1 E-PmB = 1.5 Glycérine = 1.5	E-Bitume = 2 E-PmB = 3.5 Glycérine = 5.5
4	EN 1427 :2007	SN 670 512 :2007	2007 -08-01	≤ 80 = 1 > 80 = 2	≤ 2	E-Bitume = 1 E-PmB = 1.5 Glycérine = 1.5	E-Bitume = 2 E-PmB = 3.5 Glycérine = 5.5
3	EN 1427 :1999	SN 670 500-8 :2000	2000 -01	≤ 80 = 1 > 80 = 2	≤ 2	E-Bitume = 1 E-PmB = 1.5 Glycérine = 1.5	E-Bitume = 2 E-PmB = 3.5 Glycérine = 5.5
2	-	SN 671 743a :1968	1968 -01	≤ 1	-	< 30 = 2 30...80 = 1 > 80 = 2	< 30 = 4 30...80 = 2 > 80 = 4
1	-	SNV 71 743 :1954	1954 -01	-	-	-	-

Version n° 5 - EN 1427:2015, SN 670 512:2016, en vigueur dès le 31.03.2016. Le thermomètre à mercure ne constitue plus le thermomètre de référence. La description de l'établissement du gradient de température a été améliorée. Il est reconnu qu'il est difficile d'établir le gradient de température de façon homogène dans le bain, dans la gamme de

température de 30 °C à 60 °C lorsque le glycérol est utilisé. Un nouveau mode opératoire précise les paramètres à respecter. Une annexe B informative avec des exemples valides et des exemples non valides de gradients de température a été ajouté pour clarification.

Version n° 4 - EN 1427:2007, SN 670 512:2007, en vigueur dès le 01.08.2007. Uniquement modifications rédactionnelles.

Version n° 3 - EN 1427:1999, SN 670 500-8:2000, en vigueur dès 06.2000. En remplacement d'anneaux plats, la nouvelle norme prescrit l'utilisation d'anneaux en laiton à épaulement, le bain liquide doit être agité à l'aide d'une hélice tournant lentement, l'utilisation de matériaux différents est prescrite pour certaines pièces de l'appareillage: par exemple, anneaux en laiton, et nouvelle plaque de coulage, nouvelle prescription en ce qui concerne l'interprétation de l'essai. Appareillage manuel, semi-auto, automatique, mais la méthode manuelle fait office de référence. Thermomètre à colonne mercure mais autre moyen possible avec raccordement. Chauffage des anneaux = temp. A&B + 90°C. Refroidissement min 30 min. à température ambiante. Rectification avec lame chauffée. Eau distillée fraîchement bouillie ou déminéralisée. Mise en température initiale durant 15 min. Température d'essai initiale, eau = 5°C, glycérol = 35°C. Essai réalisé en max 4h. Protocole arbitraire pour limite entre 80 et 84°C. Distinction entre liants, liants PmB, liants oxydés.

Version n° 2 - SN 671 743a:1968, en vigueur dès 01.1968. Appareillage manuel ou semi-automatique, thermomètres ASTM mercure, 15C ou 16C, mesure de la température relative (inertie thermique. Anneau de laiton ou en acier inoxydable sans épaulement (lisse). Pas d'agitateur spécifié. Chauffer les anneaux à température identique du bitume. Laisser refroidir les anneaux garnis à la température ambiante (pas de durée spécifiée). Pas de rectification. Pas de durée spécifiée pour temps de repos jusqu'à réalisation de l'essai. Eau fraîchement distillée. Mise en température initiale durant 15 min. Pas de spécifications pour PmB.

Version n° 1 - 1^{ère} norme suisse (1954) en vigueur dès 01.1954.

4.5 Retour élastique des PmB - SN EN 13398

Cette norme s'applique en particulier aux liants bitumineux modifiés par des élastomères thermoplastiques. Elle peut aussi être utilisée pour d'autres liants bitumineux qui ne possèdent qu'un faible retour élastique. Les exigences ne sont toutefois fixées que pour les liants modifiés par des élastomères selon la SN EN 14023 "Bitumes et liants bitumineux - Cadre de spécification des bitumes modifiés par des polymères".

Tab. 7 Historique – Retour élastique PmB selon SN EN 13398

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Valeur déterminante	Fidélité	
				Ecart entre 2 essais [%]	Répétabilité r [%]	Reproductibilité R [%]
6	EN 13398:2017	SN EN 13398:2018	2018-06-30	5	4	7
5	EN 13398:2017	SN 670 547:2018	2018-06-30	5	4	7
4	EN 13398:2010	SN 670 547a:2011	2011-02-01	5	4	7
3	EN 13398:2003	SN 670 547:2004	2004-08-01	5	4	7
2	-	SN 671 747:1995	1995-11	5	-	-
1	-	PR SN 671 400:1993	1993-04	-	-	-

Version n° 6 – SN EN 13398:2018, en vigueur dès le 30.06.2018, identique à la version précédente (aucune modification de conditions d'essai).

Version n° 5 - EN 13398:2017, SN 670 547:2018, en vigueur dès le 30.06.2018. La température maximale de préchauffage des moules est fonction du point de ramollissement bille et anneau de l'échantillon ou fixée à 70°C si le point de ramollissement bille et anneau n'est pas connu.

Version n° 4 - EN 13398:201, SN 670 547a:2011, en vigueur dès le 01.02.2011. Tolérances des moules d'essais adaptées selon ASTM D113, autres températures d'essai admises, procédé adapté pour rupture prématurée (formule calcul). Repos durant max 60 min à température ambiante. Mise en température d'essai durant 90 ± 10 min. Durée de 150 ± 10 min. entre remplissage des moules et début d'essai.

Version n° 3 - EN 13398:2003, SN 670 547:2004, en vigueur dès le 01.08.2004. Précision de la durée d'immersion dans le bain marie, de la température du bain. Léger réchauffage des moules. Rectification de la surface. Mise en température d'essai durant 90 ± 5 min. Durée de 150 ± 10 min. entre remplissage des moules et début d'essai. Autres conditions d'essais possibles : température différente pour rupture prématurée.

Version n° 2 - SN 671 747:1995, en vigueur dès 11.1995. La préparation, se réfère à SN 671 746a:1969 "Détermination de la ductilité". Se réfère aussi à SN 671 700a:1968 à "Prescriptions générales d'examen". Préparation de l'échantillon : Les opérations préliminaires qui ne changent pas les qualités du liant hydrocarboné sont seules admises. Ainsi le liant sera réchauffé, sous contrôle exact de sa température, seulement jusqu'à ce que le degré de liquéfaction absolument nécessaire soit atteint. L'échantillon de laboratoire sera réchauffé pendant 90 minutes au maximum. La température n'excédera pas 180°C et ne s'élèvera pas à plus de 110°C au-dessus du point de ramollissement anneau et bille du liant. Pas de préchauffage des moules. Repos 30 min à température ambiante puis 30 min à température d'essai. Rectification de la surface. Mise en température d'essai durant 90 min.

Version n° 1 - PR SN 671 400, en vigueur dès 04.1993 "Bitumes modifiés avec des polymères (BMP) pour revêtements". L'essai de recouvrance élastique se réfère à : TL-PmB 91 Technische Lieferbedingungen für Polymermodifizierte Bitumen in Asphaltchichten im Heissenbau. Pas de valeur de fidélité établie.

4.6 Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité - SN EN 13589

Cette norme prescrit une méthode permettant de déterminer les caractéristiques de traction d'un liant bitumineux non vieilli, vieilli, récupéré ou résiduel, en particulier celles des bitumes modifiés par des polymères, au moyen d'un essai de force-ductilité. L'énergie mécanique fournie à une éprouvette pendant l'essai de force-ductilité est un critère permettant d'évaluer la qualité de ces matériaux.

Tab. 8 Historique – Force ductilité PmB selon SN EN 13398 - 13703

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Valeur déterminante	Fidélité			
				Ecart entre 3 éch. [J/cm²]	Répétabilité E*0.2–0.4 < 1.0 > 1.0 [J/cm²]		Reproductibilité E*0.2–0.4 < 1.0 > 1.0 [J/cm²]	
5	EN 13589-:2018	SN EN 13589:2018	2019-04-30	-	0.11	8%	0.39	33%
4	EN 13589-:2018	SN EN 13589:2018	2018-12-31	-	0.11	8%	0.39	33%
3	EN 13589-:2008 EN 13703-:2003	SN 670 548:2012 SN 670 549:2004	2015-08-01 2004-08-01	-	0.11	8%	0.39	33%

2	EN 13589-:2003 EN 13703-:2003	SN 670 548a:2004 SN 670 549:2004	2004-08-01 2004-08-01	-	0.11	8%	0.39	33%
1	-	SN 670 548:2001	2001-06	-	0.6		-	

Version n° 5 – SN EN 13589-:2019, en vigueur dès le 30.04.2019. Identique à la version précédente (aucune modification de conditions d'essai).

Version n° 4 - EN 13589-:2018, SN EN 13589:2018, en vigueur dès le 31.12.2018. Une seule norme intègre les conditions d'essai et la détermination de l'énergie. Remplacement du terme "énergie conventionnelle" par le terme "énergie de cohésion". Préparation selon SN EN 12594. Le délai maximal autorisé entre la préparation des échantillons et les essais ne doit pas dépasser 4 h. Effectuer l'essai avec au moins 3 éprouvettes. Ecart de 3 essais pour valeur déterminante (aucun).

Version n° 3 - EN 13589-:2008 et EN 13703-:2003, SN 670 548:2012 et SN 670 549:2004, en vigueur dès le 01.08.2015. Tolérances des moules d'essai partiellement adaptées selon ASTM D113, d'autres températures sont possibles pour des types de bitumes particuliers, mous, PmB. Effectuer l'essai éprouvette par éprouvette (si le système le permet, plusieurs échantillons peuvent être testé simultanément).

Version n° 2 - EN 13589-:2003 et EN 13703-:2003, SN 670 548a:2004 et SN 670 549:2004, en vigueur dès le 01.08.2004. Norme séparée pour détermination de l'énergie. Préparation selon SN EN 12594. Préchauffer les moules selon EN 13398 "Ductilité" (léger réchauffement). Placer les moules contenant les éprouvettes dans le bain d'eau maintenu à la température d'essai pendant au moins 1 h, mais pas plus de 1 h 30 min, avant de procéder à l'essai. L'essai doit être effectué le même jour. Effectuer l'essai éprouvette par éprouvette.

Version n° 1 - SN 670 548:2001, en vigueur dès 06.2001. La norme SN se réfère à ASTM D6084:1997. Préparation selon SN EN 12594. Pas d'information concernant le préchauffage des moules. Repos-refroidissement = 60 min à température ambiante. Rectification de la surface. Mise en température d'essai = 90 ± 10 min. Effectuer l'essai le jour même.

4.7 Point de fragilité Fraass - SN EN 12593

Cette norme spécifie une méthode de détermination du point de fragilité Fraass qui fournit une mesure de la fragilité des bitumes et des liants bitumineux à basse température.

Tab. 9 Historique – Fraass selon SN EN 12593

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Valeur déterminante	Fidélité	
				Ecart entre échantillons [°C]	Répétabilité r [°C]	Reproductibilité R [°C]
5	EN 12593:2016	SN 670 507:2016	2016-03-31	Diagramme de flux	3	6
4	EN 12593:2007	SN 670 507:2007	2007-08	≤ 3	3	6
3	EN 12593:1999	SN 670 500-2:2000	2000-06	≤ 2	3	6
2	-	SN 671 755a:1969	1969-05	≤ 4	4	6
1	-	SN 71 755:1954	1954-01	-	-	-

Version n° 5 - EN 12593:2016 et SN 670 507:2016, en vigueur dès le 31.03.2016 : La norme a été révisée du fait de la référence normative aux thermomètres à mercure. Les modifications impactent principalement le texte du 5.3.3 et l'Annexe A est désormais informative ; la préparation de l'échantillon avec la presse a été supprimée et la durée maximale de 10 min pour la préparation de l'échantillon est désormais dans le texte normatif. L'explication relative à la détermination du point de fragilité Fraass des articles 7.3 et 7.4 de la version précédente de la norme sont désormais dans les articles 7.3 et dans un diagramme en figure 7. Ecart entre essais, selon diagramme de flux. Pas de distinction pour PmB.

Version n° 4 - EN 12593:2007 et SN 670 507:2007, en vigueur dès 08.2007. Précision balance ± 5 mg. Quantité de bitume imposée de 410 ± 10 mg (densité supprimée). Ecart max entre 2 valeurs = 3°C au lieu de 2°C . Préparation selon EN 12594 et EN 1425. La plaque aimantée doit ensuite être placée sur le plan métallique chauffant qui est réglé à une température n'excédant pas de plus de 80°C le point de ramollissement Bille et Anneau du liant bitumineux. Pour les bitumes modifiés par des polymères, la température ne peut pas dépasser 200°C quel que soit le point de ramollissement. Dans le cas de liants ayant un point de ramollissement Bille et Anneau supérieur à 100°C , utiliser la procédure avec la presse. Solvant de dégraissage des plaquettes adapté, les solvants tels que l'acétone, le cyclohexane ou le chlorure de méthylène peuvent être utilisés. Pas de distinction pour PmB.

Version n° 3 - EN 12593:1999 et SN 670 500-2:2000, en vigueur dès 06.2000. Pour les bitumes durs à point de ramollissement bille et anneau supérieur à 100°C , l'application de la substance sur les plaques d'acier pour la fabrication des éprouvettes est réalisée au moyen d'une presse. L'appareillage manuel peut être remplacé par un appareillage semi-automatique ou automatique. Thermomètre à colonne de mercure = référence mais peut être remplacé par d'autres systèmes avec prise en compte de la différence de réponse thermique. Préparation selon EN 12594 et EN 1425. Solvant de dégraissage des plaquettes adapté, acétone ou chlorure de méthylène. Volume de bitume équivalent de $0.40 \times \rho_{25^{\circ}\text{C}} \pm 0.01\text{g}$. Durée de préparation maximale 10 min. Rectification de la surface avec une flamme, sans surchauffe. Pas de distinction pour PmB.

Version n° 2 - SN 671 755a:1969, en vigueur dès 05.1969. Appareillage manuel : pas d'informations pour appareil semi-automatique et automatique. Thermomètre normalisé IP42C selon SN 671 702. Chauffer le liant à la viscosité permettant une bonne répartition du liant. Utiliser un solvant pour dégraisser les plaquettes. Rectification rapide de la surface du liant avec une flamme. Temps de repos et refroidissement de 30 min à 240°C , avant essai. Pas de distinction pour PmB.

Version n° 1 – SN 71 755:1954 valable dès 01.1954.

4.8 Viscosité dynamique cône et plateau- SN EN 13702

Cette méthode permet de déterminer la viscosité dynamique d'un liant bitumineux sur une plage de températures, au moyen d'un viscosimètre à cône et plateau. La méthode d'essai est applicable à tous les liants bitumineux (bitume routier et bitume modifié par des polymères par exemple), avant ou après vieillissement. Elle est également applicable pour les liants bitumineux récupérés, conformément aux normes EN 12697-3 et EN 12697-4, avec peu ou pas de filler (fines).

La mesure de la viscosité dynamique permet, d'autre part, de fixer les domaines de températures de mise en œuvre, que ce soit pour le pompage, l'enrobage ou l'épandage.

Note : Cette méthode présente l'avantage de ne nécessiter qu'un très petit échantillon et d'être rapide, en particulier en ce qui concerne le conditionnement thermique de l'échantillon. Contrairement aux bitumes purs spécifiés par la pénétrabilité, les bitumes modifiés par des polymères (PmB) peuvent ne pas décrire une ligne droite sur le diagramme de Heukelom. En conséquence, pour obtenir des informations sur la

susceptibilité à la température des PmB, il est recommandé de mesurer leur viscosité à différentes températures.

Tab. 10 Historique – Viscosité dynamique cône et plateau selon SN EN 13702

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Fidélité	
				Répétabilité r [%]	Reproductibilité R [%]
4	EN 13702:2018	SN EN 13702:2018	2019-09-30	5	15
3	EN 13702:2010	SN 670 551a	2011-02-01	5	15
2	EN 13702-1:2003	SN 670 551-1	2004-08-01	5	15
1	-	SN 671 722a	1985-02	±10	±15

Version n° 4 - EN 13702:2018 et SN EN 13702 :2018, en vigueur dès le 30.09.2019. Le domaine d'application et le titre de la méthode d'essai ont été modifiés de façon à couvrir les liants bitumineux et non plus seulement les liants modifiés; les exigences relatives à l'absence de filler (fines) dans l'échantillon ont été supprimées. Le but n'est pas d'utiliser cette méthode pour les mortiers bitumineux mais de faire en sorte qu'elle soit applicable aux liants bitumineux récupérés à partir d'enrobés bitumineux; la méthode d'essai a été changée en une méthode d'essai plus générale qui référence les conditions à 60 °C, 100 °C et 150 °C, à titre d'exemples.

Version n° 3 - EN 13702:2010 et SN 670 551-1, en vigueur dès le 01.02.2011. Concerne uniquement la méthode cône et plateau, ne comporte aucune modification. La méthode au viscosimètre tournant est spécifiée dans la nouvelle norme EN 13302 :2010.

Version n° 2 - EN 13702-1:2003 et SN 670 551a, en vigueur dès le 01.08.2004. Le viscosimètre à cône et plateau doit présenter les caractéristiques minimales suivantes : intervalle de taux de cisaillement : $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ à $5 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$; intervalle de viscosités : $5 \times 10^{-2} \text{ Pa.s}$ à 10^5 Pa.s ; intervalle de températures : 60 °C à 150 °C; la température de l'échantillon doit être maintenue à $\pm 0.5 \text{ °C}$ près jusqu'à 100 °C et à $\pm 1.0 \text{ °C}$ au-dessus de 100 °C. Effectuer la 1^{ère} mesure à la température la plus basse. Il est recommandé que l'échantillon ne contienne aucune charge solide.

Version n° 1 – SN 671 722a en vigueur dès 1985-02. Remarque : pas de norme spécifique à la viscosité dynamique cône et plateau mais il est également possible de déterminer la viscosité dynamique d'un liant hydrocarboné ou d'un enduit d'apprêt à l'aide d'un viscosimètre à plan glissant ou d'un viscosimètre cône et plaque. Cependant, les prescriptions de qualité de ces matériaux se réfèrent aux valeurs de la viscosité dynamique déterminées au moyen du viscosimètre à rotation.

4.9 Viscosité dynamique au viscosimètre tournant - SN EN 13302

Cette norme prescrit une méthode de détermination de la viscosité dynamique de différents liants bitumineux modifiés et non-modifiés, d'émulsions bitumineuses, de liants fluidifiés et fluxés au moyen d'un viscosimètre à mobile tournant (viscosimètre coaxial). Des températures de référence sont citées dans la présente norme, cependant la viscosité dynamique peut être mesurée à d'autres températures si cela est exigé. De manière analogue, les mesures à des valeurs de référence de cisaillement peuvent être remplacées ou complétées par des mesures à des taux de cisaillement différents si cela est exigé. La méthode d'essai est applicable à tous les liants bitumineux (bitume routier et bitume modifié par des polymères par exemple), avant ou après vieillissement. Elle est également applicable pour les liants bitumineux récupérés, conformément aux normes EN 12697-3 et EN 12697-4, avec peu ou pas de filler (fines).

La mesure de la viscosité dynamique permet, d'autre part, de fixer les domaines de températures de mise en œuvre, que ce soit pour le pompage, l'enrobage ou l'épandage.

Tab. 11 Historique – Viscosité dynamique au viscosimètre tournant selon SN EN 13702

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Fidélité	
				Répétabilité r [%]	Reproductibilité R [%]
5	EN 13302:2018	SN EN 13302	2019-04-30	3.5	12
4	EN 13302:2010	SN 670 542	2010-08-01	5	15
3	EN 13702-2:2003	SN 670 551-2	2004-08-01	5	15
2	-	SN 671 722a	1985-02	±10	±15
1	-	SN 671 722	1975-10	±10	±15

Version n° 5 - EN 13702:2010, SN EN 13702 en vigueur dès le 30.04.2019. Les conditions d'essais concernent les liants bitumineux modifiés et non-modifiés, les émulsions bitumineuses, les liants fluidifiés et fluxés. Les températures d'essai usuelles sont: 40°C pour les émulsions bitumineuses, 60°C à 90°C pour les bitumes fluidifiés et fluxés, 60°C à 200°C pour les bitumes routiers ou les bitumes modifiés par des polymères, 90°C à 230°C pour les bitumes oxydés.

Version n° 4 - EN 13702:2010, SN 670 542 en vigueur dès le 01.08.2010. La gamme de température est de 40 à 200°C et pour les bitumes oxydés de 40 à 230°C. La gamme de taux de cisaillement est de 1 s⁻¹ à 10⁴ s⁻¹. La gamme de viscosités dynamiques de 10⁻² Pa.s à 10⁶ Pa.s.

Version n° 3 - EN 13702-2:2003, SN 670 551-2 en vigueur dès le 01.08.2004. Bien que la méthode ait été développée pour les liants modifiés, elle est également applicable pour d'autres liants bitumineux. Les températures pour la détermination de la viscosité sont 60, 100 et 150°C. Le viscosimètre à cylindres coaxiaux doit présenter les caractéristiques minimales suivantes : intervalle de taux de cisaillement : 1 s⁻¹ à 10⁴ s⁻¹; intervalle de viscosités : 10⁻¹ Pa.s à 10⁶ Pa.s; intervalle de températures : 60°C à 150°C; la température de l'échantillon doit être maintenue à ± 0.5 °C près jusqu'à 100°C et à ± 1.0°C au-dessus de 100°C. Effectuer la 1ère mesure à la température la plus haute. Il est recommandé que l'échantillon ne contienne aucune charge solide.

Version n° 2 – SN 671 722a en vigueur dès 02.1985. Les conditions d'essai sont adaptées en fonction des types de bitumes : Bitumes et bitumes-goudron, 60°C 1 s⁻¹ – 130°C 100 s⁻¹; Cutbacks, 30°C 5 s⁻¹ – 60°C 100 s⁻¹; Bitumes-laque, 30°C 500 s⁻¹; Emulsions 50...60, 20°C 500 s⁻¹; Emulsions 70, 60°C 500 s⁻¹; Enduits d'apprêt, 5 et 20°C 10 s⁻¹ et 700 s⁻¹.

Version n° 1 – SN 671 722 en vigueur dès 10.1975. Pas de distinction entre liants purs et liants PmB. Températures d'essai et domaine de cisaillement : 60°C 10⁻¹ s⁻¹...1 s⁻¹; 130°C 10 s⁻¹...100 s⁻¹.

4.10 Enrobés - Préparation des échantillons d'essai pour récupération du liant

Dans le cadre des essais croisés réalisés en Suisse, les enrobés transmis subissent toujours un réchauffage pour être analysés. Le réchauffage d'un enrobé froid peut modifier les caractéristiques du liant à récupérer si les conditions ne sont pas adaptées. Les normes EN ne traite pas spécifiquement des conditions de réchauffage d'un enrobé

froid. Deux normes EN spécifient les températures de traitement des enrobés malaxés en laboratoire ou prélevés en centrale. La norme "Malaxage en laboratoire", EN 12697-35 et la norme EN 12697-30, "Confection d'éprouvettes par compacteur à impacts", dans ce cas, la masse d'enrobé spécifiée est d'environ 5 à 6 kg (4 éprouvettes Marshall). Les autres essais avec une masse d'enrobé plus importante ne sont pas répertoriés. Il est simplement spécifié que : Après malaxage, le mélange bitumineux est prêt à être utilisé dans le cadre d'une méthode d'essai requise.

En Suisse, de 1972 à 2004, les normes SN 671 969 (versions a, b, c) précisaient les conditions de compactage et réchauffage pour mélanges préparés en laboratoires, enrobés prélevés chauds, enrobés refroidis avec des conditionnements particuliers de l'enrobé pour : préparation, réchauffage, utilisation de four traditionnel et/ou micro-ondes, température de compactage, etc. Avec l'entrée en vigueur de la norme EN 12697-30 en 2004, ces recommandations ont été abandonnées.

Dans le cadre des essais interlaboratoires traités dans cette recherche, les températures de réchauffage de l'enrobé, pour quartage, ont été imposées dans la majorité des cas (environ 30 °C en dessous de la température de compactage).

Tab. 12 Historique – Confection d'éprouvettes par compacteur à impacts selon SN EN 12697-30

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès
8	EN 12697-30:2018	SN EN 12697-30:2020	2020-08-31
7	EN 12697-30:2012	SN 670 430:2015	2015-09-30
6	EN 12697-30:2004 + A1:2007	SN 670 430:2004	-
5	EN 12697-30:2004	SN 670 430:2004	2004-12
4	-	SN 671 969c:2001	2001-10
3	-	SN 671 969b:1976	1976-04
2	-	SN 671 969a:1972	1972-03
1	-	SN 671 969	-

Version n° 8 – SN EN 12697-30 :2020, en vigueur dès 31.08.2020. Les températures de compactage appliquées en Suisse sont :

Bitumes routiers selon SN EN 12591 : 50/70 (CH), 70/100 (CH), 100/150 (CH): 145 ± 5°C
 Bitumes routiers de grade dur selon SN EN 13924 : 10/20 (CH) et 15/25 (CH): 175 ± 5°C
 Bitumes modifiés par des polymères selon SN EN 14023 : PmB 10/40-60 (CH-C) et PmB 10/40-70 (CH-E): 175 ± 5°C. Autres PmB: 155 ± 5°C. Pour les enrobés bitumineux tièdes ou froids les températures seront données par le producteur (pour ce type d'enrobé, pas d'incidence significative sur le vieillissement).

Version n° 7 - EN 12697-30 :2012, SN 670 430 en vigueur dès 30.09.2015. Paramètres importants : réduction de la durée de stockage des échantillons à température élevée, 1h max; suppression de la température limite supérieure uniforme de 130 °C, pour ne laisser que la température de référence de l'EN 12697-35. Les températures de compactage appliquées en Suisse figurent dans les tableaux 1 et 2 de la norme.

Version n° 6 - EN 12697-30:2004 + A1:2007, SN 670 430. Modifications rédactionnelles, révision limitée portant sur le principal point suivant : description du plateau dans l'article relatif à l'appareillage.

Version n° 5 - EN 12697-30:2004, SN 670 430 en vigueur dès 12.2004. Selon SN EN = 2 températures de compactage, 135 et 155°C, se réfère aussi à 12697-35 - Malaxage en laboratoire. Les recommandations de réchauffage sont abandonnées! Dans EN = si spécifié, conditionnement durant max 3h à 130°C puis porté promptement à température de compactage. Pas d'information pour le réchauffage.

Version n° 4 - SN 671 969c:2001 en vigueur dès 10.2001. Paramètres importants : Norme SN précise les conditions particulières de conditionnement de l'enrobé, préparation, réchauffage, utilisation four traditionnel et/ou micro-ondes, température de compactage, etc. Quartage avec réchauffage. Réchauffage en étuve. Réchauffer l'échantillon de laboratoire dans un récipient fermé à une température suffisante pour quarter selon valeurs indicatives du tableau 1. La température maximale dans l'étuve correspondant à la température du mélange prescrite selon le tableau 1 et le temps de 3 heures ne doivent pas être dépassés. La température est contrôlée dans le mélange. L'échantillon de laboratoire réchauffé est homogénéisé manuellement et quarté selon point 9, puis se référer au point 14. Réchauffage au four à micro-ondes. Réchauffer l'échantillon de laboratoire jusqu'à environ 100 °C, puis poursuivre le réchauffage en contrôlant la température de minute en minute jusqu'à obtention de la température de quartage. L'échantillon de laboratoire réchauffé est homogénéisé manuellement et quarté selon point 9, puis se référer au point 14. Répétition du réchauffage pour quartage. Lorsque le mélange est réchauffé plus d'une fois pour le quartage, cette procédure doit être mentionnée dans le procès-verbal d'essai.

Version n° 3 - SN 671 969b:1976 en vigueur dès 04.1976. Paramètres importants : Norme SN précise les conditions de compactage et réchauffage pour mélanges préparés en laboratoires, enrobés prélevés chauds, enrobés refroidis : Réchauffer les enrobés froids dans une étuve à environ 30°C au-dessous de la température de malaxage, seulement jusqu'à ce qu'il soit possible de les diviser en portions d'environ 1200 g. Réchauffer alors chaque portion pendant 1 heure dans l'étuve dont la température doit être choisie de façon que, lors du compactage, la température prescrite dans le tableau 1 soit respectée. A cet effet, la température de l'enrobé après le temps de réchauffage doit être, dans la règle, supérieure de 5°C à la température de compactage prescrite. Il n'est pas permis de réchauffer plusieurs fois les enrobés.

Version n° 2 – SN 671 969a valable dès 03.1972.

Version n° 1 – SN 671 969

Tab. 13 Historique – Malaxage en laboratoire selon SN EN 12697-35

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS valable dès
3	EN 12697-35:2016	SN EN 12697-35:2018	2018-06-30
2	EN 12697-35:2004 + A1:2007	SN 670 435a:2008	2008-08-01
1	EN 12697-35:2004	SN 670 435:2004	2005-01-01

Version n° 3 - EN 12697-35:2016 SN EN 12697-35:2018 en vigueur dès le 30.06.2018. Paramètres importants : EN = Conditions de compactage Marshall particulières selon SN EN 12697-30 Confection d'éprouvettes par compacteur à impact. NOTE : La température de consigne de mélange en laboratoire correspond généralement à la température à laquelle le liant affiche une viscosité dynamique de 0.17 ± 0.02 Pa.s. NOTE : Une fois le processus de malaxage terminé, le mélange bitumineux peut être utilisé dans le cadre d'une procédure d'essai, le cas échéant.

Version n° 2 - EN 12697-35:2004+ A1:2007 SN 670 435a:2008 en vigueur dès le 01.08.2008. Paramètres importants : SN pas de conditions particulières. EN = Température de malaxage de référence selon type de liant (max +20°C), conditions pour

PmB définies par le fournisseur. NOTE : Après malaxage, le mélange bitumineux est prêt à être utilisé dans le cadre d'une méthode d'essai requise.

Version n° 1 - EN 12697-35:2004 SN 670 435:2004 en vigueur dès le 01.01.2005. Paramètres importants : Selon SN EN = SN pas de conditions particulières. EN = Température de malaxage de référence selon type de liant (max +20°C), conditions pour PmB définies par le fournisseur. NOTE : Après malaxage, le mélange bitumineux est prêt à être utilisé dans le cadre d'une méthode d'essai requise.

4.11 Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif - SN EN 12697-3

La norme EN décrit une méthode d'essai permettant de récupérer du bitume soluble de mélanges bitumineux utilisés sur les routes, les terrains d'aviation ou chaussées similaires sous une forme se prêtant à des essais complémentaires. L'essai peut être réalisé sur des matériaux enrobés foisonnés ou compactés. La procédure convient uniquement à la récupération de bitumes routiers de grades usuels, pour lesquels cette norme est une méthode de référence. La méthode à la colonne à distiller (voir EN 12697-4) est la méthode de référence pour les mélanges qui contiennent des produits volatils tels que les fluxants. Pour la récupération des bitumes modifiés par des polymères, la méthode à l'évaporateur rotatif est recommandée.

En Suisse cette norme fait l'objet d'une annexe nationale intégrée à la norme SN EN 12697-3. Cette norme concerne les enrobés bitumineux. Il est également recommandé d'appliquer cette méthode d'essai pour les liants modifiés avec des additifs, comme par exemple les cires. Toutes informations complémentaires fournies par le fournisseur doivent être respectées.

L'annexe nationale précise, avec l'avant-propos national, les conditions d'essai applicable en Suisse afin que différents laboratoires obtiennent des résultats comparables.

La SN EN 12697-3:2013+A1:2018-12 décrit une méthode de récupération du liant soluble contenu dans un enrobé bitumineux. Ce liant récupéré est destiné à des essais complémentaires. Il s'agit de la méthode de référence.

Tab. 14 Historique – Extraction des bitumes selon SN EN 12697-3

Version N°	Référence EN	Référence SN	VSS Valable dès	Fidélité			
				Pénétrabilité [0.1 mm]		A&B [°C]	
				Répé- tabilité r	Reproduc- -tabilité R	Répé- tabilité r	Reproduc- -tabilité R
6	EN 12697-3:2013+A1:2018-12	SN EN 12697-3:2013+A1:2018-12	2020-08-31	0.1 x	0.27 x	1.9	3.4
5	EN 12697-3:2013	SN 670 403-NA:2015	2015-03-31	0.1 x	0.27 x	1.9	3.4
4	EN 12697-3:2005	SN 670 403a-NA:2008	2008-02-01	0.1 x	0.27 x	1.9	3.4
3	EN 12697-3:2000	SN 670 403:2001	2001-04	0.1 x	0.27 x	1.9	3.4
2	-	SN 670 510:1992	1992-11	-		-	
1		SN 670 860:1992	1992-11	-		-	

Version n° 6 – La norme SN EN 12697-3 :2013+A1:2018, en vigueur dès le 31.08.2020, reproduit intégralement la norme EN mais avec intégration des paramètres importants

propre aux conditions suisses figurant dans l'ancienne Annexe nationale. Cette nouvelle version EN apporte quelques modifications et précisions qui n'ont pas d'influence sur les conditions suisses.

Version n° 5 – EN 12697-3 :2013 SN 670 403a-NA:2015, en vigueur dès le 31.03.2015. L'annexe nationale SN 670 403a-NA:2015 précise tous les paramètres d'essai imposés du procédé. Pour les bitumes contenant de la cire, il est recommandé d'utiliser du trichloréthylène. Solvants imposés = toluène pur ou trichloréthylène.

Version n° 4 – EN 12697-3 :2005 SN 670 403a-NA:2008, en vigueur dès le 01.02.2008. La méthode Suisse (paramètres bloqués) donne des résultats fiables. L'annexe nationale SN 670 403a-NA:2008 précise tous les paramètres d'essai imposés du procédé : Solvant imposé = toluène pur. Température du bain d'huile = $145 \pm 1^\circ\text{C}$. Vitesse de rotation = $65 + 5 \text{ tr/min}$. Masse de bitume résiduelle située entre 120...150 g. Ballon rotatif 1000 ml (forme poire). Ballon récepteur 500 ml (rond). Phase 1: Distillation grossière du solvant, pression finale 40...50 kPa puis réduire progressivement la pression durant 2 minutes à $1.9 \pm 0.1 \text{ kPa}$. Phase 2 : Phase finale de la distillation, pression $1.9 \pm 0.1 \text{ kPa}$ durant 20 min $\pm 30 \text{ sec}$. Puis verser immédiatement le liant récupéré dans des moules et des récipients destinés à des essais ultérieurs. En présence de bitume très visqueux, il peut être nécessaire d'augmenter la température du bitume en fin d'essai.

Version n° 3 – EN 12697-3 SN 670 403-:2001, en vigueur dès 04.2001. Remarque, l'EN 12697-3 remplace la SN 670 510:1992. Elle est la méthode de référence. Cependant les lacunes de cette méthode ont été démontrées ayant pour effet une révision de l'EN. Par conséquent, la méthode utilisée dans les laboratoires peut être appliquée pour autant que sa fiabilité soit démontrée par des essais comparatifs ou des essais croisés. Il est recommandé d'employer le toluène habituellement utilisé en Suisse.

Version n° 2 - SN 670 510:1992, en vigueur dès 11.1992. Modification de n° de norme. Contenu identique à la norme SN 671 860:1992.

Version n° 1 - SN 670 860:1992, en vigueur dès 11.1992. Cette norme a été élaborée sur la base du rapport de recherche no 154 de décembre 1987 "Récupération des liants dans les enrobés bitumineux", (Dr. E. Fetz et C. Grimm, Pratteln). Paramètres principaux du procédé : Solvant imposé = toluène pur. Température du bain d'huile = $145 \pm 1^\circ\text{C}$. Vitesse de rotation = $60 + 5 \text{ tr/min}$. Masse de bitume résiduelle située entre 120...150 g. Ballon rotatif 1000 ml (forme poire). Ballon récepteur 500 ml (rond). Phase 1: Distillation grossière du solvant, pression finale 400...500 mbar puis réduire progressivement la pression durant 2 minutes à $19 \pm 1.0 \text{ mbar}$. Phase 2 : Phase finale de la distillation, pression $19 \pm 1.0 \text{ mbar}$ durant 20 min $\pm 30 \text{ sec}$. Puis verser immédiatement le liant récupéré dans des moules et des récipients destinés à des essais ultérieurs.

4.12 Conclusion partielle

On peut regrouper les normes d'essais analysées dans le chapitre 4 "Historique et traçabilité des normes d'essai", en 2 groupes principaux. Il faut aussi distinguer la période avant 1999 qui concerne principalement des normes suisses et/ou faisant référence à des procédures existantes, principalement ASTM et DIN, de la période dès 1999 qui correspond à l'introduction des premières normes EN en Suisse.

Le 1^{er} groupe comprend la préparation et l'analyse des bitumes de base avec les essais traditionnels se référant aux normes suivantes :

- Préparation des échantillons d'essai selon SN EN 12594
- Pénétrabilité à l'aiguille selon SN EN 1426
- Point de ramollissement anneau et bille selon SN EN 1427
- Retour élastique des PmB selon SN EN 13398

- Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité selon SN EN 13589
- Point de fragilité Fraass selon SN EN 12593
- Viscosité dynamique cône et plateau selon SN EN 13702
- Viscosité dynamique au viscosimètre tournant selon SN EN 13302

L'analyse des méthodes intégrées dans le 1^{er} groupe a mené aux constatations suivantes :

Pour les essais sur bitumes, les 1^{ères} normes suisses sont entrées en vigueur dans les années proches de 1954. Elles se basent, pour la majorité sur les normes ASTM et DIN avec une adaptation aux conditions suisses. On remarque principalement des valeurs de fidélité relativement larges lorsqu'elles sont proposées, cela en raison du peu de résultats d'essais interlaboratoires disponibles. Certains essais ne proposaient aucune valeur de fidélité. L'introduction des normes EN a permis d'harmoniser les méthodes, de préciser principalement : le type d'appareillage utilisé, les conditions de préparation et de conservation des échantillons, le mode opératoire, le contenu du rapport d'essai.

Suite à l'organisation d'essais interlaboratoires, réalisés dans le cadre de la normalisation CEN, dans les années 1995 à 1997, les exigences de fidélité ont été réactualisées avec des valeurs, en général plus exigeantes. Ces valeurs de fidélité n'ont en général plus été révisées depuis leur introduction par le CEN. Il est important de souligner que les types de bitumes ont passablement évolués durant ces 20 années et cela est significatif, en particulier pour les bitumes PmB. La composition générique, l'état physico-chimique, le comportement viscoélastique, la stabilité, etc. peuvent avoir une incidence sur les valeurs de fidélité. De nouvelles classes et de nouveaux types de bitumes ont été intégrés aux normes produits.

Le 2^{ème} groupe comprend la préparation, le réchauffage des échantillons d'enrobés utilisés pour la récupération du liant et de l'essai d'extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif selon SN EN 12697-3 :

- Confection d'éprouvettes par compacteur à impacts selon SN EN 12697-30
- Malaxage en laboratoire selon SN EN 12697-35
- Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif selon SN EN 12697-3

Pour le 2^{ème} groupe, les constatations suivantes peuvent être relevées :

Les informations proposées par les normes EN sont relativement précises mais elles spécifient principalement les températures de fabrication de l'enrobé, dépendantes du grade du liant et de sa viscosité. Cela concerne des enrobés neufs fraîchement malaxés en laboratoire, prélevés in situ ou au poste d'enrobage. Les normes EN ne spécifient pas de conditions particulières pour le réchauffage d'enrobés froids conditionnés en vrac ou provenant d'échantillons carottés, ce cas n'étant pas prévu. En Suisse la majorité des récupérations de liant est réalisée sur des enrobés froids, réchauffés en étuve ou au four micro-ondes. Les anciennes normes suisses précisaient clairement le traitement thermique car l'histoire thermique est un paramètre important qui peut générer des différences de vieillissement du liant avec un effet sur les caractéristiques rhéologiques du liant récupéré. Dans le cadre des essais interlaboratoires exploités dans le cadre de la présente recherche, la température de réchauffage a été imposée, les informations liées au type de réchauffage, à sa durée ont été renseignées. L'annexe nationale de la norme SN EN 12697-3 "Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif" précise les conditions d'essai applicables en Suisse afin que différents laboratoires obtiennent des résultats comparables en répétabilité et reproductibilité. Ces conditions d'essai se réfèrent à plusieurs mandats de recherche et à l'expérience acquise lors d'essais interlaboratoires Robin

5 Méthodologie statistique

Les formules présentées dans ce chapitre font référence à des grandeurs et des paramètres qui sont définis dans la norme ISO 5725-2. Le lecteur peut consulter ces définitions dans le glossaire.

5.1 Objectif et définitions

La mesure de grandeurs physiques associe systématiquement l'expression du résultat de la mesure avec l'incertitude correspondante.

L'incertitude de mesure permet d'appréhender l'ampleur de la variabilité du résultat admise comme étant acceptable, et permet entre autre de contrôler la plausibilité du résultat et la maîtrise du processus de mesure ou de réalisation de l'essai selon les normes en vigueur. Il s'agit d'un moyen efficace pour détecter les éventuelles dérives dans la mise en œuvre de la méthodologie de l'essai et dans la chaîne de mesure.

La connaissance pour un essai donné de ce qui est considéré comme une variabilité 'normale', permet de juger de l'importance de l'écart entre les mesures de deux laboratoires sur le même produit. L'écart observé, rapporté à la variabilité de la mesure, permet de déterminer statistiquement si les deux laboratoires ont fourni des résultats comparables ou contradictoires.

Le concept de variabilité 'normale' ou 'courante' est appréhendé dans le domaine pratique par les grandeurs statistiques suivante :

- Reproductibilité : Exprimant la variabilité interlaboratoires ;
- Répétabilité : Exprimant la variabilité intralaboratoire.

La détermination des valeurs de reproductibilité (R) et de répétabilité (r) associées à une méthode d'essai est en principe de la responsabilité d'organismes de normalisation du domaine concerné. Il s'agit pour la Suisse d'organismes nationaux (par exemple VSS, SAS) qui se basent sur les activités des associations de laboratoires accrédités (par exemple les associations ROBIN, ALA). Au niveau européen, le CEN joue le rôle de l'organisme de supervision supranational qui rassemble et exploite les résultats issus de ses associations membres nationales.

La norme ISO 5725-2 décrit la méthodologie statistique préconisée pour la détermination des valeurs de reproductibilité et de répétabilité, désignées ensemble par le terme de 'limites de fidélité'. L'objectif est de déterminer pour chaque essai la moyenne et les écarts-types de répétabilité σ_r et de reproductibilité σ_R des résultats de l'essai.

Pour être en conformité avec ISO 5725-2, il convient d'éliminer les valeurs aberrantes au moyen des tests statistiques de cohérence de Mandel k, Mandel h ainsi que des tests d'exclusion de Cochran et Grubbs. Les valeurs critiques appliquées correspondent à une distribution normale selon la loi de Student. Dans le cadre de cette recherche les valeurs de fidélité, limite de répétabilité r et limite de reproductibilité R sont déterminées avec le facteur de 2.77 ($1.962 \cdot \sqrt{2}$) soit pour un niveau de confiance de 95%.

Dans la pratique statistique, lorsque la valeur vraie d'un écart-type, σ , n'est pas connue et qu'elle est remplacée par une estimation basée sur un échantillon, le symbole σ est alors remplacé par s pour signaler qu'il s'agit d'une estimation, d'où les symboles suivants:

- s_L^2 désigne l'estimation de la variance interlaboratoires;
- s_w^2 désigne l'estimation de la variance intralaboratoire;

— sr^2 est la moyenne arithmétique de sw^2 et désigne l'estimation de la variance de répétabilité. Cette moyenne arithmétique est calculée en tenant compte de tous les laboratoires participant à l'expérience d'exactitude, et après avoir exclus les valeurs aberrantes;

— sr^2 désigne l'estimation de la variance de reproductibilité:

$$SR^2 = SL^2 + sr^2$$

Les statisticiens proposent un ensemble de tests statistiques permettant l'exclusion des valeurs aberrantes selon une méthodologie objective et homogène. Les tests statistiques les plus utilisés sont mentionnés dans les normes ISO 5725-1 et ISO 5725-2, et décrits brièvement dans ce qui suit.

Diagramme de cause à effet

Diagramme général simplifié, de cause à effets (type Ishikawa) indiquant les différentes phases et paramètres ayant une potentielle incidence sur le résultat de la mesure. L'exemple présenté est semblable pour tous les essais traités (à quelques détails près).

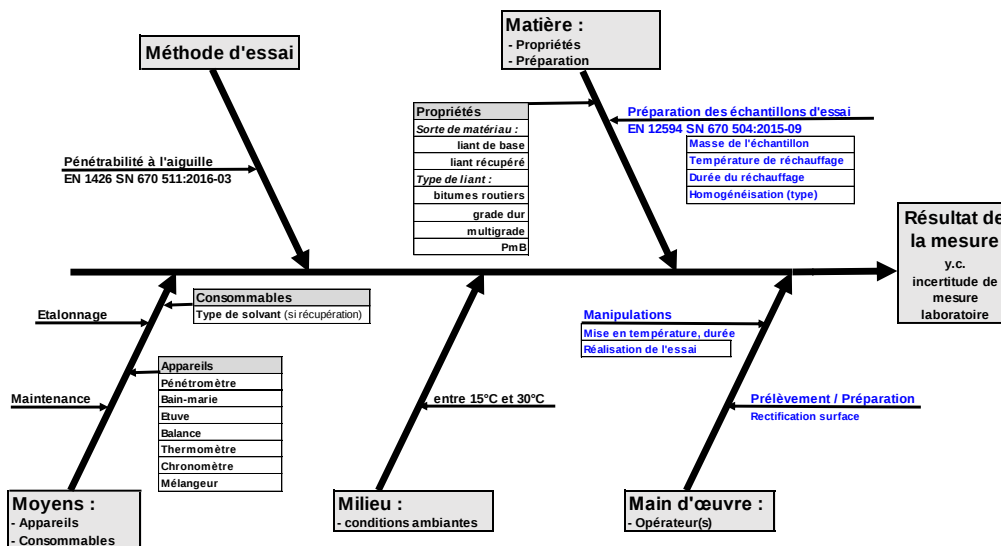


Fig. 2 Exemple diagramme général simplifié, de cause à effets pour essai de pénétrabilité à l'aiguille

Le paramètre «prélèvement» selon SN 670 501 EN 58 (échantillon : composite, divisé, de laboratoire, de couche, de courant principal, de courant périphérique, ponctuel, de surface, d'essai, de hauteur totale) et selon SN 670 427 EN 12697-27 (prélèvement élémentaire, échantillon : global, représentatif, ponctuel, de laboratoire) ainsi que de la masse de l'échantillon transmis au laboratoire ne sont pas intégrés dans la détermination de l'incertitude bien que leur incidence peut être très significative sur le résultat. En effet, ces tâches sont souvent réalisées par le client du laboratoire, et ce dernier ne maîtrise donc pas cette source d'incertitude.

Ces différentes analyses permettront d'uniformiser la qualité des données générées sur une longue période qui a vu une évolution des normes et des modes opératoires, en parallèle avec celui du fonctionnement même de l'association ROBIN

5.2 Test de Mandel k

Le test de Mandel k évalue la cohérence des mesures intralaboratoire de répétabilité au moyen d'une représentation graphique pour un niveau de confiance de 95% et de 99%.

La valeur de la statistique de Mandel k est donnée par la formule suivante :

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} \sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}}$$

L'examen des graphiques de k peut indiquer que des laboratoires spécifiques présentent des ensembles de résultats nettement différents des autres dans l'étude.

Les valeurs critiques sont dépendantes du nombre de laboratoires participants selon les indicateurs de la table de Mandel.

5.3 Test de Mandel h

Le test de Mandel h évalue la cohérence des mesures interlaboratoires de reproductibilité au moyen d'une représentation graphique pour un niveau de confiance de 95% et de 99%.

La valeur de la statistique de Mandel h est donnée par la formule suivante :

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j}{\sqrt{\frac{1}{p_j - 1} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2}}$$

L'examen des graphiques de h peut indiquer que des laboratoires spécifiques présentent des ensembles de résultats nettement différents des autres dans l'étude.

La statistique de cohérence interlaboratoires, h, est calculée pour chaque laboratoire, en divisant l'écart de la cellule (moyenne de cellule moins la moyenne générale pour ce niveau) par l'écart-type des moyennes de cellule.

Les valeurs critiques sont dépendantes du nombre de laboratoires participants selon les indicateurs de la table de Mandel.

5.4 Test de Cochran

Le test de Cochran consiste à comparer la variabilité interne de chaque participant à celle de l'ensemble de la population représentée par l'écart-type moyen afin d'éliminer les valeurs de variabilité aberrante, du calcul de l'écart-type de référence. Le test de Cochran est réalisé de manière itérative jusqu'à ce qu'aucune valeur aberrante ou douteuse ne soit plus détectée.

Le calcul de la statistique de Cochran consiste à diviser la variance intralaboratoire maximale d'un laboratoire par la somme des variances de l'ensemble des laboratoires.

La valeur de la statistique de Cochran est donnée par la formule suivante :

$$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2}$$

La statistique de Cochran est comparée à une valeur limite critique dépendante du nombre de laboratoires participants selon les indicateurs de la table de Cochran. Le dépassement de la valeur critique se traduit par l'élimination des résultats du laboratoire associé à la variabilité maximale, car considérés comme aberrants.

A chaque itération, la population est réduite d'un individu. A la fin du test, l'écart-type caractéristique de la population, ainsi obtenu, est considéré comme valeur de référence pour l'essai étudié.

5.5 Test de Grubbs

Le test de Grubbs consiste à comparer chaque valeur extrême (maximale ou minimale) à la moyenne de l'ensemble de la population, afin d'éliminer les valeurs aberrantes du calcul de la moyenne de référence.

Le calcul de la statistique de Grubbs consiste à diviser l'écart par rapport à la valeur moyenne par l'écart type de l'ensemble des laboratoires.

La valeur de la statistique de Grubbs est donnée par la formule suivante :

$$G_p = \frac{x_{(p)} - \bar{x}}{s}$$

$$\text{Où : } \bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_{(i)}$$

$$\text{Et : } s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_{(i)} - \bar{x})^2}$$

La statistique de Grubbs est comparée à une valeur limite critique dépendante du nombre de laboratoires participants selon les indicateurs de la table de Grubbs.

Le test de Grubbs est réalisé de manière itérative, alternativement à l'extrémité haute et basse de la population, jusqu'à ce qu'aucune valeur aberrante ou douteuse ne soit plus détectée.

A chaque itération, la population est réduite d'un individu. A la fin du test, la valeur moyenne caractéristique de la population, obtenue, est considérée comme valeur de référence pour l'essai étudié.

5.6 Critère d'évaluation Z-score

Les représentations graphiques du Z-score, (valeur statistique de cohérence interlaboratoires), permettent de situer les résultats de tous les laboratoires participants et de tous les types de produits testés (représentations relatives). Le Z-score (similaire à Mandel-h) est défini au niveau international comme la mesure standardisée du biais des laboratoires participants aux essais. Selon la distribution de Student pour une loi normale (répartition symétrique), avec comme formule :

$$Z - score_i = \frac{x_i - \bar{x}}{\sigma}$$

Soit : "Valeur laboratoire moins valeur moyenne générale divisée par écart-type général"

Les valeurs de la statistique du Z-Score sont appréciées selon les seuils de référence suivants :

$|Z| \leq 2$ (1.96 dans les graphiques de la recherche) = score satisfaisant (correct)

$2 < |Z| < 3$ = score suspect (à surveiller)

$|Z| \geq 3$ = score insatisfaisant (action corrective)

6 Traitement statistique des données

6.1 Collecte et prétraitement des données de base

6.1.1 Collecte et formatage des données

La réalisation d'essais interlaboratoires traitant des granulats, bitumes et enrobés fournit une masse de données importantes d'étalant de la période comprise entre 1996 jusqu'à présent. Le déroulement des essais interlaboratoires sur plus d'une vingtaine d'année a conduit inévitablement à une évolution de la méthodologie d'organisation des essais croisés avec des ajustements et des améliorations continues des pratiques.

Malgré le soin apporté à l'organisation des campagnes annuelles d'essai interlaboratoires, l'exploitation statistique des données récoltés ne peut se faire directement sans un travail préliminaire conséquent et indispensable.

Ce travail préliminaire comprend des actions diverses qui, sans viser l'exhaustivité, sont énumérées ci-après :

- Saisie sous forme numérique d'informations et valeurs disponible au format papier ;
- Contrôle de la disponibilité des valeurs individuelles ;
- Contrôle de la précision des arrondis dans la valeur déterminante de l'essai (pratiques variées) ;
- Complétion d'informations absentes dans les checklists ;
- Uniformisation des valeurs dans les checklists ;

6.1.2 Construction de la base de données

Les données issues des essais interlaboratoires récoltés se distinguent par un format qui n'est pas uniforme, et qui comprend :

- Des données numériques : valeurs individuelles, valeurs déterminantes, essais avec répétitions, etc.
- Des valeurs de checklists numériques : durées, conditions de température, valeurs de pression, etc.
- Des valeurs de checklists textuelles : type d'appareil, catégories d'un paramètre d'essai, etc.

La structure de la base de données devant recevoir les résultats a été conçue pour permettre un stockage et une interrogation efficiente des données qui sont loin d'être tabulaires. Le choix s'est porté sur le stockage des données sous forme de fichier XML, format qui offre la meilleure flexibilité dans le stockage de données assez hétérogènes.

```

<resultat id="174">
  <annee>2007</annee>
  <produit>xxxx</produit>
  <labo>S</labo>
  <serie>2</serie>
  <type-essai>PEN</type-essai>
  <norme>SN EN 1426:2015 SN 670 511:2016</norme>
  <repetition>1</repetition>
  <valeur-moy unite="1/10mm">78.0</valeur-moy>
  <valeur-det unite="1/10mm">78</valeur-det>
  <check-list>
    <preparation-echantillon>
      <norme>SN EN 12594:2014 SN 670 504:2015</norme>
      <date-preparation>28.02.2007</date-preparation>
      <masse-echantillon-recu unite="g">-</masse-echantillon-recu>
      <temperature-rechauffage unite="°C">180</temperature-rechauffage>
      <duree-rechauffage unite="min.">90</duree-rechauffage>
      <homogeneisation-type>manuelle</homogeneisation-type>
      <homogeneisation-moyen>tige en verre</homogeneisation-moyen>
      <homogeneisation-vitesse unite="t/min.">-</homogeneisation-vitesse>
      <homogeneisation-duree unite="min.">1</homogeneisation-duree>
      <remarques>-</remarques>
    </preparation-echantillon>
    <conditions-essai>
      <procedure-appliquee>EN 1426</procedure-appliquee>
      <date-essai>28.02.2007</date-essai>
      <essai-accredite>oui</essai-accredite>
      <nom-appareil>-</nom-appareil>
      <diametre-godet unite="mm">55</diametre-godet>
      <hauteur-godet unite="mm">36</hauteur-godet>
      <rectification-surface>non</rectification-surface>
      <temperature-refroidissement unite="°C">20</temperature-refroidissement>
      <duree-refroidissement unite="min.">60</duree-refroidissement>
      <temperature-immersion unite="°C">25</temperature-immersion>
      <duree-immersion unite="min.">-</duree-immersion>
      <remarques>-</remarques>
    </conditions-essai>
  </check-list>
</resultat>

```

Fig. 3 Exemple d'un résultat d'essai individuel au format XML.

6.2 Analyse des données brutes

La première phase d'analyse consiste à procéder à un traitement des données brutes dans le but de déterminer des indicateurs statistiques standards. Le traitement est réalisé au moyen d'un code de calcul implémenté avec le langage de programmation scientifique Python.

La conception du code de calcul vise le traitement automatisé des données correspondants à 23 années et 127 essais interlaboratoires, soit un total de 2940 résultats d'essais individuels. Ce souhait d'automatisation du traitement des données se justifie par l'approche itérative d'introduction et de validation des méthodes statistiques utilisées, et permet un gain de temps considérable.

Le recours à un langage de programmation scientifique autorise également des possibilités de représentations graphiques statistiques complexes.

Le processus de traitement comprend les étapes successives suivantes :

- Détection et élimination des valeurs aberrantes ;
- Calcul des valeurs de reproductibilités et de répétabilités ;

- Génération des fiches de contrôle des indicateurs statistiques ;
- Génération du fichier de résultats consolidés.

Le fichier des résultats consolidés contient la valeur de reproductibilité des essais croisés et les valeurs de répétabilité de chaque laboratoire le cas échéant, ainsi que l'ensemble des informations de la checklist (conditions de l'essai, conditions de préparation de l'échantillon, conditions de la récupération du liant). Ce fichier des résultats consolidé constitue la base aux différentes analyses présentées dans les chapitres suivants.

Afin de garantir un contrôle et une confiance suffisants dans les indicateurs statistiques calculés, le traitement de chaque essai interlaboratoires aboutit à la génération d'une fiche standard qui regroupe plusieurs indicateurs, décisions de traitement et représentations graphiques facilitant une interprétation correcte des résultats obtenus.

Tab. 15 Contenu de la fiche de synthèse du traitement statistique automatisé

Rubrique	Contenu
Données générales	Type de l'essai Année Désignation du produit Type du liant : Base / Récupéré Laboratoires avec valeur aberrante selon les tests de Grubbs et Cochran Laboratoires avec valeur aberrante selon les tests de Mandel
Mesures brutes	Laboratoire Valeurs individuelles Valeur moyenne Valeur déterminante
Résultats du test de Mandel	Limite critique de Mandel h et k Laboratoire Valeur moyenne Ecart-type Nombre de répétitions (lorsqu'applicable) Statistique Mandel h Statistique Mandel k (lorsqu'applicable) Mise en évidence (couleur) des résultats aberrants
Résultats du test de Cochran	Laboratoire aberrant Limite critique selon Cochran Statistique de Cochran
Résultats du test de Grubbs	Laboratoire aberrant Limite critique selon Grubbs Statistique de Grubbs
Statistiques avec/sans élimination des valeurs aberrantes	Valeur moyenne Valeurs Minimum/Maximum Variance de répétabilité Variance interlaboratoires Variance de reproductibilité
Représentations graphiques	Diagramme barre de l'ensemble des résultats Graphique de vérification de la normalité de la distribution Graphique de la statistique de Mandel k Graphique de la statistique de Mandel h

Un exemple de tableau exprimant les résultats des tests de Mandel h et k et ainsi que les résultats aberrants selon Grubbs et Cochran est illustré dans la Fig. 4. Les tests de Mandel k et h et de Cochran identifient 2 résultats d'essai (R et U) aberrants en raison

d'une variabilité intralaboratoire anormalement élevée, et 2 résultats d'essai aberrants (V et ZC) en raison d'un écart important de leurs résultats par rapport à la moyenne de tous les participants.

$$h_crit_5\%=1.89853528543 / h_crit_1\%=2.41832548346$$

$$k_crit_5\%=1.71114725493 / k_crit_1\%=2.08422429019$$

repetition	1	2	Moyenne	Ecart-type	n	Mandel_h	Mandel_k	Z-Score	r
LABO									
A	77.2	78.2	77.7	0.5	2	-0.225938	0.602451	-0.225938	1.4
B	82	82.3	82.15	0.15	2	0.404916	0.180735	0.404916	0.42
C	76.1	77	76.55	0.45	2	-0.388968	0.542206	-0.388968	1.26
D	71.7	71.5	71.6	0.1	2	-1.0907	0.12049	-1.0907	0.28
E	76.7	76	76.35	0.35	2	-0.417321	0.421716	-0.417321	0.98
F	78.2	78.3	78.25	0.05	2	-0.147967	0.0602451	-0.147967	0.14
G	82.7	83.7	83.2	0.5	2	0.55377	0.602451	0.55377	1.4
H	80.3	80.7	80.5	0.2	2	0.171004	0.240981	0.171004	0.56
I	73.3	72.1	72.7	0.6	2	-0.934763	0.722942	-0.934763	1.68
K	79.8	79.9	79.85	0.05	2	0.0788568	0.0602451	0.0788568	0.14
L	79.7	80.3	80	0.3	2	0.100122	0.361471	0.100122	0.84
N	81	81.5	81.25	0.25	2	0.277328	0.301226	0.277328	0.7
Q	80.7	81	80.85	0.15	2	0.220622	0.180735	0.220622	0.42
R	86.4	79.4	82.9	3.5	2	0.51124	4.21716	0.51124	9.8
S	79.3	79.5	79.4	0.1	2	0.0150625	0.12049	0.0150625	0.28
U	78.1	80.4	79.25	1.15	2	-0.00620222	1.38564	-0.00620222	3.22
V	105.3	105	105.15	0.15	2	3.66551	0.180735	3.66551	0.42
X	72.2	71.3	71.75	0.45	2	-1.06944	0.542206	-1.06944	1.26
Y	74.8	74.6	74.7	0.1	2	-0.651233	0.12049	-0.651233	0.28
Z	83.5	82.6	83.05	0.45	2	0.532505	0.542206	0.532505	1.26
ZA	79.3	nan	79.3	0	1	0.000886031	nan	0.000886031	0
ZB	84	83.1	83.55	0.45	2	0.603387	0.542206	0.603387	1.26
ZC	65.7	64.9	65.3	0.4	2	-1.98382	0.481961	-1.98382	1.12
ZE	77.9	77.6	77.75	0.15	2	-0.21885	0.180735	-0.21885	0.42

Fig. 4 Exemple de résultats des tests de Mandel h et k.

La Fig. 5 illustre une représentation graphique des résultats précédents et permet d'apprécier visuellement la variabilité des résultats.

Dans l'exemple précédent le caractère aberrant des résultats R, V et ZC paraît évident. Le cas du résultat U est en revanche discutable, puisque la dispersion intralaboratoire jugée élevée par le test de Cochran, provient d'un écart minime de l'essai de pénétration de 2.3 0.1 mm pour un bitume de grade 70/100.

Dans le cas de cet essai croisé, la variabilité interne particulièrement faible des autres laboratoires participants peut engendrer des valeurs de fidélité anormalement sévères et non représentatives de la variabilité réelle de ce type d'essai.

Cet exemple illustre l'utilité des fiches d'essai pour permettre à un expert de nuancer les statistiques obtenues.

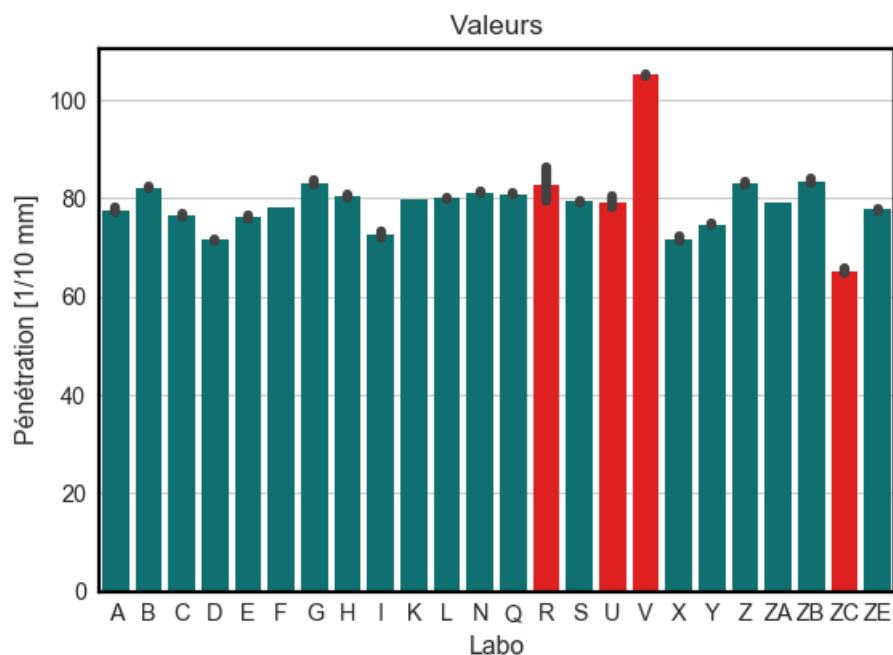


Fig. 5 Exemple de diagramme barre de l'ensemble des résultats.

Enfin, la Fig. 6 montre un exemple illustrant le niveau de la variabilité interne des résultats individuels dans un graphique de cohérence intralaboratoire (répétabilité) selon la statistique Mandel k. Ce graphique, montre que le résultats R est largement considéré comme aberrant car dépassant la limite critique. A l'opposé, le résultat U est détecté comme aberrant selon Cochran mais pas selon Mandel k. Cet exemple illustre bien les différences entre les deux tests, et met en évidence le soin à apporter pour interpréter les résultats statistiques correctement.

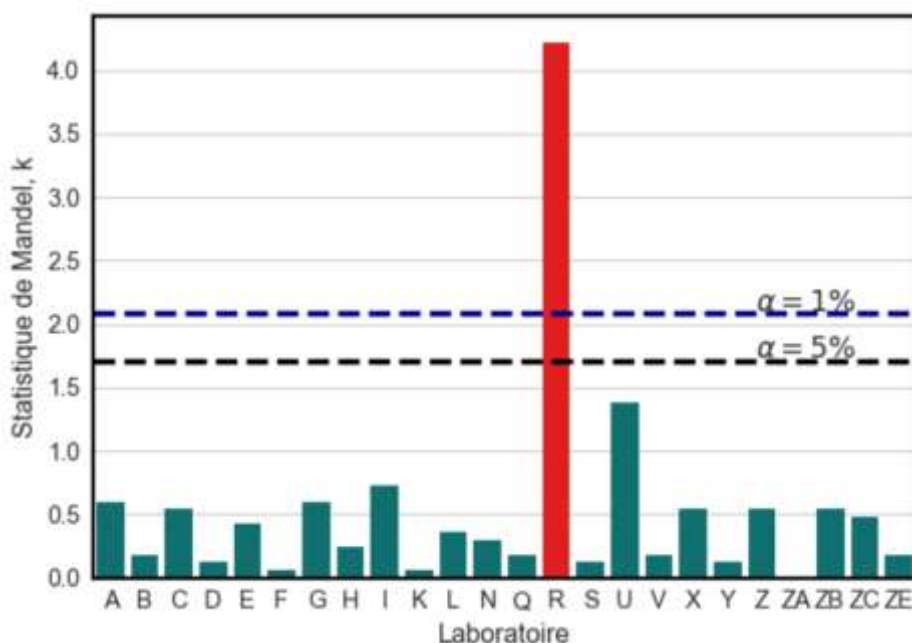


Fig. 6 Exemple de graphique de cohérence intralaboratoire selon la statistique Mandel k.

7 Résultats de fidélité

7.1 Méthode

La synthèse des résultats de fidélité est donnée dans ce chapitre en fonction des différents types de bitumes. Une analyse complémentaire plus détaillée différencie les bitumes durs, les bitumes routiers et PmB.

Une comparaison est faite avec les résultats compilés dans la synthèse publiée par le CEN dont la description détaillée est donnée dans le chapitre 3.4.

Pour chaque groupe de bitume étudié, la valeur de fidélité est illustrée dans un diagramme en barres : en bleu pour chaque résultat d'essai interlaboratoires (correspondant à un produit et une année donnée) et en rouge pour la valeur de fidélité en vigueur dans la norme. La proportion des essais interlaboratoires respectant la limite de fidélité de la norme est analysée et discutée.

Dans un deuxième temps, les résultats de fidélité sont représentés dans un diagramme de fréquence cumulée, selon une démarche similaire au rapport CEN [27]. Ce diagramme donne une vision claire de l'adéquation des limites de fidélité actuelles et permet, le cas échéant, la proposition de nouvelles valeurs de fidélité sur une base rationnelle et homogène. Les valeurs de fidélité pouvant être proposées proviennent des calculs de percentiles à différents niveaux : 50%, 75%, 90% et 95%. Nous rappelons que la méthodologie appliquée par le CEN [27] s'est basé sur le percentile proche de 50% pour proposer la plupart des nouvelles valeurs de reproductibilité.

La proposition d'éventuelles adaptations dans les valeurs de fidélité est présentée dans un chapitre de conclusions partielles à la fin de chaque partie correspondant à un essai. Après examen des valeurs de reproductibilité pour l'ensemble des essais et pour différents groupes de bitumes, les critiques émises sur les valeurs correspondant aux différents percentiles sont les suivantes :

- Percentile à 50% : la valeur de reproductibilité correspondante est considérée comme trop sévère ; Le non-respect du R par 50% des essais interlaboratoires, qui par définition sont réalisés avec un bon contrôle des conditions d'essais, est jugé peu crédible.
- Percentile à 90% et 95% : la valeur de reproductibilité correspondante est considérée comme trop permissive.
- Percentile à 75% : la valeur de reproductibilité correspondante représente un compromis plus réaliste. Les nouvelles valeurs de fidélité proposées le cas échéant correspondent en principe à ce seuil de 75%.

7.2 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

Les conditions d'essai appliquées pour tous les tests sont : 25°C, 100g, 5s.

Concernant les exigences de fidélité, la norme EN ne fait pas de distinction entre les bitumes durs, routiers, multigrades et PmB mais seulement une distinction concernant la dureté. Les données ont tout d'abord été triées en 2 groupes dont : le groupe 1) avec pénétration < 50 et le groupe 2) avec pénétration ≥ 50, puis un nouveau tri a été réalisé entre les bitumes PmB et les autres.

7.2.1 Reproductibilité R des bitumes et PmB < 50 1/10 mm

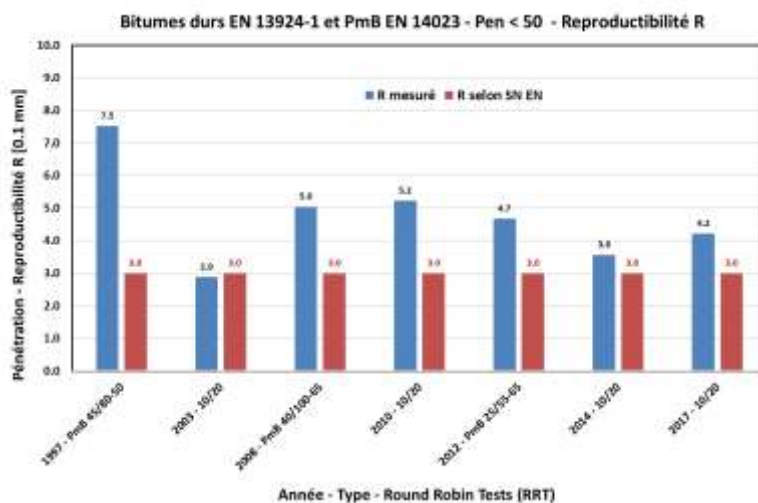


Fig. 7 Reproductibilité R pour bitumes de grade < 50 [0.1 mm]

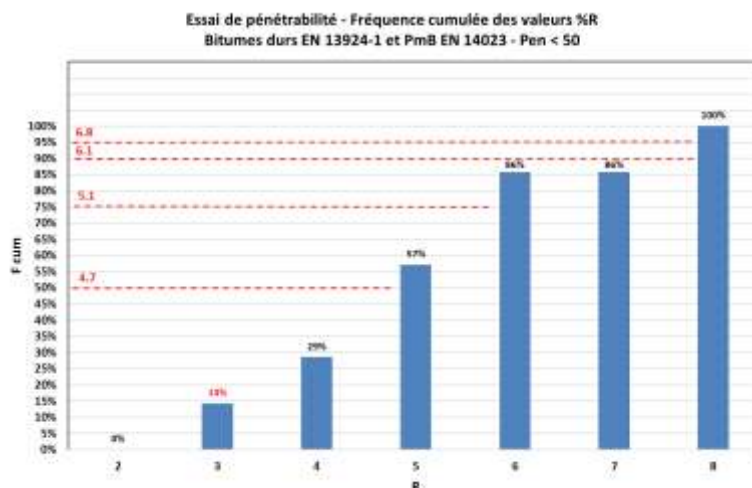


Fig. 8 Reproductibilité R – F cum des R pour bitumes de grade < 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 7 et 8, il apparaît qu'un seul résultat pour 7 essais interlaboratoires (soit 14%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité $R = 3$. L'écart entre la valeur prescrite $R = 3$ et les résultats RRT ci-dessus est élevé.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.8) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à $R = 4.7$; à 75% $R = 5.1$; à 90% $R = 6.1$; à 95% $R = 6.8$.

Une distinction est faite ci-après entre les bitumes durs et les bitumes PmB durs.

7.2.2 Reproductibilité R des bitumes durs < 50 1/10 mm

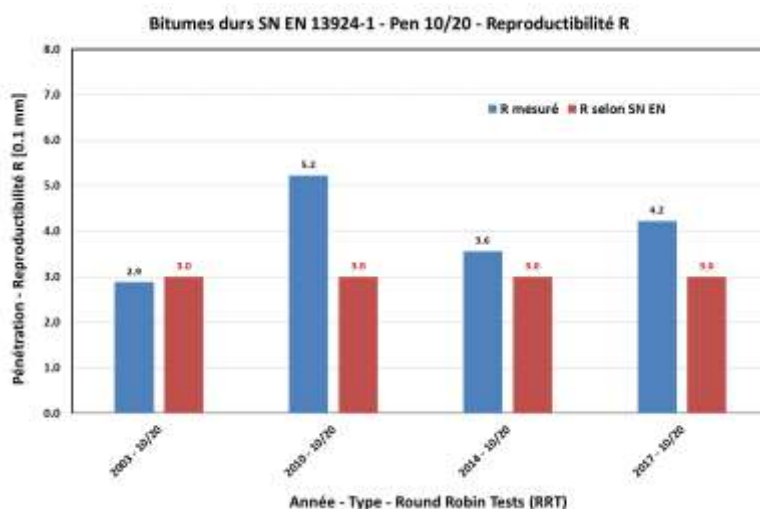


Fig. 9 Reproductibilité R pour bitumes durs < 50 (10/20) [0.1 mm]

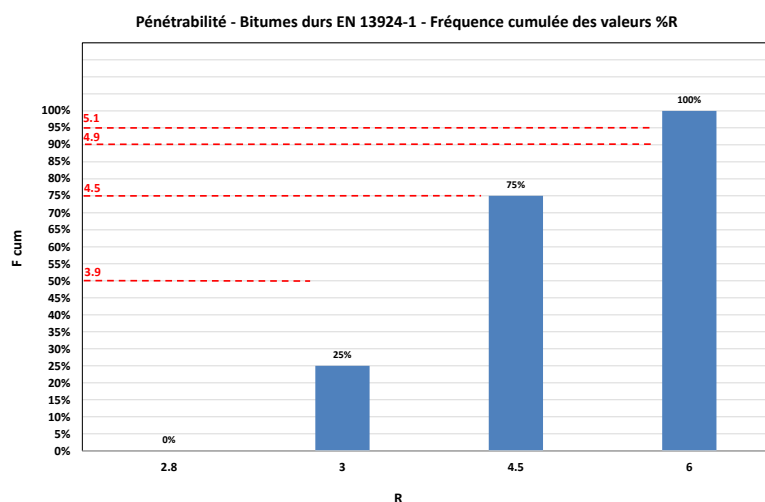


Fig. 10 Reproductibilité R – F cum des R pour bitumes durs < 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 9 et 10, il apparaît qu'un seul résultat pour 4 essais interlaboratoires (soit 25%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité $R = 3$. L'écart entre la valeur prescrite $R = 3$ et les résultats RRT ci-dessus est élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.10) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 3.9$; à 75% $R = 4.5$; à 90% $R = 4.9$; à 95% $R = 5.1$.

On constate que pour obtenir 50% de RRT conformes, les résultats Robin présentent moins de dispersion que ceux du CEN.

7.2.3 Reproductibilité R des PmB (durs) < 50 1/10 mm

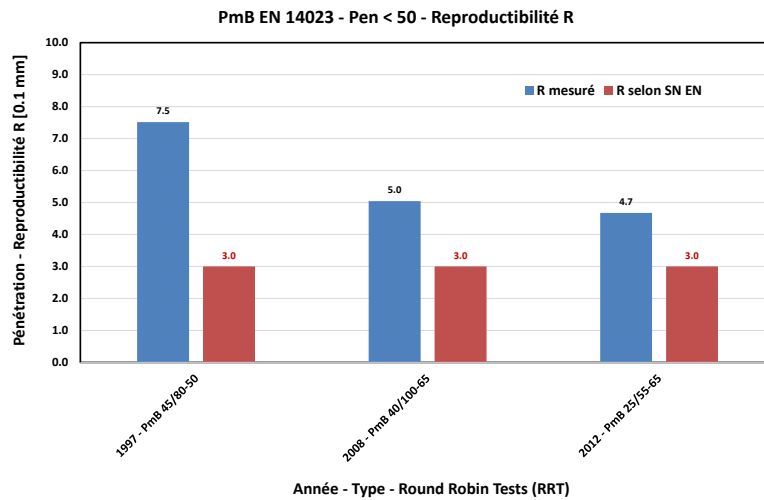


Fig. 11 Reproductibilité R pour PmB (durs) < 50 [0.1 mm]

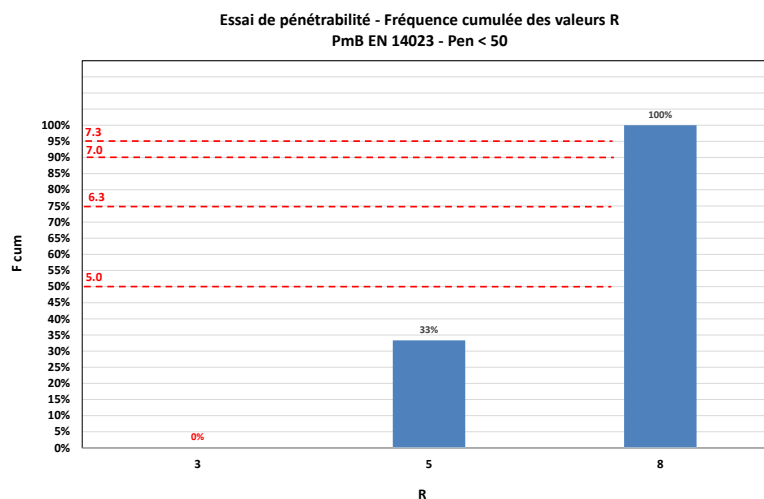


Fig. 12 Reproductibilité R – F cum des R pour PmB (durs) < 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 11 et 12, il apparaît qu'aucun résultat pour 3 essais interlaboratoires ne respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 3$. L'écart entre la valeur prescrite $R = 3$ et les résultats RRT ci-dessus est très élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs %R (voir fig.12) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à $R = 5.0$; à 75% $R = 6.3$; à 90% $R = 7.0$; à 95% $R = 7.3$.

On constate que pour obtenir 50% de RRT conformes, les résultats Robin présentent une dispersion semblable que ceux du CEN.

7.2.4 Reproductibilité R des bitumes routiers et PmB ≥ 50 1/10 mm

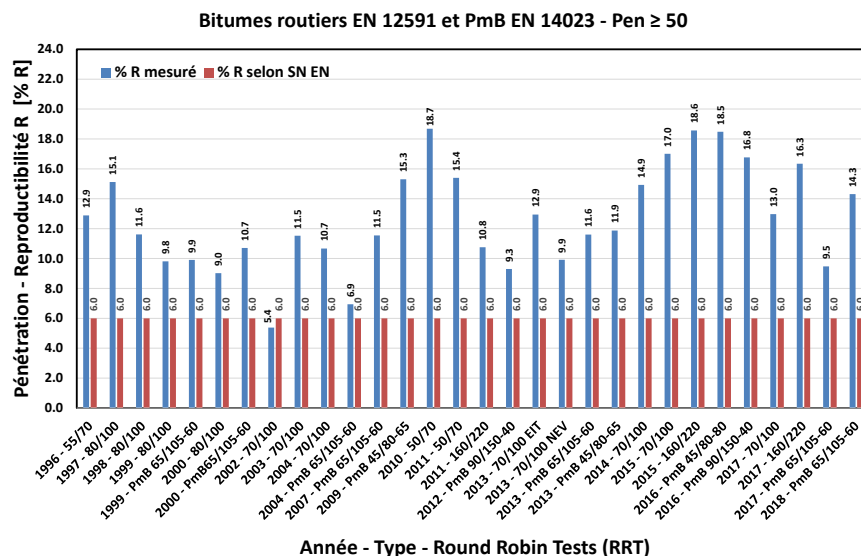


Fig. 13 Reproductibilité R pour bitumes routiers et PmB ≥ 50 [0.1 mm]

On constate qu'une seule valeur R obtenue respecte la valeur prescrite (soit 3%) pour les 30 essais interlaboratoires réalisés.

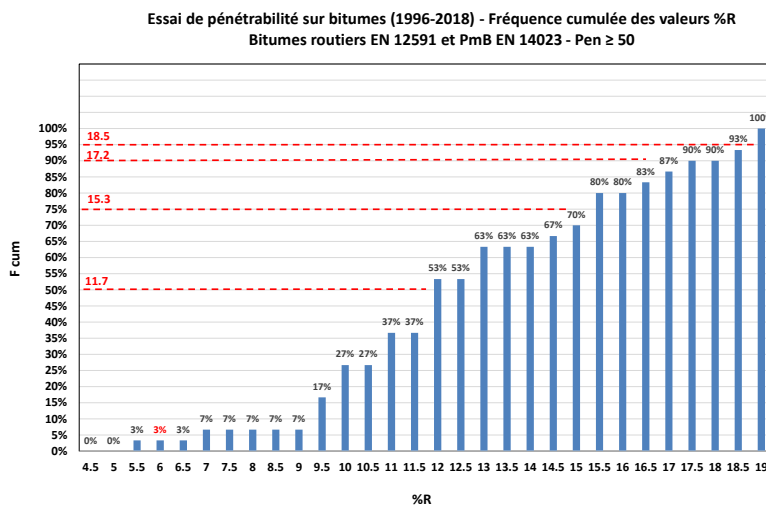


Fig. 14 Reproductibilité R – F cum des %R pour bitumes routiers et PmB ≥ 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 13 et 14, il apparaît qu'un seul résultat pour 30 essais interlaboratoires (soit 3%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité R = 6%. L'écart entre la valeur prescrite R = 6% et les résultats RRT ci-dessus est très élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs %R (voir fig.14) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à R = 11.7% ; à 75% R = 15.3% ; à 90% R = 17.2% ; à 95% R = 18.5%.

Une distinction est faite ci-après entre les bitumes routiers et les PmB puis les bitumes routiers de classe 160/220.

7.2.5 Reproductibilité R des bitumes routiers ≥ 50 1/10 mm

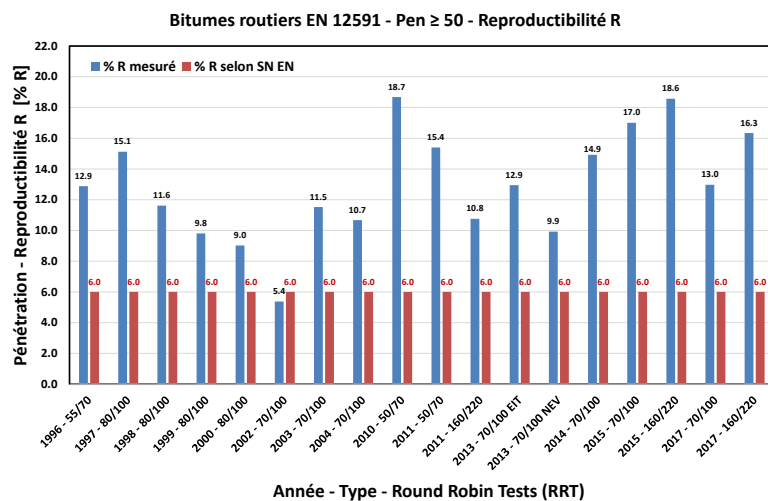


Fig. 15 Reproductibilité R pour bitumes routiers ≥ 50 [0.1 mm]

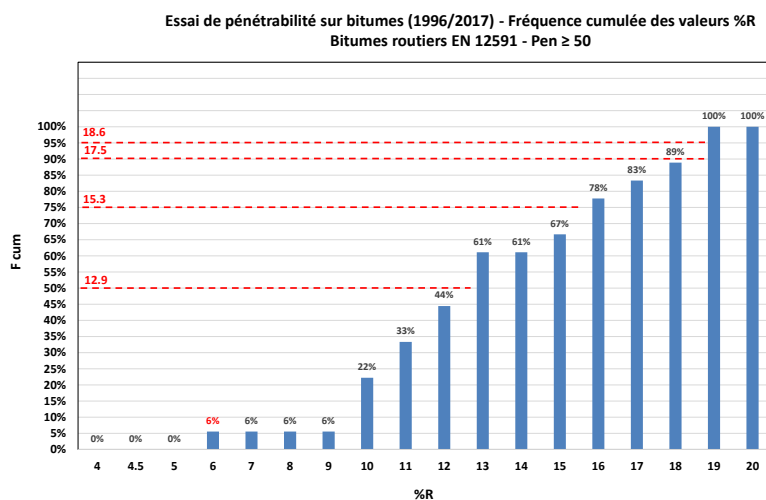


Fig. 16 Reproductibilité R – F cum des %R pour bitumes routiers ≥ 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 15 et 16, il apparaît qu'un seul résultat pour 18 essais interlaboratoires (soit 6%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité R = 6%. L'écart entre la valeur prescrite R = 6% et les résultats RRT ci-dessus est très élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs %R (voir fig.16) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à R = 12.9% ; à 75% R = 15.3% ; à 90% R = 17.5% ; à 95% R = 18.6%

L'étude CEN propose de modifier la valeur prescrite R = 6%. Il est proposé une valeur R = 12% (soit du double) pour obtenir environ 50% de résultats conformes.

On constate que pour obtenir 50% de RRT conformes, les résultats Robin présentent une dispersion semblable que ceux du CEN.

7.2.6 Reproductibilité R des PmB ≥ 50 1/10 mm

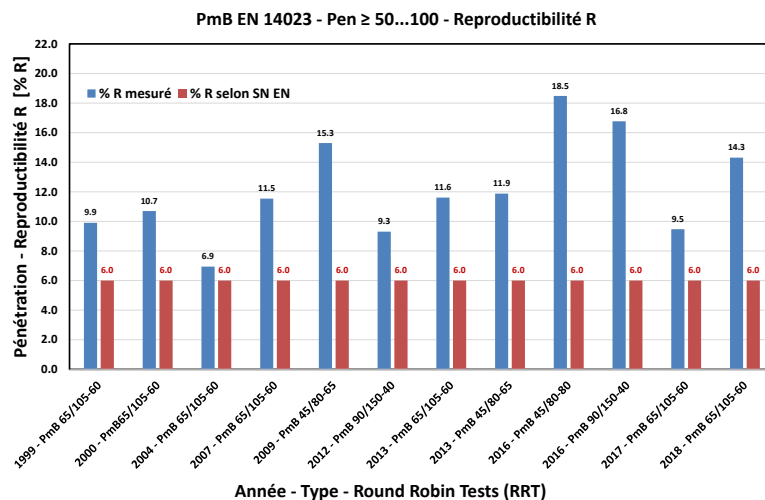


Fig. 17 Reproductibilité R pour PmB ≥ 50 [0.1 mm]

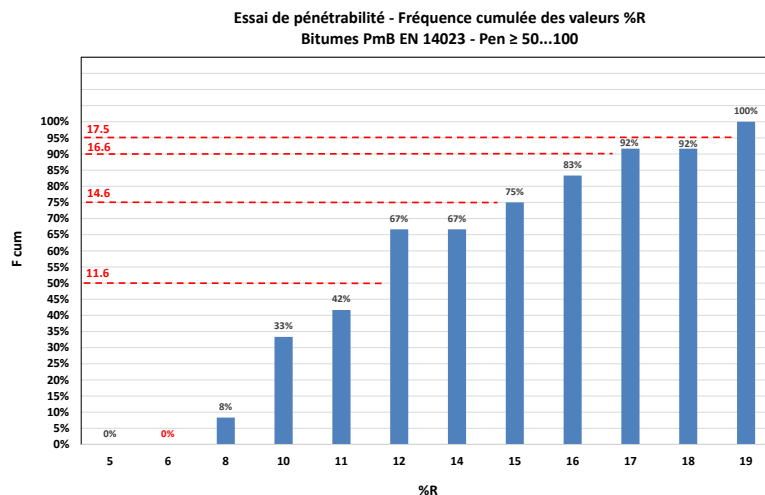


Fig. 18 Reproductibilité R – F cum des %R pour PmB ≥ 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 17 et 18, il apparaît qu'aucun résultat pour 12 essais interlaboratoires ne respectent la valeur prescrite de reproductibilité R = 6%. L'écart entre la valeur prescrite R = 6% et les résultats RRT ci-dessus est très élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs %R (voir fig.18) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à R = 11.6% ; à 75% R = 14.6% ; à 90% R = 16.6% ; à 95% R = 17.5%.

Pour les bitumes de pénétration ≥ 50 1/10 mm, on ne constate pas de différence significative de résultats entre le groupe des bitumes routiers et celui des PmB.

On constate que pour obtenir 50% de RRT conformes, les résultats Robin présentent une dispersion plus faible que ceux du CEN.

7.2.7 Reproductibilité R des bitumes ≥ 100 1/10 mm (160/220)

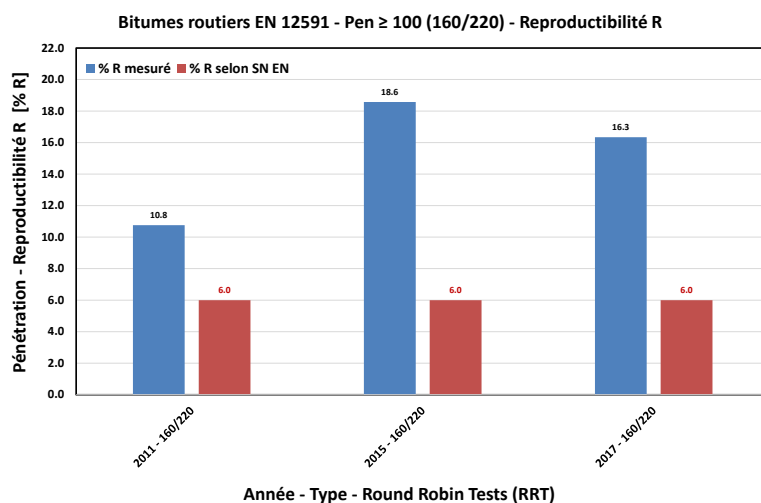


Fig. 19 Reproductibilité R pour bitumes routiers ≥ 100 [0.1 mm]

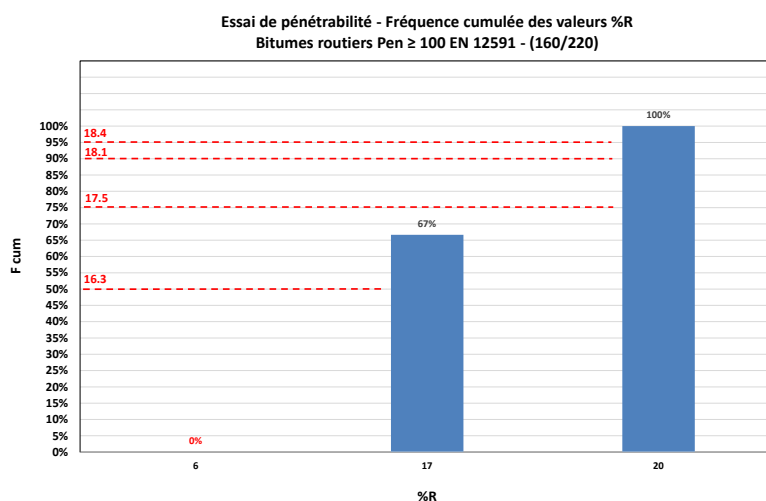


Fig. 20 Reproductibilité R – F cum des %R pour bitumes routiers ≥ 100 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 19 et 20, il apparaît qu'aucun résultat pour 3 essais interlaboratoires ne respectent la valeur prescrite de reproductibilité R = 6%. L'écart entre la valeur prescrite R = 6% et les résultats RRT ci-dessus est très élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs %R (voir fig.20) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à R = 16.3% ; à 75% R = 17.5% ; à 90% R = 18.1% ; à 95% R = 18.4%.

Le CEN ne présente pas de résultats concernant ce type de bitume mou. Les résultats des essais Robin indiquent des valeurs R mesurées d'environ 250% plus élevées que la valeur de reproductibilité de la norme SN EN.

7.2.8 Répétabilité r des bitumes (durs) < 50 1/10 mm

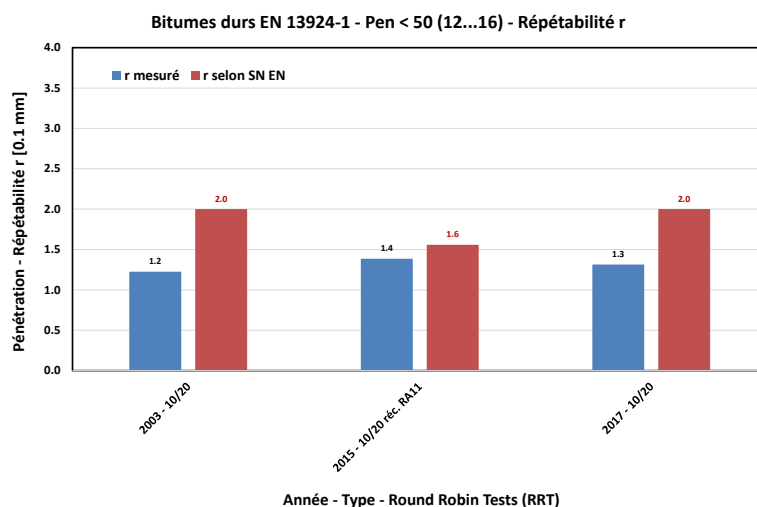


Fig. 21 Répétabilité r pour bitumes durs < 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans la figure 21, il apparaît que pour ce type de bitume, 3 résultats pour 3 essais interlaboratoires (soit 100%) respectent les valeurs prescrites de répétabilité r , avec une exigence de 2 pour les bitumes durs et de 1.6 dans le cas de ce bitume récupéré (pen = 16 1/10mm). A signaler que l'essai de récupération a été intégré car il y a trop peu de résultats pour ce groupe et les résultats sont similaires.

Concernant la répétabilité, les 2 essais réalisés sur un bitume dur 10/20 (12 et 16 0.1mm) respectent la valeur prescrite $r = 2$ et le seul essai de récupération effectué sur un liant dur respecte la valeur prescrite (calculée) de 1.6 (pour pen de 16 0.1mm). On remarque que l'exigence r pour la pénétration effectuée sur un liant récupéré de même dureté qui est plus sévère par rapport à l'exigence correspondant aux bitumes de base. La synthèse CEN indique que 60% des résultats (5 essais interlaboratoires) sont conformes à l'exigence de $R = 2$ et ne propose aucun amendement. On constate une bonne concordance de résultats entre les essais interlaboratoires CEN et Robin.

7.2.9 Répétabilité r des bitumes routiers et PmB ≥ 50 1/10 mm

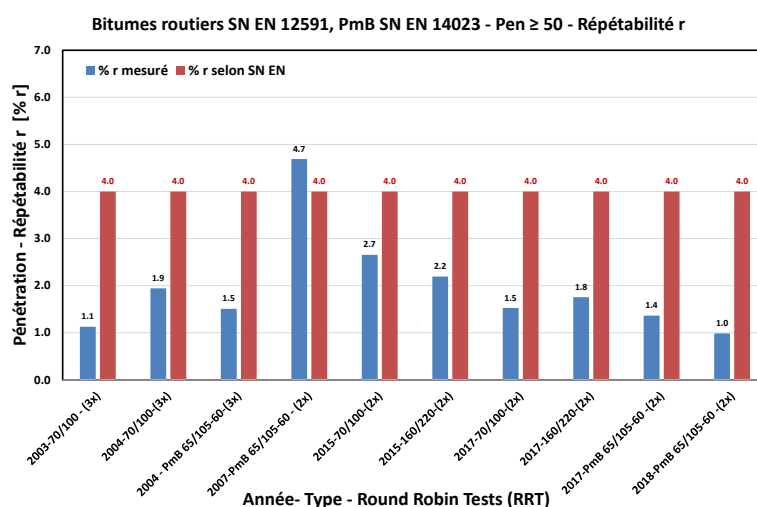


Fig. 22 Répétabilité r pour bitumes routiers et PmB ≥ 50 [0.1 mm]

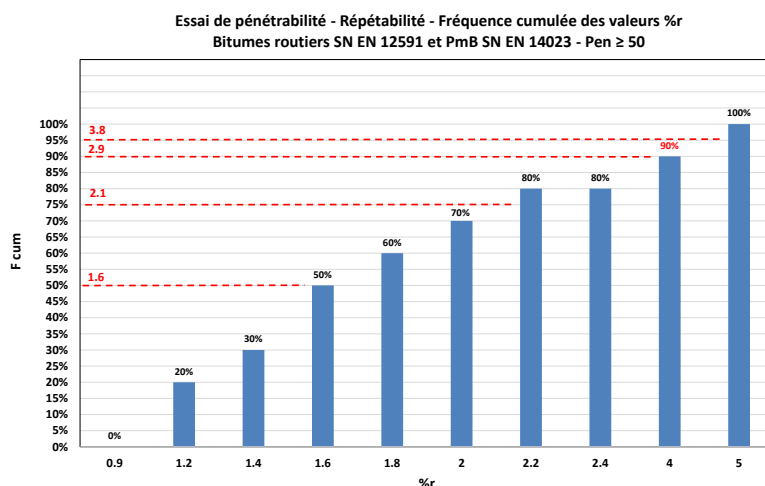


Fig. 23 Répétabilité r – F cum des % r pour bitumes routiers et PmB ≥ 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 22 et 23, il apparaît que pour ce type de bitume, 9 résultats pour 10 essais interlaboratoires (soit 90%) respectent la valeur prescrite de répétabilité $r = 4\%$. Le seul résultat non conforme correspond à un bitume PmB dont les résultats sont aussi non conformes pour les essais d'A&B et de retour élastique. Il est donc probable que ce bitume testé présente une certaine hétérogénéité.

L'écart entre la valeur prescrite $r = 4\%$ et les résultats RRT ci-dessus indiquent des valeurs calculées r inférieures à la valeur prescrite.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs % r (voir fig.23) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à $r = 1.6\%$; à 75% $r = 2.1\%$; à 90% $r = 2.9\%$; à 95% $r = 3.8\%$. On constate que la valeur prescrite de 4% est élevée.

Une distinction est faite ci-après entre les bitumes routiers et les PmB.

7.2.10 Répétabilité r des bitumes routiers ≥ 50 1/10 mm

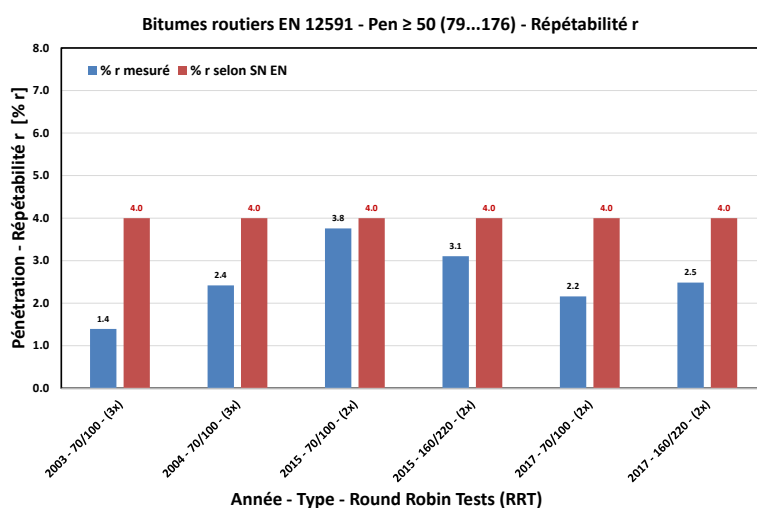


Fig. 24 Répétabilité r – F cum des % r pour bitumes routiers ≥ 50 [0.1 mm]

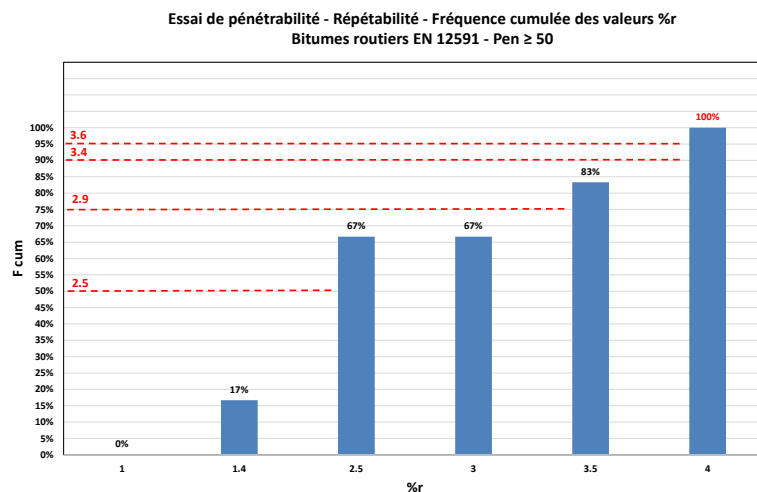


Fig. 25 Répétabilité r – F cum des % r pour bitumes routiers ≥ 50 [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 24 et 25, il apparaît que pour ce type de bitume, les 6 résultats des 6 essais interlaboratoires (soit 100%) respectent la valeur prescrite de répétabilité $r = 4\%$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus indiquent des valeurs calculées r inférieures à la valeur prescrite.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs % r (voir fig.25) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à $r = 2.5\%$; à 75% $r = 2.9\%$; à 90% $r = 3.4\%$; à 95% $r = 3.6\%$. On constate que la valeur prescrite de 4% est élevée.

7.2.11 Répétabilité r des PmB ≥ 50 1/10 mm

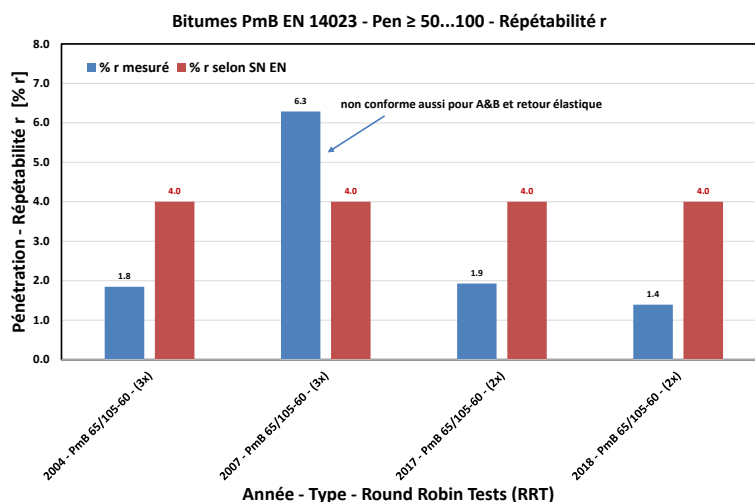


Fig. 26 Répétabilité r – F cum des % r pour PmB ≥ 50 [0.1 mm]

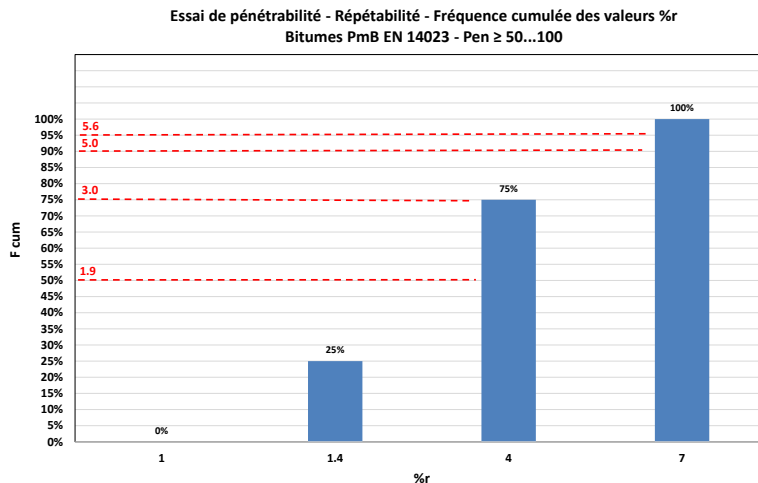


Fig. 27 Répétabilité r – F cum des % r pour $PmB \geq 50$ [0.1 mm]

Sur la base des résultats présentés dans les figures 26 et 27, il apparaît que pour ce type de bitume, 3 résultats sur 4 essais interlaboratoires (soit 75%) respectent la valeur prescrite de répétabilité $r = 4\%$.

L'écart entre la valeur prescrite $r = 4\%$ et les résultats RRT ci-dessus indiquent des valeurs mesurées r inférieures à la valeur prescrite.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs % r (voir fig.27) montrent que pour obtenir 50% de valeurs RRT conformes la valeur calculée correspond à $r = 1.9\%$; à 75% $r = 3.0\%$; à 90% $r = 5.0\%$; à 95% $r = 5.6\%$. Comme dans le cas des bitumes routiers, on constate que la valeur prescrite de 4% est très élevée.

7.2.12 Conclusion pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

Pour les bitumes de pénétrabilité < 50 1/10 mm, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 3 1/10mm ne peut pas être respectée. Ce non-respect est confirmé lors de l'analyse des différents types, bitumes durs, bitumes routiers et bitumes PmB. L'analyse de la répétabilité r montre que la valeur prescrite de 2 1/10mm est respectée pour 100% des résultats.

Pour les bitumes de pénétrabilité ≥ 50 1/10 mm, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 6% ne peut pas être respectée. Ce non-respect est confirmé lors de l'analyse des différents types, bitumes routiers, bitumes PmB et bitumes mous de classe 160/220. L'analyse de la répétabilité r montre que la valeur prescrite de 4% est respectée pour 100% des résultats.

Autant dans le cas de la répétabilité que de la reproductibilité, l'analyse effectuée n'a pas permis d'identifier de paramètres déterminants reliant les valeurs aberrantes détectées selon Cochran ou Grubbs avec d'éventuels paramètres particuliers aux conditions d'essais appliquées par tous les laboratoires accrédités.

Pour la reproductibilité R , on constate une relative bonne concordance avec les résultats CEN. Pour la répétabilité r , les résultats Robin indiquent des valeurs mesurées sensiblement plus basses que celles du CEN.

Tab. 16 Valeurs de fidélité pour l'essai de pénétrabilité à l'aiguille selon SN EN 1426

Percentiles résultats Robin								
Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	50%	75%	90%	95%
R	Bitumes et PmB < 50 1/10 mm	3	-	138	4.7	5.1	6.1	6.8
R	Bitumes durs < 50 1/10 mm	3	6	85	3.9	4.5	4.9	5.1
R	PmB durs < 50 1/10 mm	3	5	53	5.0	6.3	7.0	7.3
r	Bitumes 10/20 < 50 1/10 mm	2	-	87	pas de percentiles calculés résultats conformes			
R	Bitumes et PmB ≥ 50 1/10 mm	6%	-	690	11.7%	15.3%	17.2%	18.5%
R	Bitumes ≥ 50 1/10 mm	6%	12%	389	12.9%	15.3%	17.5%	18.6%
R	PmB ≥ 50 1/10 mm	6%	14%	301	11.6%	14.6%	16.6%	17.5%
R	Bitumes 160/220 ≥ 100 1/10 mm	6%	-	71	16.3%	17.5%	18.1%	18.4%
r	Bitumes et PmB ≥ 50 1/10 mm	4%	-	322	1.6%	2.1%	2.9%	3.8%
r	Bitumes ≥ 50 1/10 mm	4%	.*	231	2.5%	2.9%	3.4%	3.6%
r	PmB ≥ 50 1/10 mm	4%	6%	91	1.9%	3.0%	5.0%	5.6%

* pas d'amendement (60% de résultats conformes)

Dans le chapitre 7.9 Essais spéciaux - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426, sont présenté les résultats d'essais interlaboratoires traitant de l'effet du réchauffage du liant et de la préparation des échantillons.

7.3 Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427

Concernant les exigences de fidélité, la norme EN fait une distinction entre les bitumes non modifiés avec comme liquide d'essai de l'eau, les PmB avec comme liquide d'essai de l'eau et les bitumes oxydés avec comme liquide d'essai du glycérol. Aucune valeur de fidélité n'est disponible pour les bitumes modifiés et non modifiés avec des points de ramollissement supérieurs à 80 °C, ou pour les bitumes oxydés avec des points de ramollissement inférieurs à 80 °C.

Les données ont tout d'abord été triées en 2 groupes dont : le groupe 1) bitumes non modifié (à l'eau) et le groupe 2) PmB (à l'eau). Aucun bitume oxydé n'a été testé. Une analyse complémentaire a été réalisée sur 3 sous-groupes dont les bitumes durs avec pénétration 10/20, les bitumes avec pénétration 50 à 100, et un dernier groupe comprenant les bitumes mous avec pénétration 160/220.

7.3.1 Reproductibilité R des bitumes non modifiés (eau)

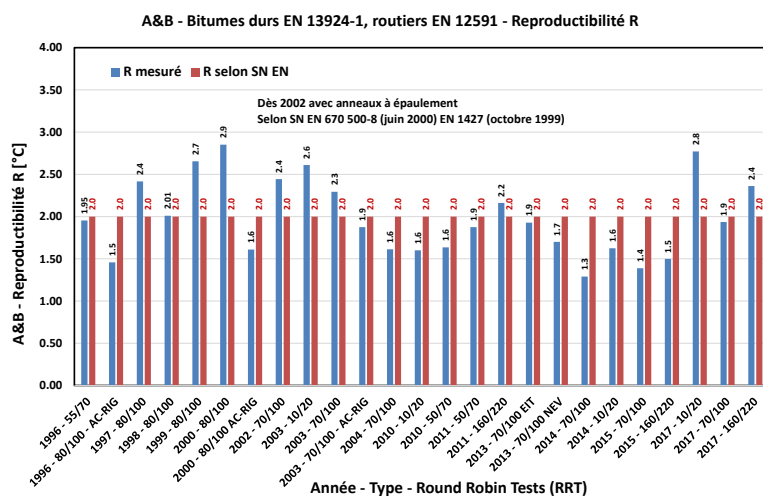


Fig. 28 Reproductibilité R pour bitumes non modifiés (eau)

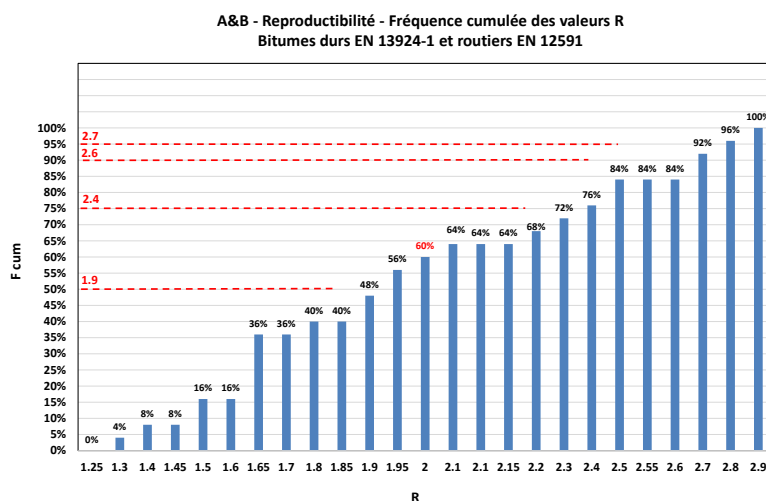


Fig. 29 Reproductibilité R – F cum des R pour bitumes non modifiés (eau)

Sur la base des résultats présentés dans les figures 28 et 29, il apparaît que : 15 résultats pour 25 essais interlaboratoires (soit 60%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 2^{\circ}\text{C}$.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.29) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 1.9^{\circ}\text{C}$; à 75% $R = 2.4^{\circ}\text{C}$; à 90% $R = 2.6^{\circ}\text{C}$; à 95% $R = 2.7^{\circ}\text{C}$.

7.3.2 Reproductibilité R des PmB (eau)

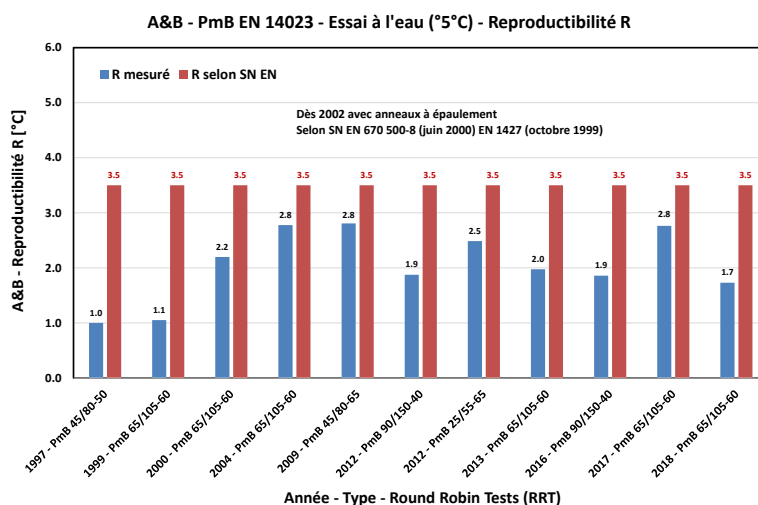


Fig. 30 Reproductibilité R pour PmB (eau)

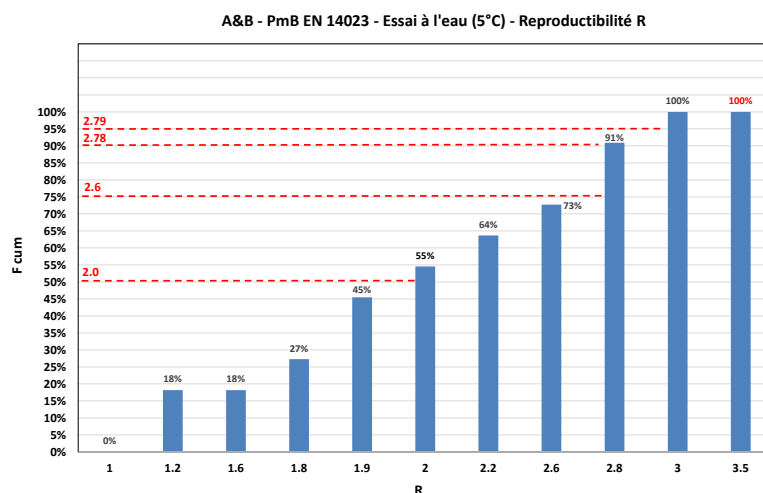


Fig. 31 Reproductibilité R – F cum des R pour PmB (eau)

Sur la base des résultats présentés dans les figures 30 et 31, il apparaît que : 11 résultats pour 11 essais interlaboratoires réalisés (soit 100%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité R = 3.5°C.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.31) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à R = 2.0°C ; à 75% R = 2.6°C ; à 90% et à 95% R = 2.8°C.

Il faut aussi relever la problématique des bitumes dont le point de ramollissement est compris entre 80 et 84°C. Pour 4 essais interlaboratoires correspondant à des bitumes PmB et dont les résultats se situent dans cet intervalle de températures ou proches, les informations renseignées ne permettent pas toujours, d'identifier clairement le type de liquide (eau ou glycérol) utilisé par chaque laboratoire. Les résultats obtenus sont présentés à titre indicatif et montrent clairement la problématique liée à la discontinuité de températures générée par ces 2 méthodes.

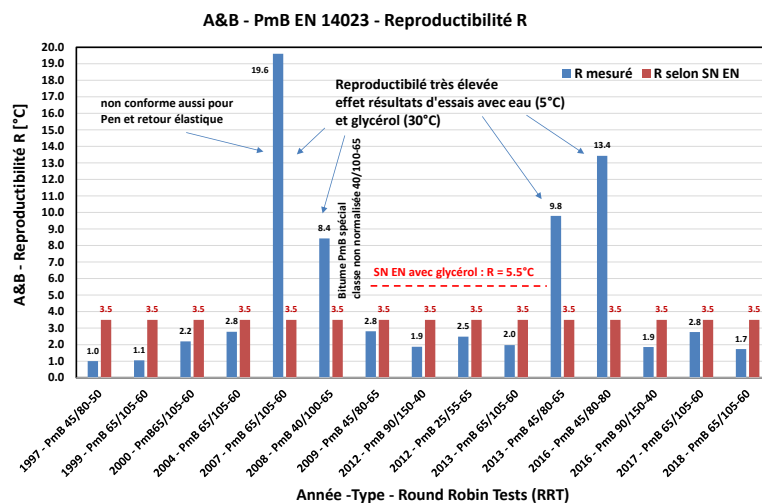


Fig. 32 Reproductibilité R pour PmB (avec renseignements lacunaires)

7.3.3 Reproductibilité R des bitumes non modifiés durs 10/20 (eau)

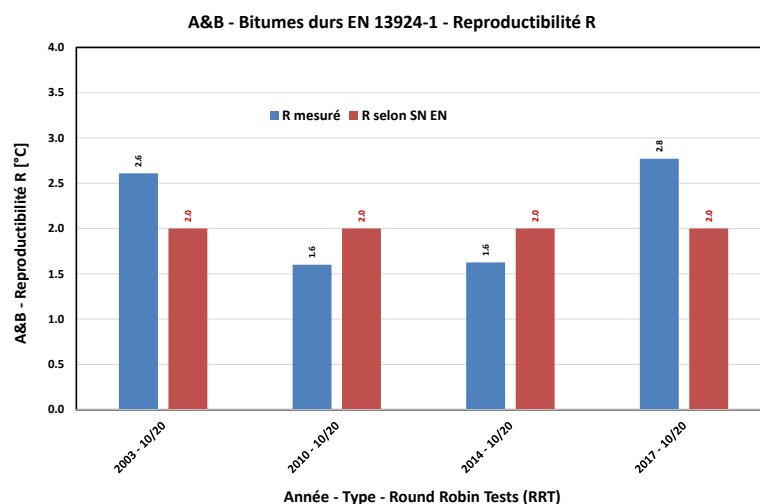


Fig. 33 Reproductibilité R pour bitumes non modifiés 10/20 (eau)

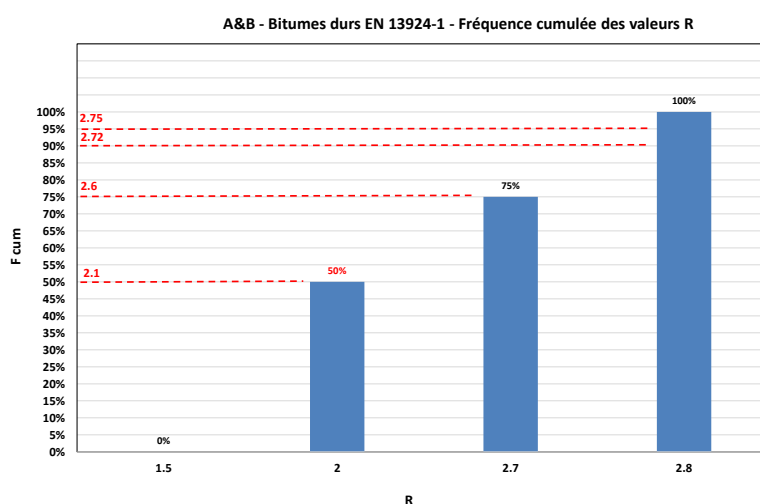


Fig. 34 Reproductibilité R – F cum des R pour bitumes non modifiés 10/20 (eau)

Sur la base des résultats présentés dans les figures 33 et 34, il apparaît que : 2 résultats pour 4 essais interlaboratoires réalisés (soit 50%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 2^{\circ}\text{C}$.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.34) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 2.1^{\circ}\text{C}$; à 75% $R = 2.6^{\circ}\text{C}$; à 90% $R = 2.7^{\circ}\text{C}$ et à 95% $R = 2.8^{\circ}\text{C}$.

7.3.4 Reproductibilité R des bitumes non modifiés 160/220 (eau)

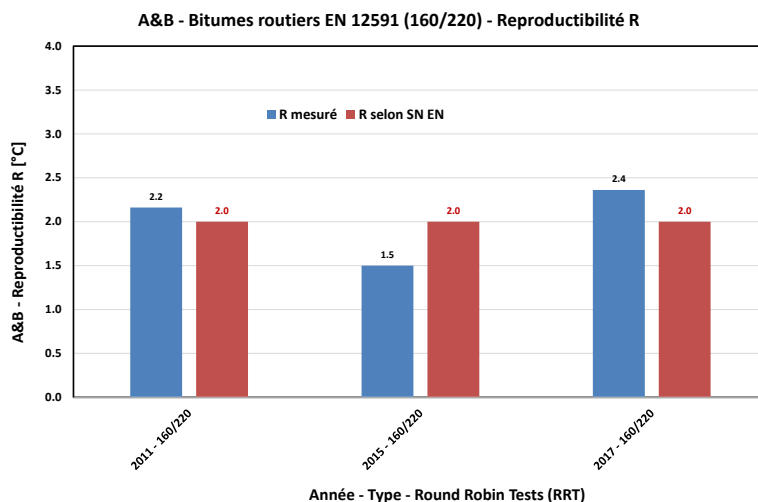


Fig. 35 Reproductibilité R pour bitumes non modifiés 160/220 (eau)

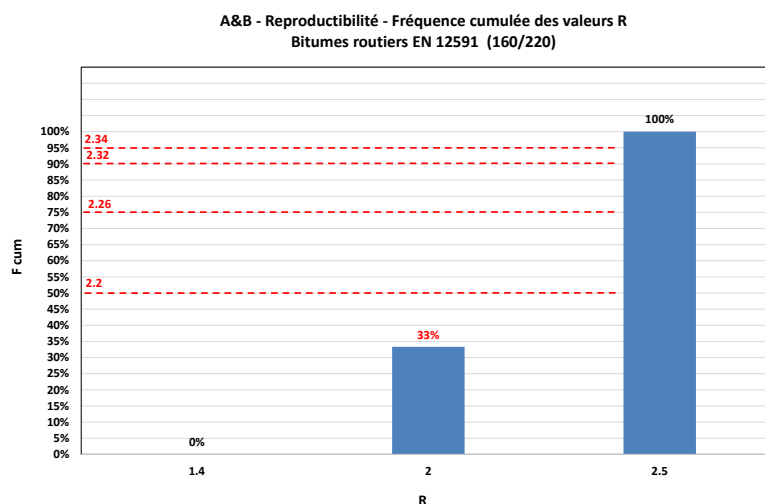


Fig. 36 Reproductibilité R – F cum des R pour bitumes non modifiés 160/220 (eau)

Sur la base des résultats présentés dans les figures 35 et 36, il apparaît qu'un résultat pour 3 essais interlaboratoires réalisés (soit 33%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité $R = 2^{\circ}\text{C}$.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.36) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 2.2^{\circ}\text{C}$; à 75% $R = 2.26^{\circ}\text{C}$; à 90% $R = 2.32^{\circ}\text{C}$ et à 95% $R = 2.34^{\circ}\text{C}$.

7.3.5 Répétabilité r des bitumes non modifiés et PmB (eau)

Tous les résultats sont présentés dans la fig. 37 soit 5 résultats de bitumes non modifiés, 2 résultats concernant les PmB et 1 résultat de liant récupéré à partir de RA 0/11.

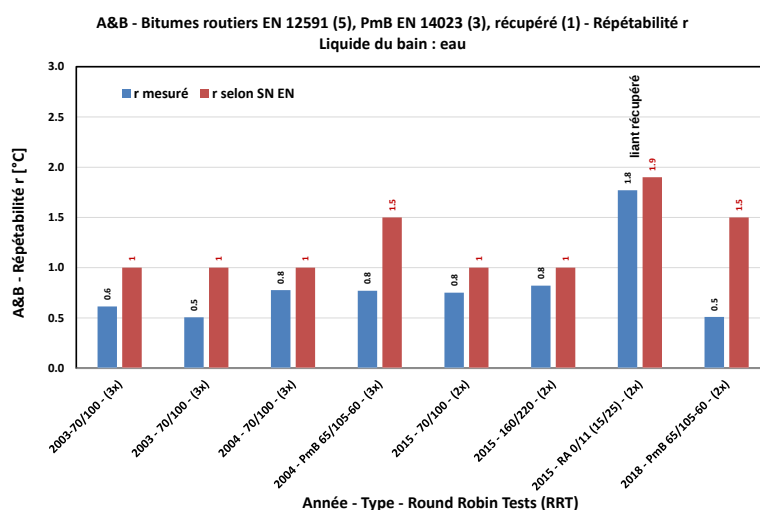


Fig. 37 Répétabilité r pour bitumes non modifiés, PmB, récupéré (eau)

Sur la base des résultats présentés dans la figure 37, il apparaît que pour les bitumes non modifiés (eau), 5 résultats sur 5 essais interlaboratoires (soit 100%) respectent la valeur prescrite de répétabilité $r = 1^\circ\text{C}$.

Pour les PmB (eau), 2 résultats sur 2 essais interlaboratoires (soit 100%) respectent la valeur prescrite de répétabilité $r = 1.5^\circ\text{C}$.

Le seul résultat de répétabilité provenant d'un essai de récupération sur RA respecte la valeur prescrite de répétabilité $r = 1.9^\circ\text{C}$.

Présentée à titre indicatif, la figure 38 démontre bien la problématique liée à la discontinuité des résultats générée avec les 2 méthodes eau et glycérol.

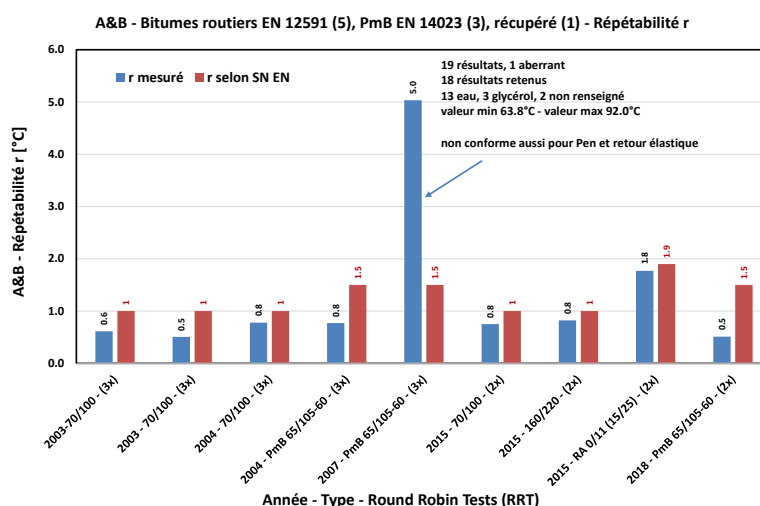


Fig. 38 Répétabilité r pour bitumes non modifiés, PmB, récupéré (eau)

Le test de répétabilité (3x) a été réalisé en 2007 avec un PmB 65/105-60 présentant une certaine hétérogénéité (voir chap. 7.2.9).

7.3.6 Conclusion point de ramollissement anneau et bille- SN EN 1427

Pour les bitumes non modifiés (eau), l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite R de 2°C est respectée pour 60% des résultats, 50% pour les bitumes 10/20 et 33% pour les bitumes 160/220. Les valeurs R mesurées à 50% de percentiles, de 1.9°C à 2.2°C sont très proches. Il en est de même à 75%, de 2.4°C à 2.6°C. Une valeur prescrite modifiée à 3°C serait indiquée, comme le suggère le CEN. L'analyse de la répétabilité r montre que la valeur prescrite de 1°C est respectée pour 100% des résultats.

Pour les PmB, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 3.5°C est respectée pour 100% des résultats. Les valeurs R mesurées à 50% de percentiles de 2°C et de 2.6°C à 75% montrent que la valeur prescrite par la norme est relativement large. L'analyse de la répétabilité r montre que la valeur prescrite de 1.5°C est respectée pour 100% des résultats.

Le seul résultat de répétabilité de récupération d'un liant dur 15/25, présenté dans la figure 37, sera traité plus en détail dans le chapitre 7.8 "Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif"

Autant dans le cas de la répétabilité que de la reproductibilité, l'analyse effectuée n'a pas permis d'identifier de paramètres déterminants reliant les valeurs aberrantes détectées selon Cochran ou Grubbs avec d'éventuels paramètres particuliers aux conditions d'essais appliquées par tous les laboratoires accrédités.

Pour la reproductibilité R, on constate dans l'ensemble, pour les bitumes non modifiés une relative bonne concordance avec les résultats CEN. Pour les PmB les résultats Robin montre clairement des R mesurés plus faibles. Pour la répétabilité r, les résultats Robin indiquent des valeurs mesurées sensiblement plus faibles que celles du CEN.

Tab. 17 Valeurs de fidélité pour l'essai A&B selon SN EN 1427

Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	Percentiles résultats Robin			
					50%	75%	90%	95%
R	Bitumes non modifiés (eau)	2	.*	471	1.9	2.4	2.6	2.7
R	PmB (eau)	3.5	4	291	2.0	2.6	2.8	2.8
R	Bitume 10/20 (eau)	2	-	90	2.1	2.6	2.7	2.8
R	Bitume 160/220 (eau)	2	3	69	2.2	2.3	2.3	2.3
r	Bitumes non modifiés (eau)	1	-	223	pas de percentiles calculés résultats conformes			
r	PmB (eau)	1.5	2.5	108	pas de percentiles calculés résultats conformes			
r	Bitume récupéré (eau)	1.9	-	40	pas de percentiles calculés résultats conformes			

* pas d'amendement (56% de résultats conformes)

7.4 Retour élastique des PmB - SN EN 13398

Les PmB testés sont tous des liants modifiés par des élastomères selon la SN EN 14023. Les valeurs de fidélité proposées par la norme sont donc applicables.

7.4.1 Reproductibilité R des PmB

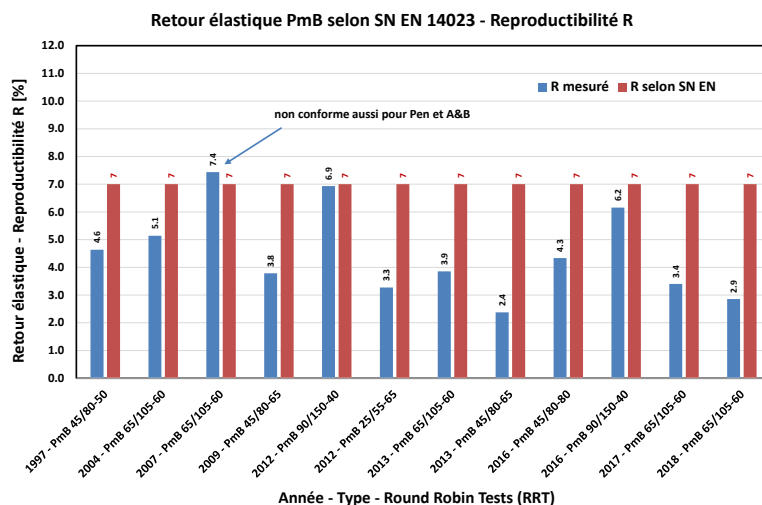


Fig. 39 Reproductibilité R pour PmB

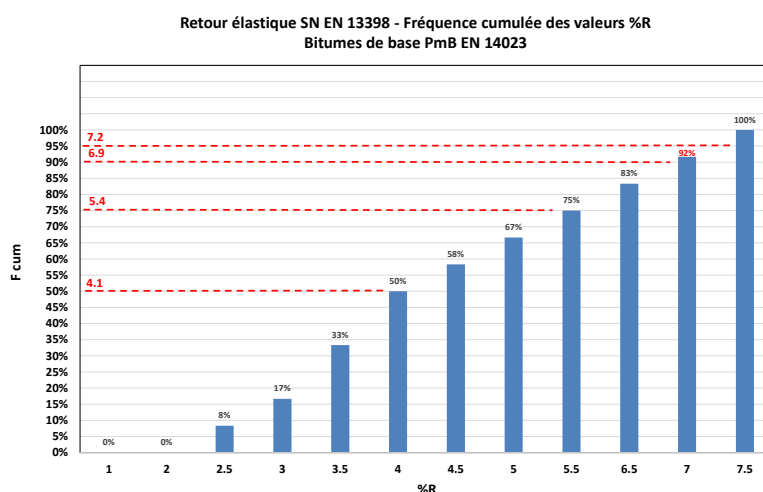


Fig. 40 Reproductibilité R – F cum des %R pour PmB

Sur la base des résultats présentés dans les figures 39 et 40, il apparaît que pour 11 résultats sur 12 essais interlaboratoires réalisés (soit 92%), respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 7\%$.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs %R (voir fig.40) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 4.1\%$; à 75% $R = 5.4\%$; à 90% $R = 6.9\%$ et à 95% $R = 7.2\%$.

Le seul résultat d'essai non conforme indique aussi une reproductibilité R non conforme pour les essais de pénétration et d'A&B (voir chap. 7.2 et 7.3).

7.4.2 Conclusion pour retour élastique des PmB

L'analyse du groupe de PmB montre que la valeur prescrite de reproductibilité de l'EN, $R = 7\%$ est respectée pour 11 PmB testés sur 12. Un seul résultat est non conforme (voir chap. 7.4.1).

Tab. 18 Valeurs de fidélité pour l'essai de retour élastique selon SN EN 13398

Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	Percentiles résultats Robin			
					50%	75%	90%	95%
R	PmB	7%	~*	193	4.1%	5.4%	6.9%	7.2%

(*) pas de résultats CEN

Les résultats d'essais Robin mesurés montrent qu'il n'y a pas nécessité de modifier la valeur prescrite de 7%.

7.5 Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité - SN EN 13589

Il est à remarquer que très peu de laboratoires pratiquent couramment cet essai. Les résultats sont présentés à titre informatif. 3 PmB ont été testés, en 2004, 2008 et 2009.

En 2004, 6 laboratoires ont participé et ont fourni 3 résultats à 5°C et 3 résultats à 10°C.

En 2008, 6 laboratoires ont participé et ont fourni 5 résultats à 10°C.

En 2009, 10 laboratoires ont participé et ont fourni 9 résultats à 5°C.

La norme EN 13589 :2003 appliquée pour ces 3 essais interlaboratoires spécifie que l'on doit : recommencer tout essai au cours duquel il s'est produit une rupture fragile. Si la seconde éprouvette se rompt également, augmenter la température par pas de 5 °C jusqu'à ce que l'essai s'effectue complètement sans rupture fragile.

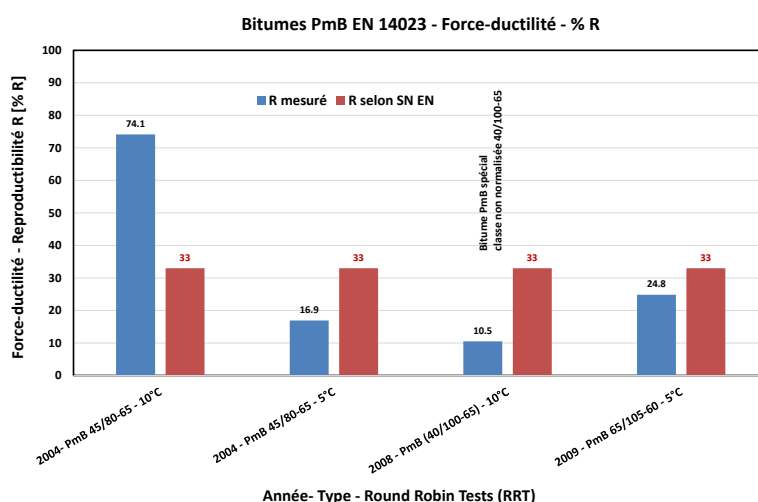


Fig. 41 Reproductibilité R pour PmB

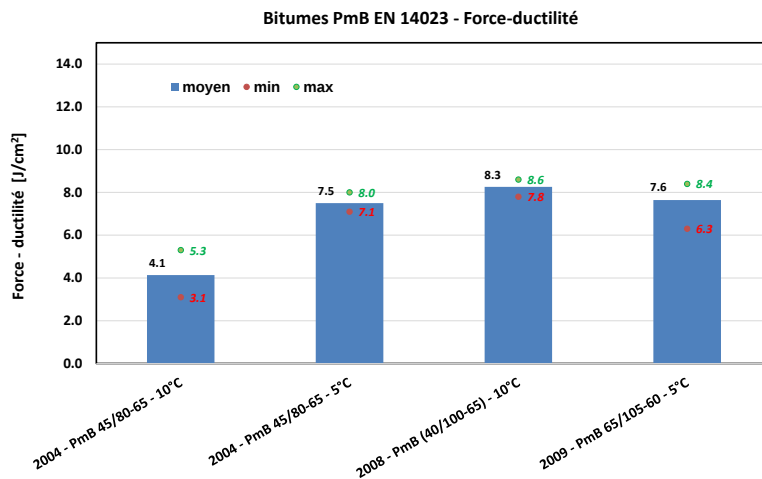


Fig. 42 Valeurs moyenne, minimum, maximum [J/cm²]

7.5.1 Conclusion pour méthode force-ductilité pour PmB

Malgré le peu d'informations disponibles il semble que la valeur prescrite de $R = 33\%$ soit cohérente.

A signaler que ce groupe comporte 22 résultats avec 1 résultat éliminé selon Grubbs.

L'analyse effectuée n'a pas permis de relier la valeur aberrante détectée selon Grubbs avec d'éventuels paramètres particuliers aux conditions d'essais appliquées.

7.6 Point de fragilité Fraass - SN EN 12593

A préciser que cet essai est malheureusement peu pratiqué en Suisse, malgré les informations utiles à l'identification de la fragilité des bitumes à basses températures.

4 bitumes routiers de pénétration ≥ 50 à 100 1/10 mm ont été testés. En 1996, 1998, 1999 avec 2 procédures (avec et sans rectification au Bec Bunsen) et 2002.

Les valeurs de fidélité selon SN EN 12593 ne font pas de distinction entre les différents types de bitumes durs, routiers, multigrades et PmB.

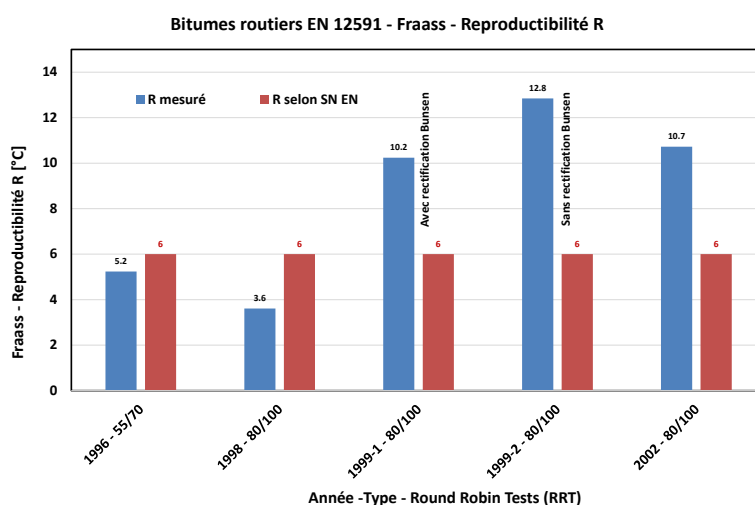


Fig. 43 Reproductibilité R (bitumes routiers)

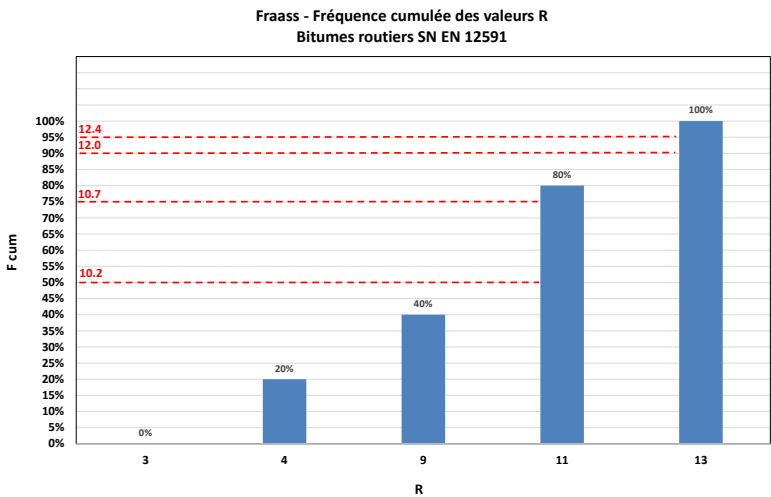


Fig. 44 Reproductibilité R – F cum des R (bitumes routiers)

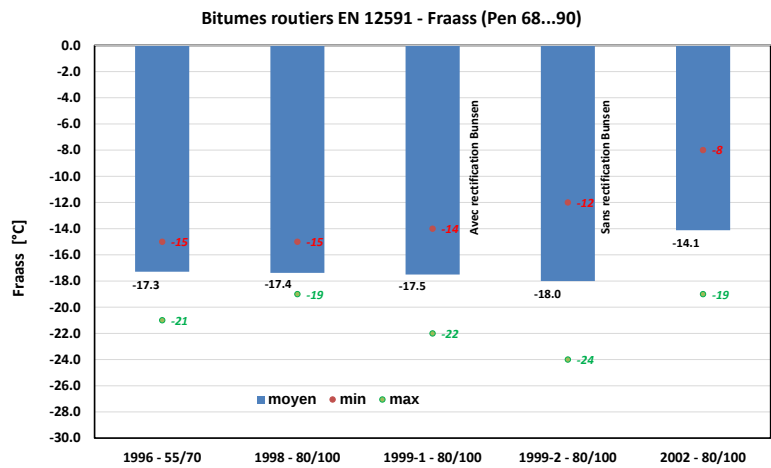


Fig. 45 Valeurs moyenne, minimum, maximum [°C]

7.6.1 Conclusion pour Fraass

Le peu d'informations disponibles ne permettent pas de se prononcer sur la valeur prescrite de R = 6°C. On remarque des écarts significatifs de température.

Tab. 19 Valeurs de fidélité pour l'essai Fraass selon SN EN 12593

Percentiles résultats Robin								
Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	50%	75%	90%	95%
R	Bitumes routier	6 (*)	7 (**)	33	10.2	10.7	12	12.4

(*) Rapport CEN : R=29% conformes à 6°C. (**) Avec 7°C proposé = environ 50% conformes

7.7 Viscosité dynamique SN EN 13702 et SN EN 13302

Un seul essai interlaboratoires a été réalisé en 1998 avec 7 participants dont 2 utilisent le viscosimètre cône et plateau selon SN EN 13702 et 5 le viscosimètre tournant selon SN EN 13302. A préciser que seulement 3 laboratoires ont accrédité cet essai. Les résultats pour la viscosité dynamique η , à 60°C et à 130°C, sont présentés à titre indicatif (analyse partielle, pas de distinction des types de viscosimètre). Autant à 60°C qu'à 130°C, l'analyse effectuée n'a pas permis de détecter de valeur aberrante selon Grubbs.

Pour η mesuré à 60°C : Moyenne = 88 Pa.s, écart-type = 23.5, R = 65.2 Pa.s, R = 74%.

Pour η mesuré à 130°C : Moyenne = 0.30 Pa.s, écart-type = 0.04, R = 0.10 Pa.s, R = 34%.

Le peu d'essais accrédités et de résultats disponibles ainsi la diversité des appareillages utilisés ne permet pas de proposer une conclusion pertinente. A signaler que les valeurs de fidélité prescrites par les normes sont R = 15% et r = 5% pour la viscosité dynamique cône et plateau et R = 12% et r = 3.5% pour la viscosité dynamique au viscosimètre tournant.

7.8 Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif - SN EN 12697-3

La norme EN 12697-3 ainsi que la norme SN EN 12697-3 contenant l'annexe nationale qui précise les conditions d'essai applicables en Suisse afin que différents laboratoires obtiennent des résultats comparables, ne fait pas de distinction entre les différents types de bitumes durs, routiers, multigrades et PmB.

Les analyses suivantes présentent les résultats ensemble puis suivants les groupes de bitumes, durs, routiers, PmB et provenant d'agrégats d'enrobés RA 0/11. Ces résultats apportent un éclairage plus précis des valeurs de fidélité qui concernent les différents types de bitume récupérés. Une analyse détaillée permettant de mieux identifier les différents paramètres qui ont un effet significatif ou un effet négligeable sur les résultats d'essais est présentée dans le chapitre 8.

7.8.1 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés, durs, routiers, PmB

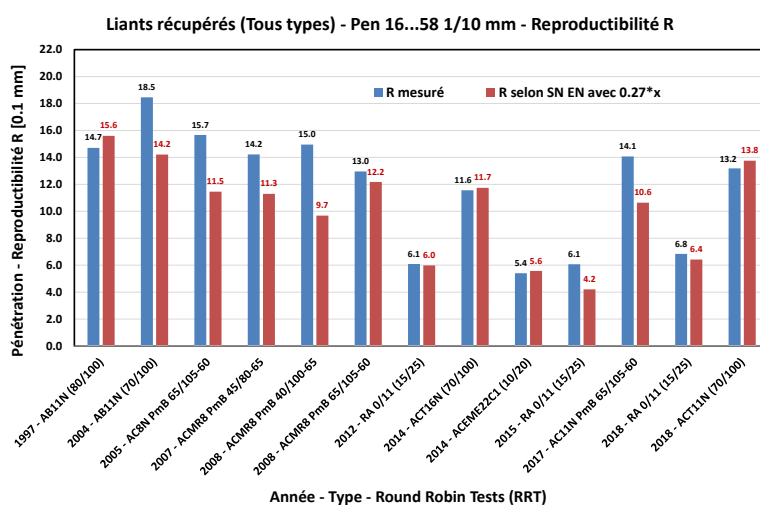


Fig. 46 Reproductibilité R des bitumes récupérés durs, routiers, PmB

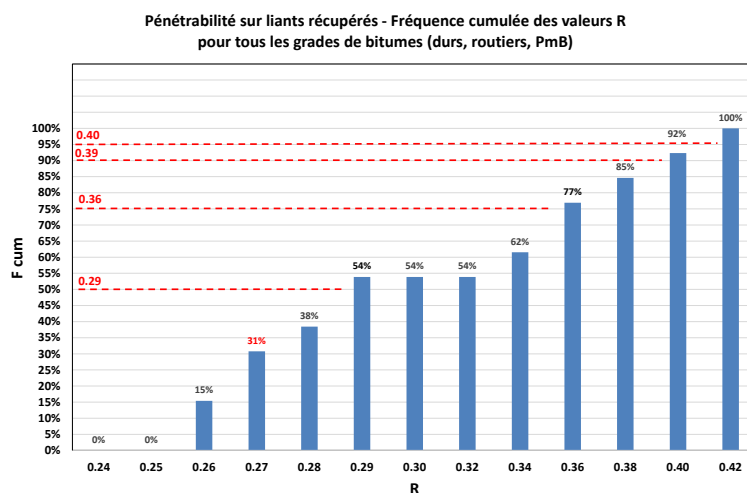


Fig. 47 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés durs, routiers, PmB

Sur la base des résultats présentés dans les figures 46 et 47, il apparaît que 4 résultats pour 13 essais interlaboratoires (soit 31%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 0.27 \times$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est significative.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.47) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à $R = 0.29 \times$; à 75% $R = 0.36 \times$; à 90% $R = 0.39 \times$; à 95% $R = 0.40 \times$.

Une distinction est faite ci-après entre les bitumes routiers durs et PmB.

7.8.2 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés durs, routiers

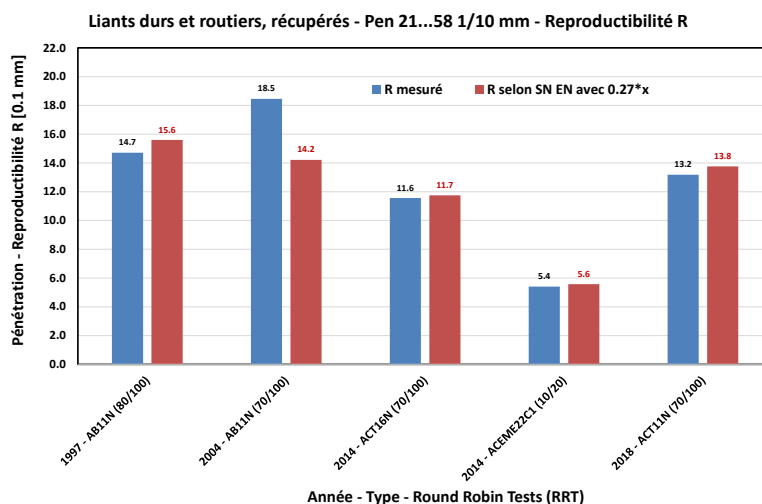


Fig. 48 Reproductibilité R des bitumes récupérés durs, routiers

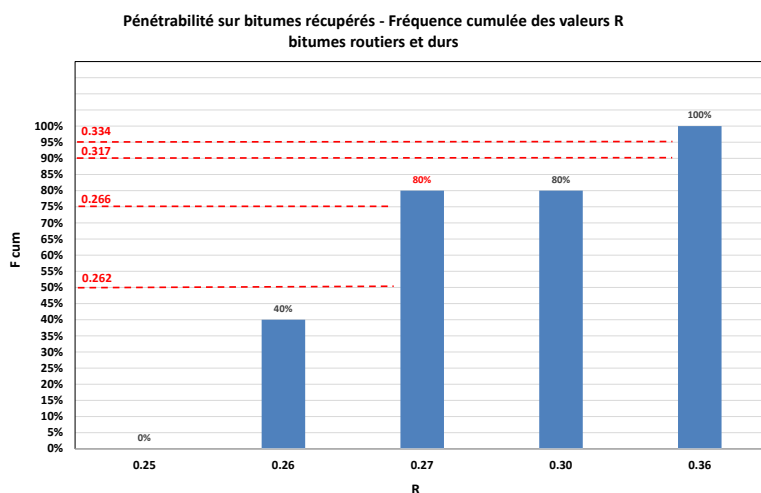


Fig. 49 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés routiers, durs

Sur la base des résultats présentés dans les figures 48 et 49, il apparaît que 4 résultats pour 5 essais interlaboratoires (soit 80%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 0.27 \times$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est très faible.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.49) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes la valeur calculée correspond à $R = 0.26 \times$; à 75% $R = 0.27 \times$; à 90% $R = 0.32 \times$; à 95% $R = 0.33 \times$.

7.8.3 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés PmB

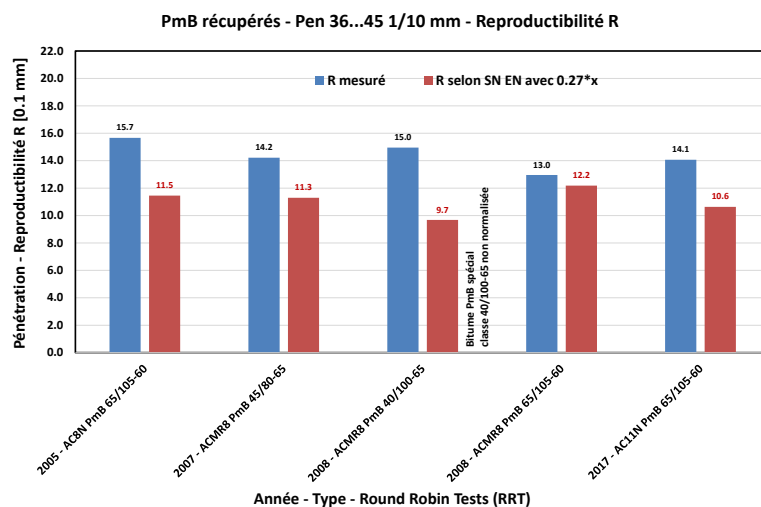


Fig. 50 Reproductibilité R des bitumes récupérés PmB

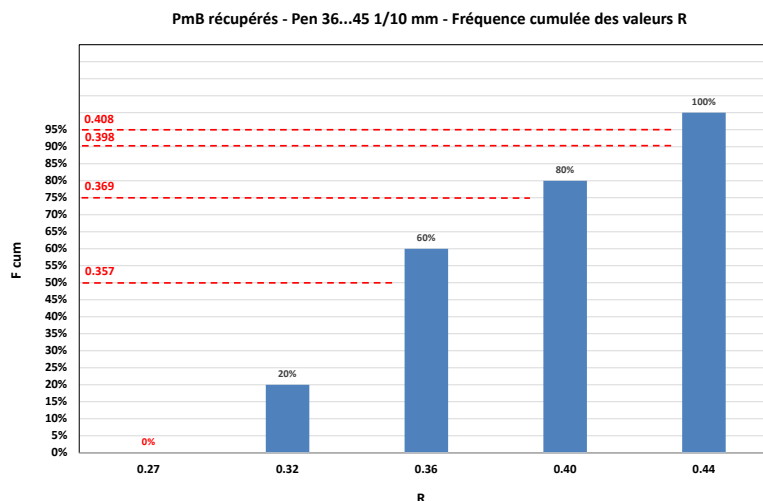


Fig. 51 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés PmB

Sur la base des résultats présentés dans les figures 50 et 51, il apparaît qu'aucun résultat pour 5 essais interlaboratoires (soit 0%) ne respecte la valeur prescrite de reproductibilité $R = 0.27 \times$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est élevée.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.51) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 0.36 \times$; à 75% $R = 0.37 \times$; à 90% $R = 0.40 \times$; à 95% $R = 0.41 \times$.

7.8.4 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426 - Bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés

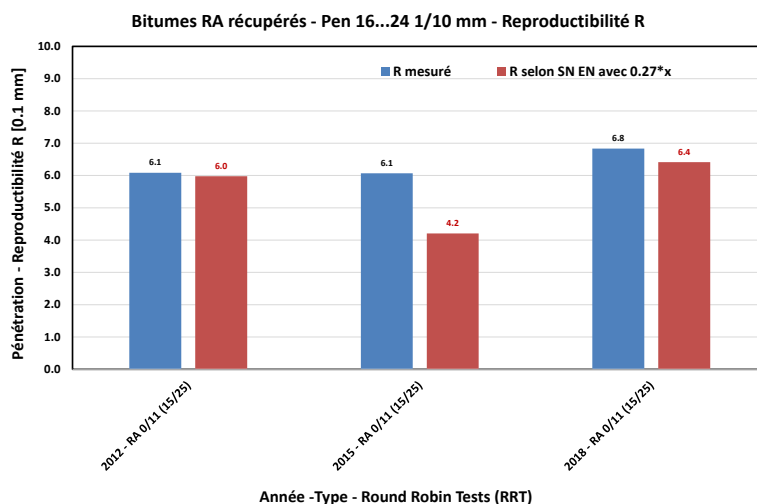


Fig. 52 Reproductibilité R des bitumes récupérés de RA

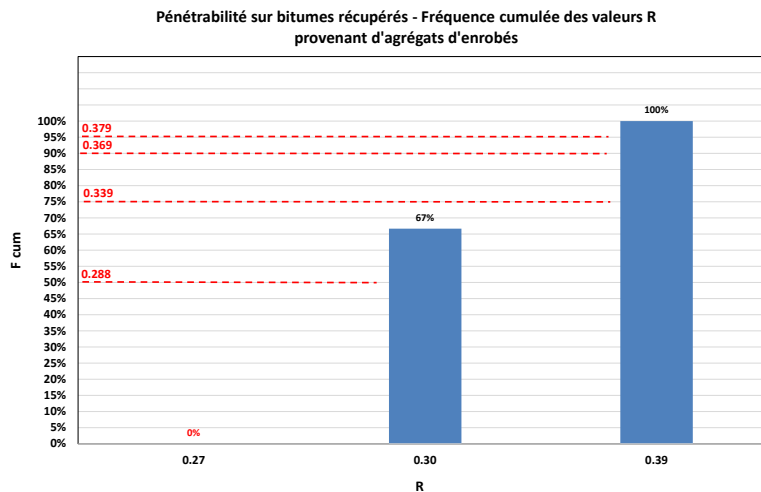


Fig. 53 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés de RA

Sur la base des résultats présentés dans les figures 52 et 53, il apparaît qu'aucun résultat des 3 essais interlaboratoires (soit 0%) ne respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 0.27 \times$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est moyen.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.53) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 0.29 \times$; à 75% $R = 0.34 \times$; à 90% $R = 0.37 \times$; à 95% $R = 0.38 \times$.

7.8.5 Conclusion – Récupération des liants - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

Pour le groupe comprenant tous les bitumes récupérés (selon norme), l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de $0.27 \times$ n'est respectée que pour 31% des résultats.

Pour les bitumes durs, routiers, récupérés, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de $0.27 \times$ est respectée pour 80% des résultats.

Pour les PmB récupérés, l'analyse de la reproductibilité R montre que 100% des résultats ne respectent pas la valeur prescrite de $0.27 \times$.

Pour les liants récupérés d'agrégats d'enrobés, l'analyse de la reproductibilité R montre que 100% des résultats ne respectent pas la valeur prescrite de $0.27 \times$. L'analyse de la répétabilité r (1 essai interlaboratoires) montre que la valeur prescrite de $0.10 \times$ est respectée.

Ces résultats montrent clairement qu'il est nécessaire de distinguer les valeurs de fidélité des bitumes routiers et durs, de celles des PmB et probablement aussi des liants récupérés d'agrégats d'enrobés.

La corrélation avec des paramètres particuliers est traitée dans le chapitre 8.

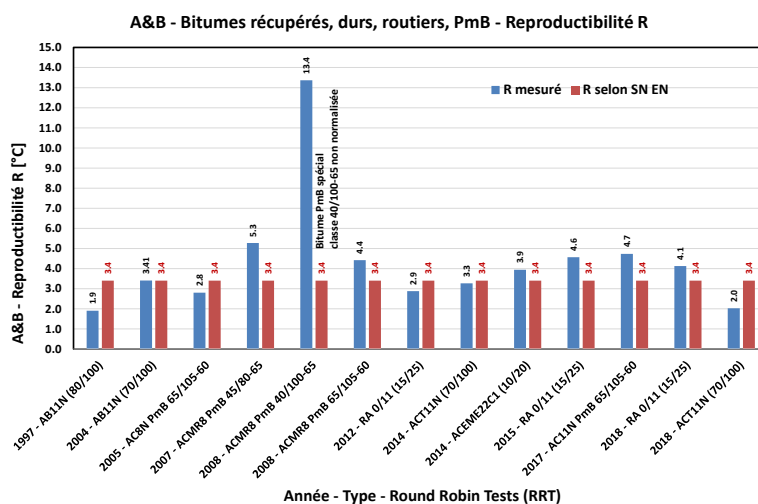
Aucun résultat n'est disponible dans la synthèse CEN concernant les liants récupérés.

Tab. 20 Valeurs de fidélité pénétrabilité de bitumes récupérés selon SN EN 12697-3

Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	Percentiles résultats Robin			
					50%	75%	90%	95%
R	Bitumes et PmB	0.27.x	-	255	0.29	0.36	0.39	0.40
R	Bitumes routiers et durs	0.27.x	-	89	0.26	0.27	0.32	0.33
R	PmB	0.27.x	-	99	0.36	0.37	0.40	0.41
R	Bitumes RA 0/11	0.27.x	-	67	0.29	0.34	0.37	0.38
r	Bitumes RA 0/11	0.10.x	-	46	0.09 (1 essai interlaboratoires)			

7.8.6 Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427

L'ensemble des résultats est présenté dans la figure 54. Le bitume spécial (2008 - ACMR8 PmB 40/100-65) n'est pas retenu dans les analyses suivantes lesquelles se séparent dans des sous-groupes, bitumes durs, routiers et PmB.

**Fig. 54** Reproductibilité R des bitumes récupérés durs, routiers, PmB

7.8.7 A&B - SN EN 1427 - Bitumes récupérés, durs, routiers et PmB

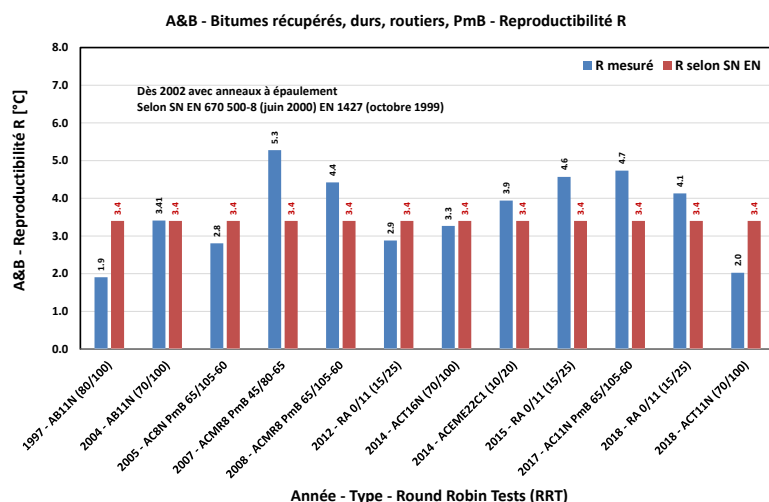


Fig. 55 Reproductibilité R des bitumes récupérés durs, routiers et PmB

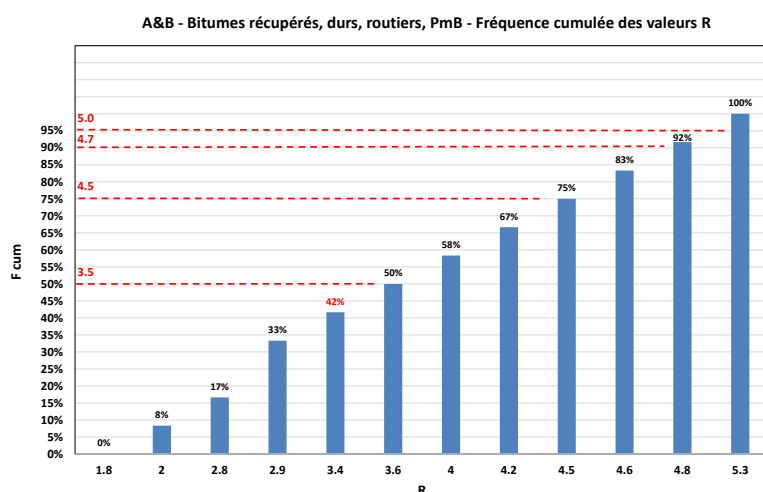


Fig. 56 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés durs, routiers et PmB

Sur la base des résultats présentés dans les figures 55 et 56, il apparaît que 5 résultats pour 12 essais interlaboratoires (soit 42%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 3.4^{\circ}\text{C}$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est significative.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.56) montrent que : pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 3.5$; à 75% $R = 4.5$; à 90% $R = 4.7$; à 95% $R = 5.0$.

Les analyses suivantes séparent dans des sous-groupes, les bitumes durs et routiers, les PmB et les bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés.

7.8.8 A&B - SN EN 1427 - Bitumes durs, routiers récupérés

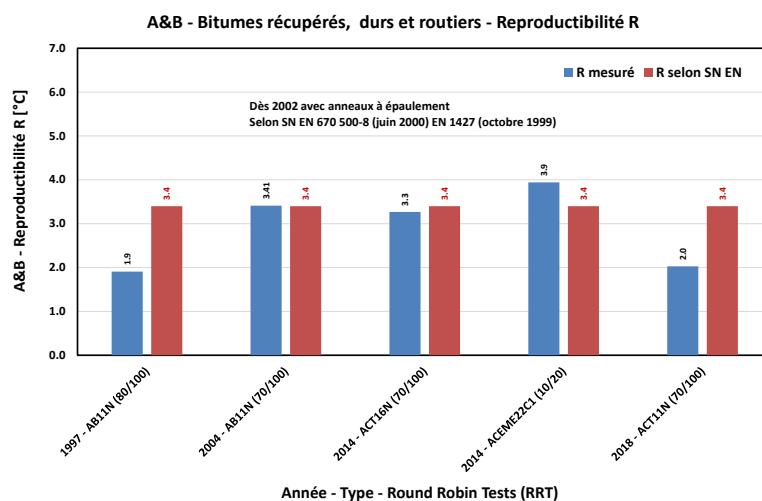


Fig. 57 Reproductibilité R des bitumes récupérés durs et routiers

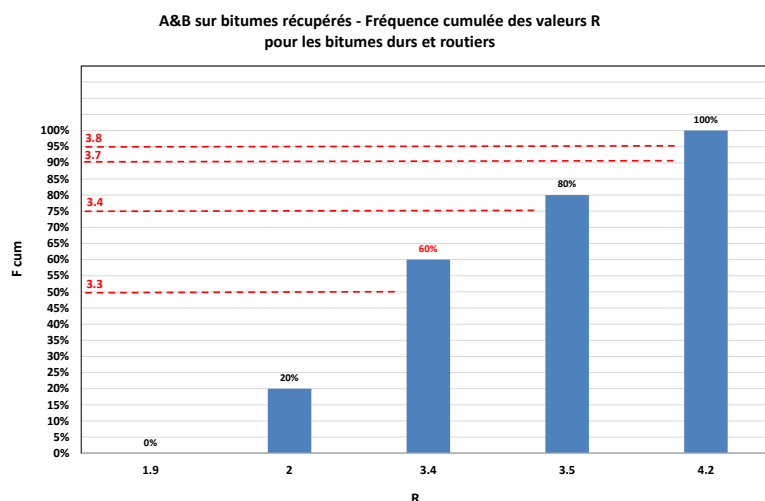


Fig. 58 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés durs et routiers

Sur la base des résultats présentés dans les figures 57 et 58, il apparaît que 3 résultats pour 5 essais interlaboratoires (soit 60%) respectent la valeur prescrite de reproductibilité $R = 3.4^{\circ}\text{C}$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est dans l'ensemble assez faible.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.58) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 3.3$; à 75% $R = 3.4$; à 90% $R = 3.7$; à 95% $R = 3.8$.

7.8.9 A&B - SN EN 1427 - PmB récupérés

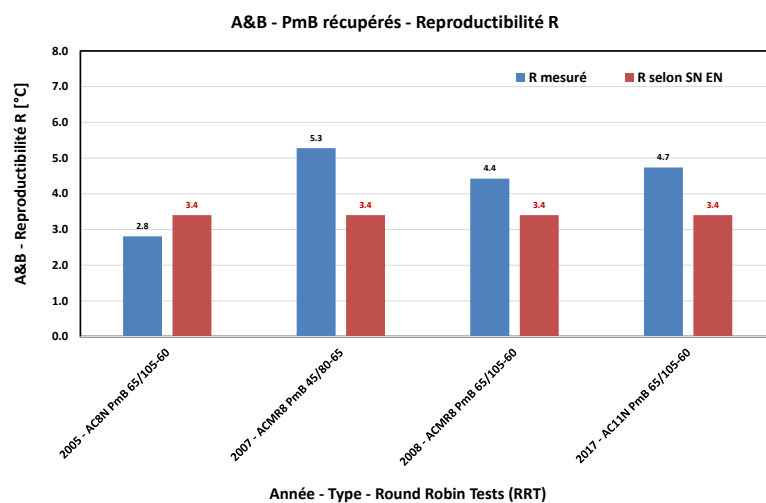


Fig. 59 Reproductibilité R des PmB récupérés

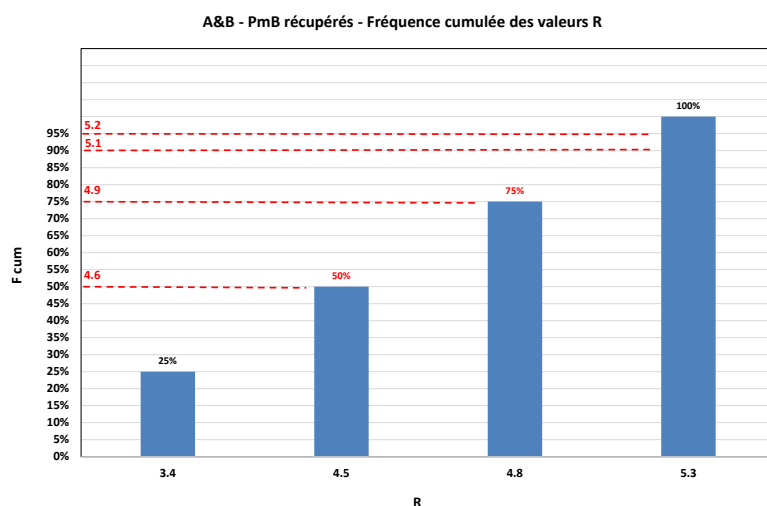


Fig. 60 Reproductibilité R – F cum des R des PmB récupérés

Sur la base des résultats présentés dans les figures 59 et 60, il apparaît qu'un résultat pour 4 essais interlaboratoires (soit 25%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité $R = 3.4^{\circ}\text{C}$. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est élevé.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.60) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à $R = 4.6^{\circ}\text{C}$; à 75% $R = 4.9^{\circ}\text{C}$; à 90% $R = 5.1^{\circ}\text{C}$; à 95% $R = 5.2^{\circ}\text{C}$.

7.8.10 A&B - SN EN 1427 - Bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés

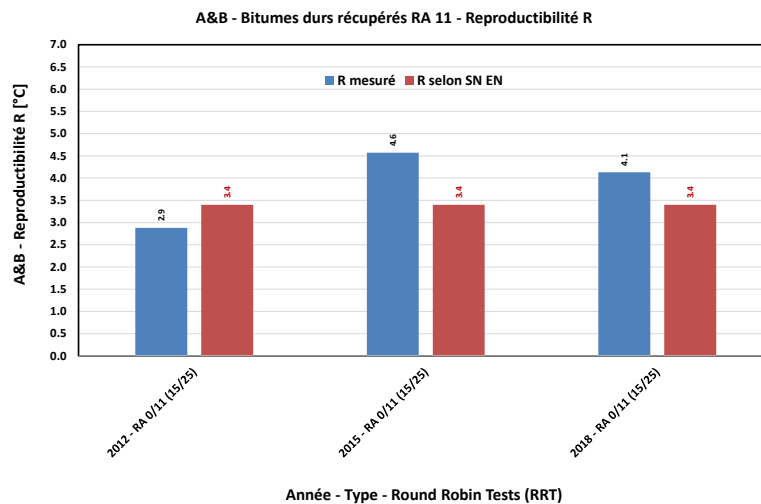


Fig. 61 Reproductibilité R des bitumes durs récupérés d'agrégats d'enrobés

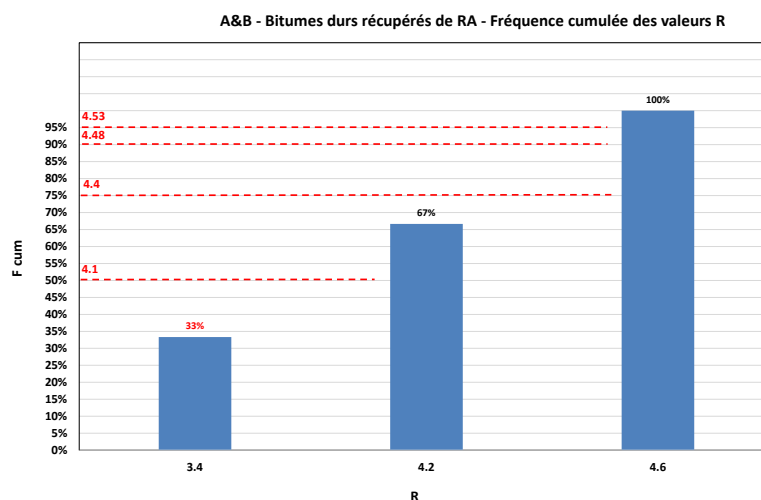


Fig. 62 Reproductibilité R – F cum des R des bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés

Sur la base des résultats présentés dans les figures 61 et 62, il apparaît qu'un résultat pour 3 essais interlaboratoires (soit 33%) respecte la valeur prescrite de reproductibilité R = 3.4°C. L'écart entre la valeur prescrite et les résultats RRT ci-dessus est significative.

Les percentiles calculés fonction de la fréquence cumulée des valeurs R (voir fig.62) montrent que pour obtenir 50% de RRT conformes, la valeur calculée correspond à R = 4.1°C; à 75% R = 4.4°C; à 90% R = 4.48°C; à 95% R = 4.53°C.

7.8.11 Conclusion – Récupération des liants - Ramollissement anneau et bille - SN EN 1427

Pour le groupe comprenant tous les bitumes récupérés (selon norme), l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 3.4°C n'est respectée que pour 42% des résultats.

Pour les bitumes durs et routiers, récupérés, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 3.4°C est respectée pour 60% des résultats.

Pour les PmB récupérés, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 3.4°C est respectée pour 25% des résultats.

Pour les bitumes récupérés d'agrégats d'enrobés, l'analyse de la reproductibilité R montre que la valeur prescrite de 3.4°C est respectée pour 33% des résultats. L'analyse de la répétabilité r (1 essai interlaboratoires) montre que la valeur prescrite de 1.9°C est respectée.

Ces résultats montrent clairement qu'il est nécessaire de distinguer les valeurs de fidélité des bitumes routiers et durs, de celles des PmB et probablement aussi des liants récupérés d'agrégats d'enrobés.

Aucun résultat n'est disponible dans la synthèse CEN concernant les liants récupérés.

La corrélation avec des paramètres particuliers est traitée dans le chapitre 8.

Tab. 21 Valeurs de fidélité A&B de bitumes récupérés selon SN EN 12697-3

Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	Percentiles résultats Robin			
					50%	75%	90%	95%
R	Bitumes et PmB	3.4	-	219	3.5	4.5	4.7	5.0
R	Bitumes routiers et durs	3.4	-	82	3.3	3.4	3.7	3.8
R	PmB	3.4	-	74	4.6	4.9	5.1	5.2
R	Bitumes RA 0/11	3.4	-	66	4.1	4.4	4.48	4.53
r	Bitumes RA 0/11	1.9		40	1.8 (1 essai interlaboratoires)			

7.8.12 Retour élastique - SN EN 13398 - PmB récupérés

Seulement 2 essais ont été réalisés en 2007 et 2017. L'analyse est présentée à titre indicatif.

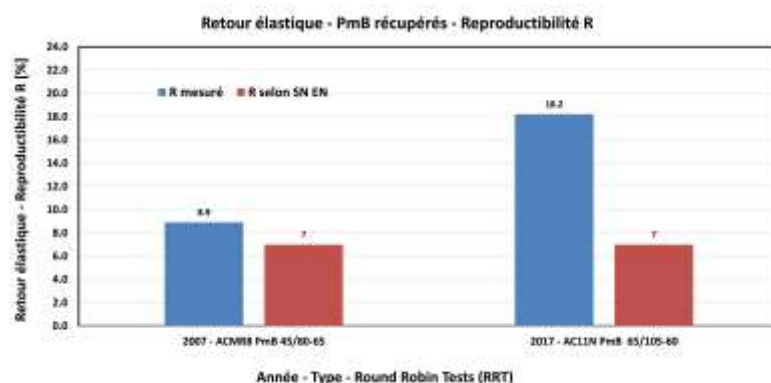


Fig. 63 Reproductibilité R des PmB récupérés

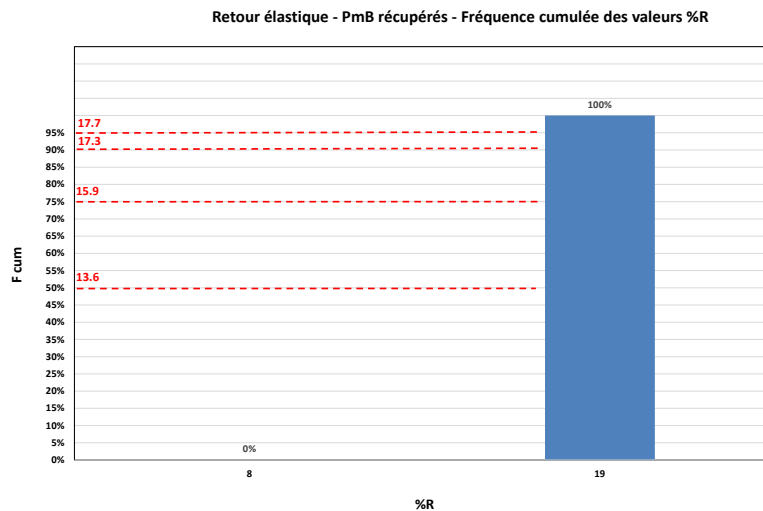


Fig. 64 Reproductibilité R – F cum des %R des PmB récupérés

7.8.13 Conclusion – Récupération des liants – Retour élastique - SN EN 13398

Il est important de préciser qu'aucune valeur de fidélité n'est prescrite pour le retour élastique réalisé sur les liants récupérés.

Le peu de résultats disponibles permettent simplement de constater que la valeur prescrite de reproductibilité $R = 7\%$ pour les essais effectués sur les bitumes de base ne convient probablement pas à l'essai réalisé sur le liant récupéré car la micromorphologie du PmB peut dans certains cas être modifiée.

A signaler que le rapport de recherche VSS 2002/403 n° 1464 "Récupération de liants modifiés aux polymères issus d'échantillons d'enrobés" précise que les propriétés des liants récupérés avec différents solvants montrent une faible différence en ce qui concerne la pénétration et le retour élastique mais pour des mélanges fabriqués en laboratoire pour lesquels tous les paramètres sont maîtrisés, ce qui n'est pas toujours le cas pour les mélanges fabriqués en centrales.

7.9 Essais spéciaux - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

En 1997 et en 2017 des essais interlaboratoires "spéciaux" ont été réalisés. Suite à l'obtention d'écart-type très élevés en 1997, il a été proposé de découpler la séquence réchauffage du liant préparation des échantillons, pour isoler uniquement la procédure d'essai ainsi que l'incidence de la chaîne de mesure.

En 1997, le laboratoire organisateur a préparé les échantillons (2 bitumes : 55/70 et 80/100) dans les godets de mesure puis après refroidissement à température ambiante, ils ont été conditionnés à -20°C durant 16h puis transmis par poste express dans des emballages thermo. Après réception et attente de remise en température ambiante (24h), ils ont été testés dans les mêmes conditions (histoire thermique semblable).

A signaler que dans tous les graphiques et texte avec représentation des z-score, chaque laboratoire est référencé par la même lettre, pour l'ensemble des résultats collectés de 1996 à 2018.

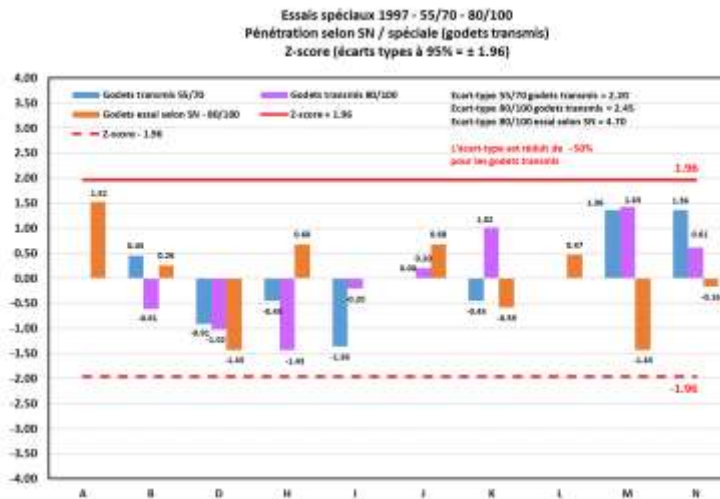


Fig. 65 Essai spécial 1997 – Incidence du réchauffage et de la procédure

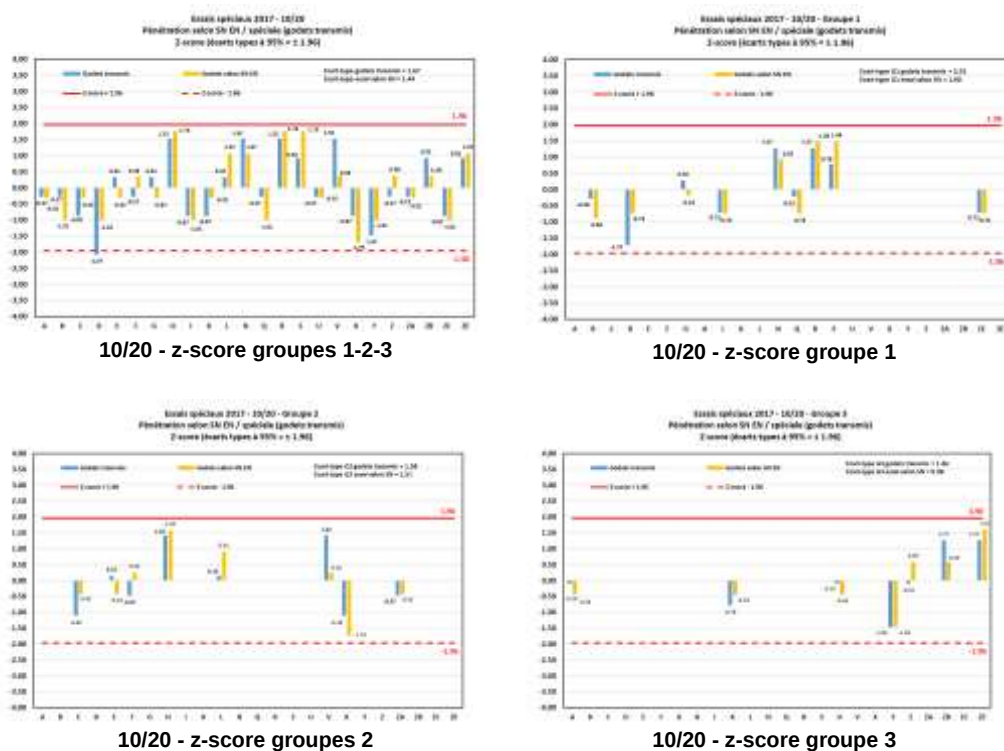
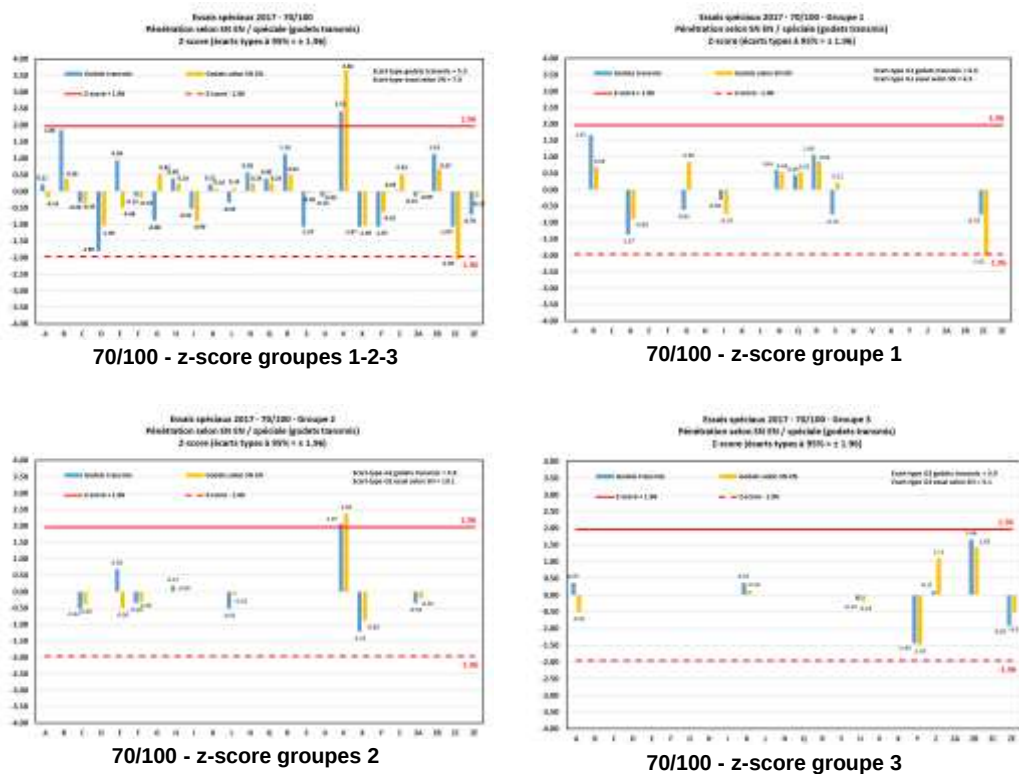
10 laboratoires ont participé, partiellement pour certains.

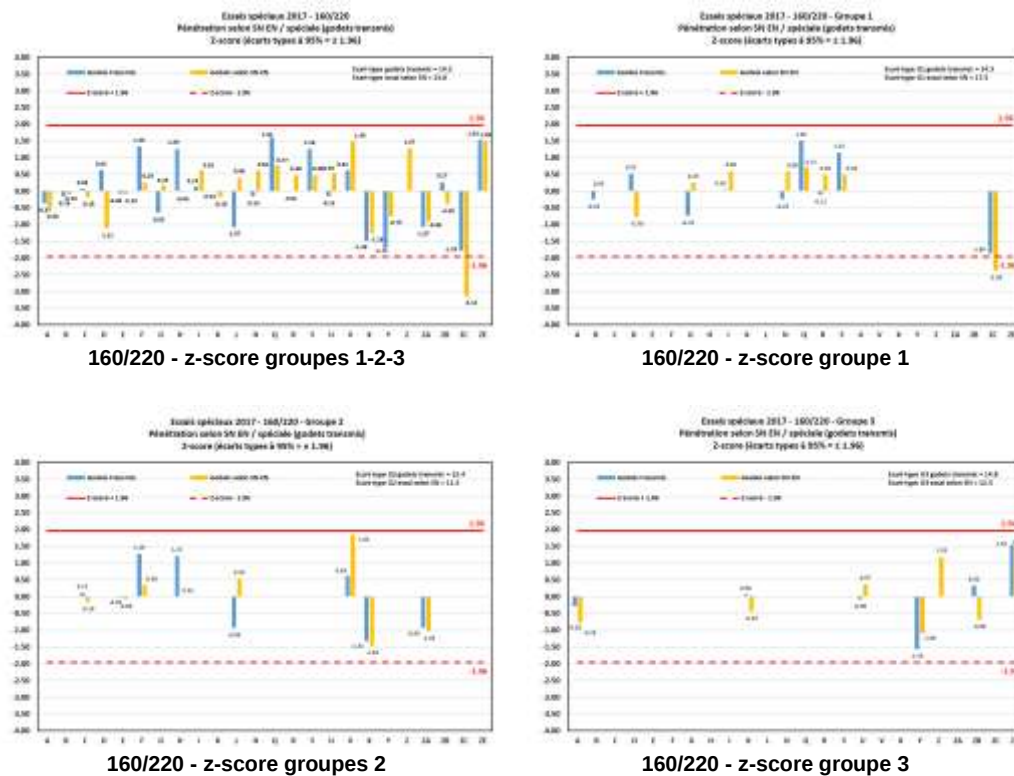
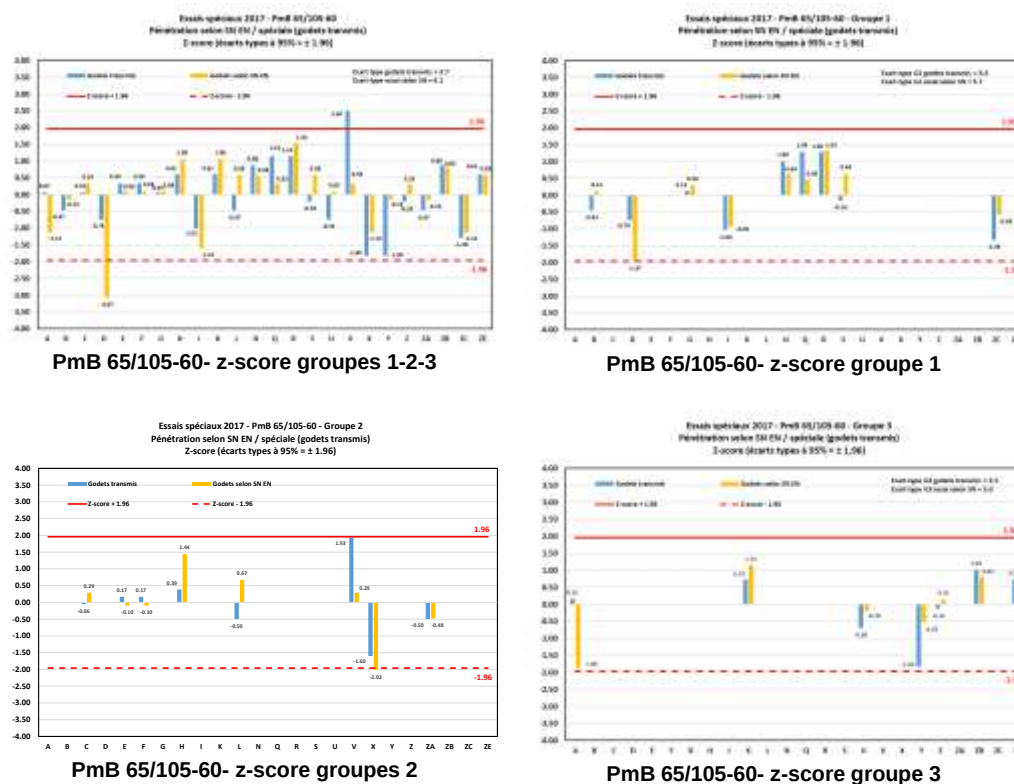
La représentation avec les valeurs z-score permet de situer les tendances de résultats par rapport à la valeur moyenne "inférieurs-moyens-supérieurs", indépendamment du type. À signaler une réduction de 50% de l'écart-type pour le bitume 80/100. Le bitume 55/70 n'a pas été testé selon la procédure SN. L'écart-type est similaire à celui du 80/100.

En 2017, une même opération a été réalisée avec 24 laboratoires sur 4 bitumes (10/20, 70/100, 160/220, PmB 65/105-60). Compte tenu du grand nombre de participants, 3 groupes ont été créés pour des raisons de logistique. La procédure s'est déroulée sur 3 semaines avec le même principe qu'en 1997 (histoire thermique semblable pour tous les participants).

Comme pour 1997, la représentation avec les valeurs z-score permet de situer les tendances de résultats "inférieurs-moyens-supérieurs", indépendamment du type de bitume.

Pour la synthèse intégrant les 3 groupes, les valeurs z-score ont été recalculées avec l'ensemble des valeurs. Une légère différence de procédure de préparation entre les 3 groupes explique l'étendue plus grande des z-score.

Bitume 10/20**Fig. 66** Essai spécial 2017 – Incidence réchauffage et procédure – 10/20**Bitume 70/100****Fig. 67** Essai spécial 2017 – Incidence réchauffage et procédure – 70/100

160/220**Fig. 68** Essai spécial 2017 – Incidence réchauffage et procédure – 160/220**PmB 65/105-60****Fig. 69** Essai spécial 2017 – Incidence réchauffage et procédure - PmB 65/105-60

Pour les 4 bitumes testés, on relève des écarts-types du même ordre de grandeur et pour une majorité de résultats, on constate des tendances de résultats semblables par participants "inférieurs-moyens-supérieurs"

Une synthèse présente l'ensemble des résultats pour les 4 bitumes avec combinaison des 3 groupes, puis pour chacun des groupes.

Synthèse des 4 bitumes 10/20 – 70/100 – 160-220 - PmB 65/105-60

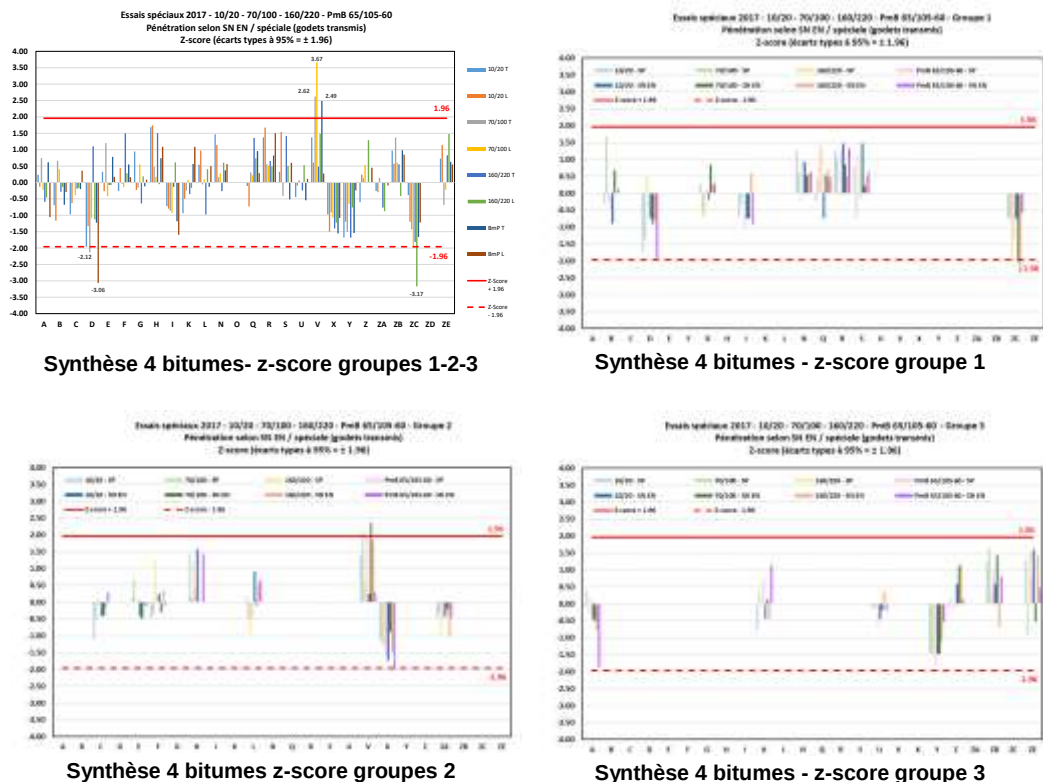


Fig. 70 Essai spécial 2017 – Incidence réchauffage et procédure – 4 bitumes

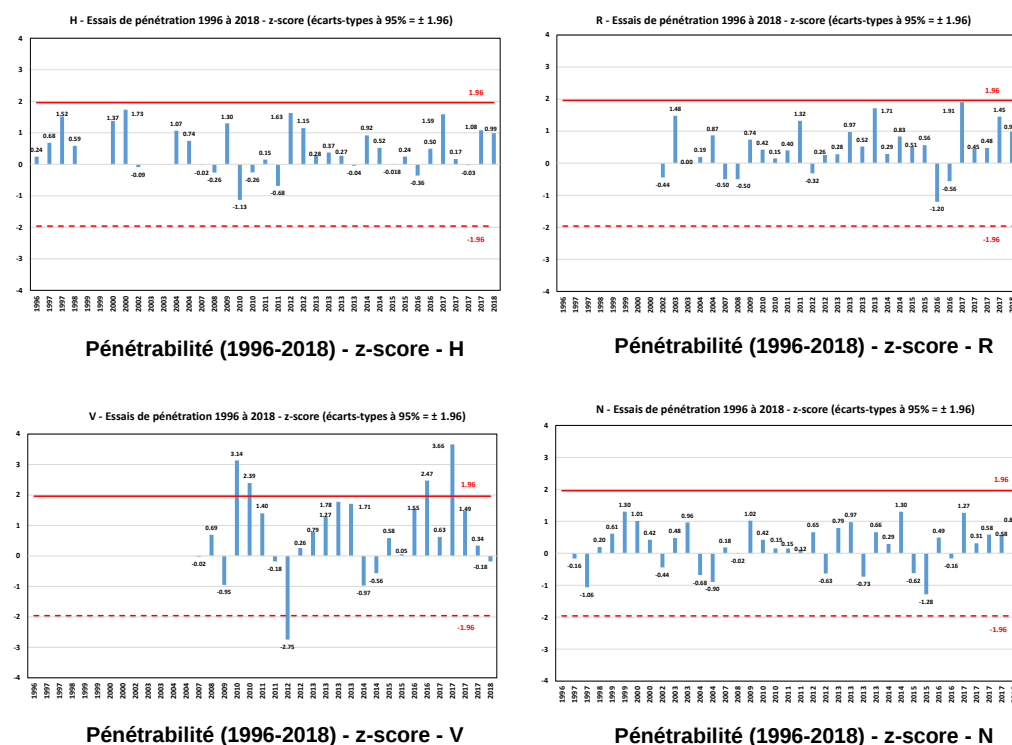
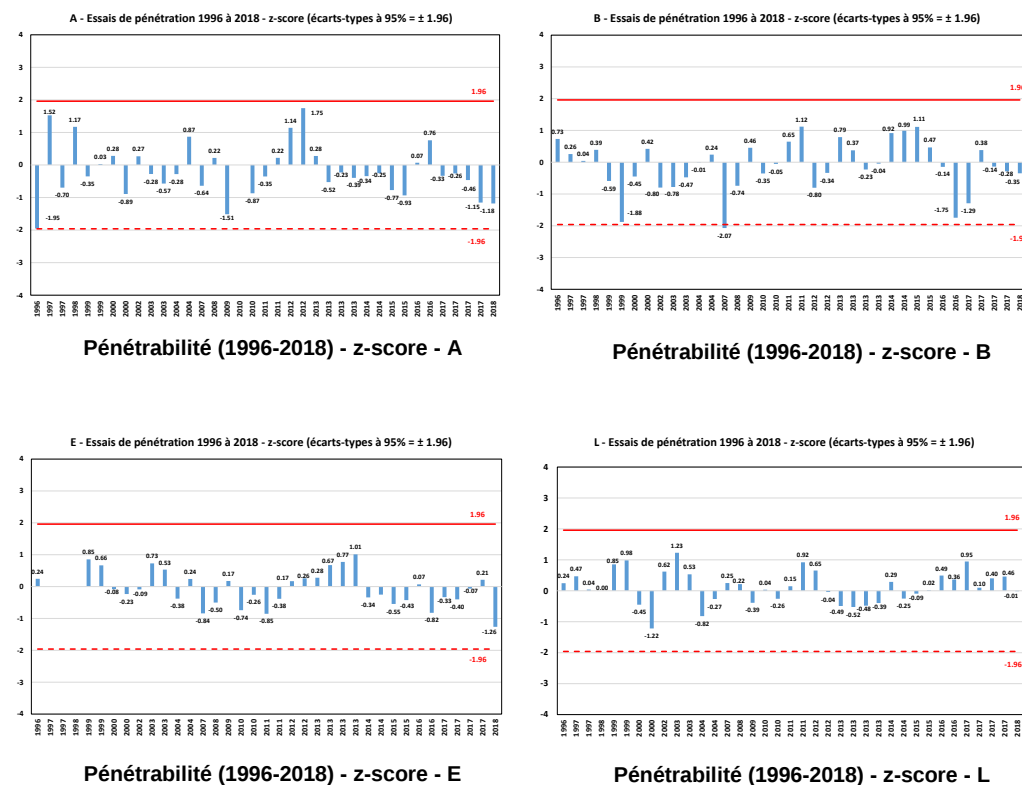
Dans le cadre de la procédure SN EN normale, les 4 échantillons ont été traités selon la norme SN EN 1426, Pénétrabilité à l'aiguille et aucun paramètre non conforme n'a été détecté. On constate des tendances de résultats, par participant, le plus souvent similaires entre les résultats d'essais de la procédure normale avec réchauffage et préparation et les godets préparés et transmis par l'organisateur. Cela semble démontrer un effet mineur de la procédure de réchauffage-préparation avec un effet probablement prédominant de la chaîne de mesure (étalonnage, appareillage, opérateur, etc.).

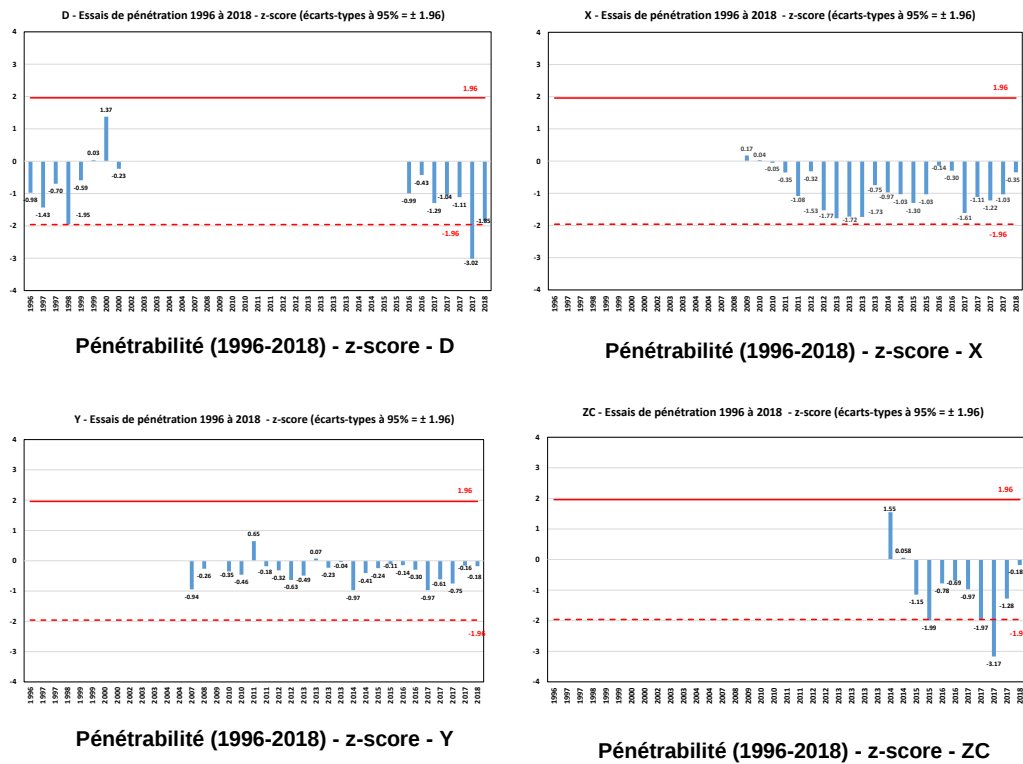
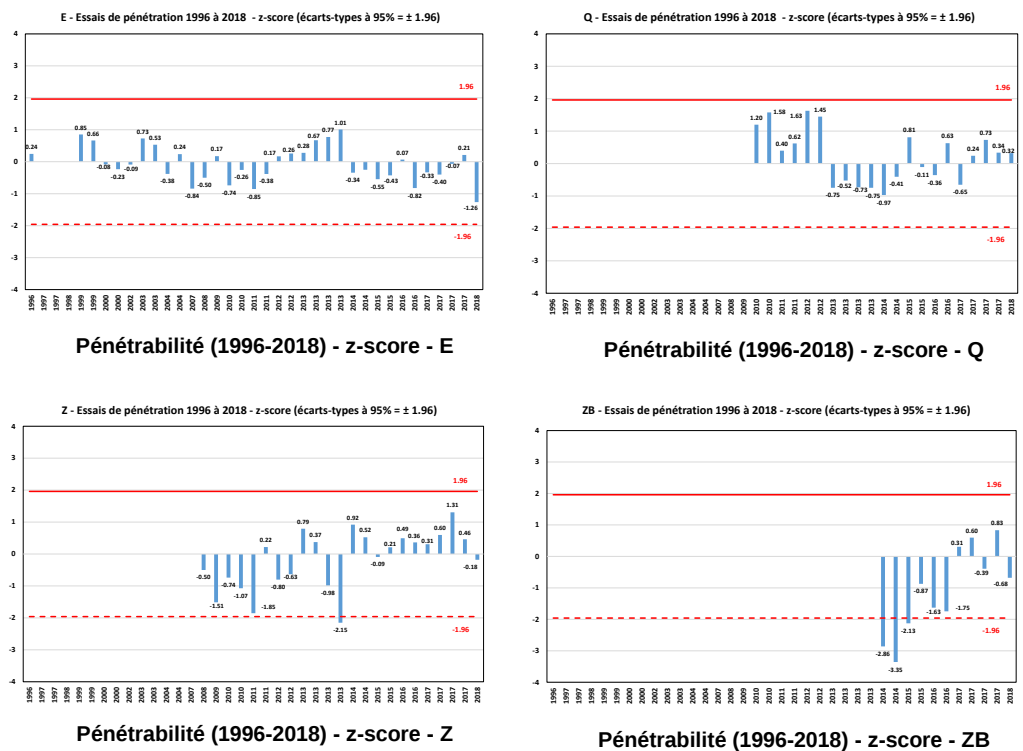
Les tendances de z-score (valeurs statistiques de cohérence interlaboratoires) constatées sont clairement confirmées lorsque l'on analyse les résultats de tous les essais réalisés par chaque laboratoire, depuis 1996.

La présentation de résultats de quelques laboratoires avec des tendances significatives le confirment en analysant les résultats de la période d'essais de 1996 à 2018 (les lettres identifient les résultats par laboratoire).

H, R, V, N avec tendances "supérieures", A, B, E, L avec tendances "moyennes"

D, X, Y, ZC avec tendances "inférieures", E, Q, Z, ZB avec changement de tendances

Quelques résultats (1996-2018) avec tendance de z-score supérieurs à la moyenne**Fig. 71** Pénétrabilité (1996-2018) – z-score avec résultats de tendance "+"**Quelques résultats (1996-2018) avec tendances de z-score proches de la moyenne****Fig. 72** Pénétrabilité (1996-2018) – z-score avec résultats de tendance "±"

Quelques résultats (1996-2018) avec tendance de z-score inférieurs à la moyenne**Fig. 73** Pénétrabilité (1996-2018) – z-score avec résultats de tendance " - "**Quelques résultats (1996-2018) avec changement de tendance de z-score****Fig. 74** Pénétrabilité (1996-2018) – z-score avec changement de tendance

7.9.1 Conclusion - Essais spéciaux - Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

Lorsque les conditions de préparation sont précisément définies, en particulier : la température de réchauffage imposée, le temps de réchauffage minimum, la durée de mise en température pour l'essai, etc., on constate une certaine constance des tendances de résultats obtenus par les laboratoires participants. Ces tendances de résultats "inférieurs-moyens-supérieurs", qualifiés par les z-score, permettent de suivre l'évolution des résultats dans le temps, indépendamment du type de bitume testé et d'évaluer la valeur statistique de cohérence interlaboratoires.

Pour les 3 groupes avec des résultats "inférieurs-moyens-supérieurs", on observe pour la majorité des cas une certaine constance de tendance. Pour un 4^{ème} groupe, on peut aussi observer un changement significatif de tendance au cours du temps.

En isolant le paramètre réchauffage/préparation (échantillons préparé par l'organisateur) et en comparant les résultats avec ceux des échantillons préparés par les laboratoires, il apparaît que les tendances de résultats obtenues dépendent plus spécifiquement de la chaîne de mesure (étalonnage, appareillage, opérateur, etc.).

D'autre part, il est constaté que plus de 95% des résultats de z-score se situent dans l'intervalle ± 1.96 , la valeur statistique de cohérence interlaboratoires mesurée, peut être qualifiée de "satisfaisante".

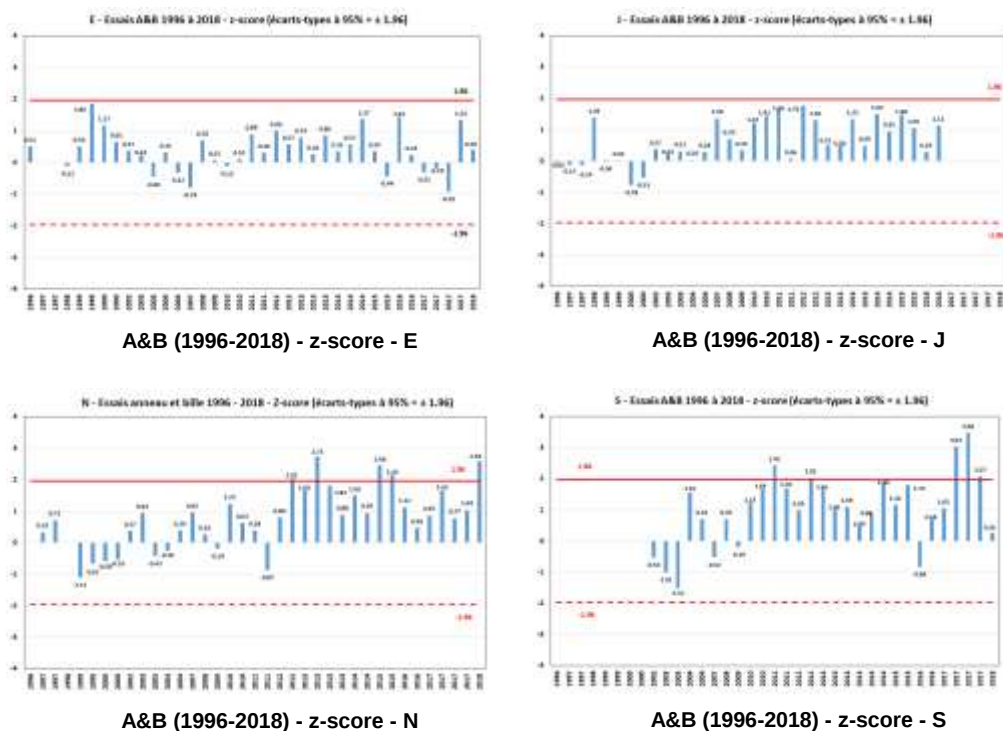
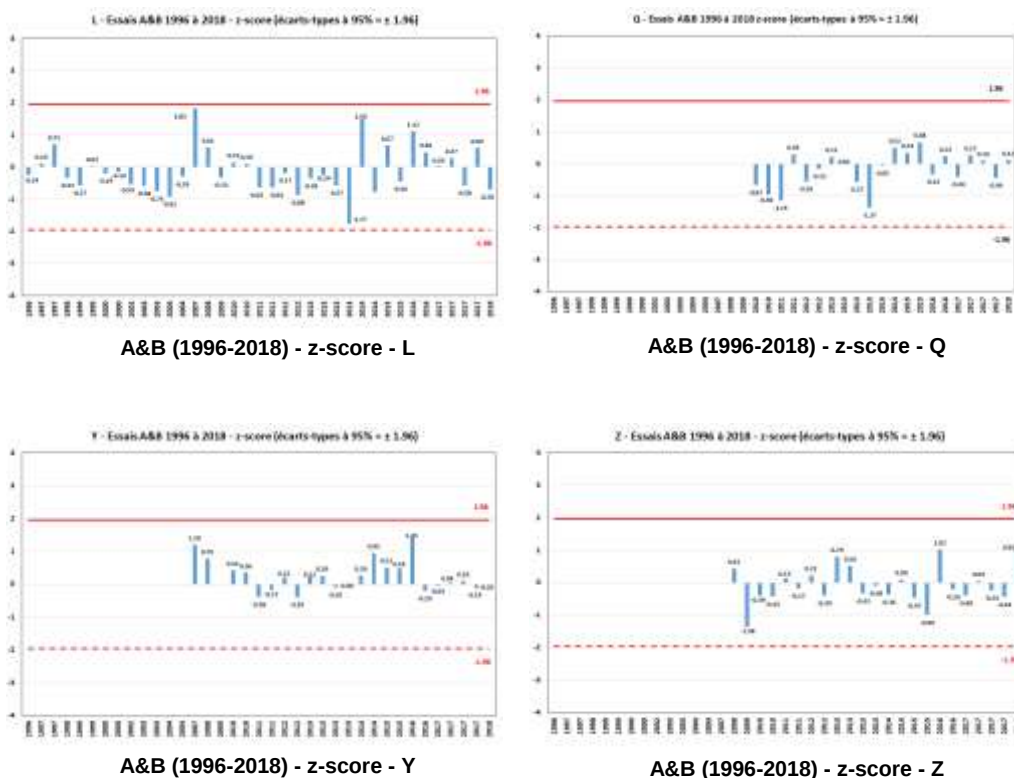
7.10 A&B - SN EN 1427 – Identification de tendances de résultats selon z-score

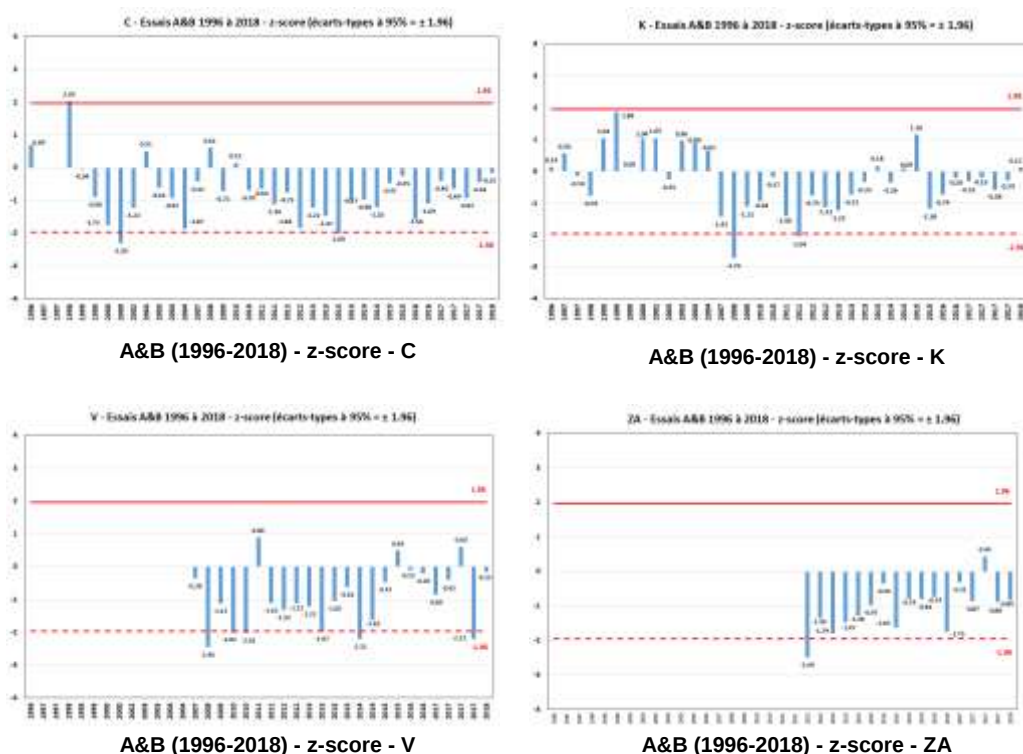
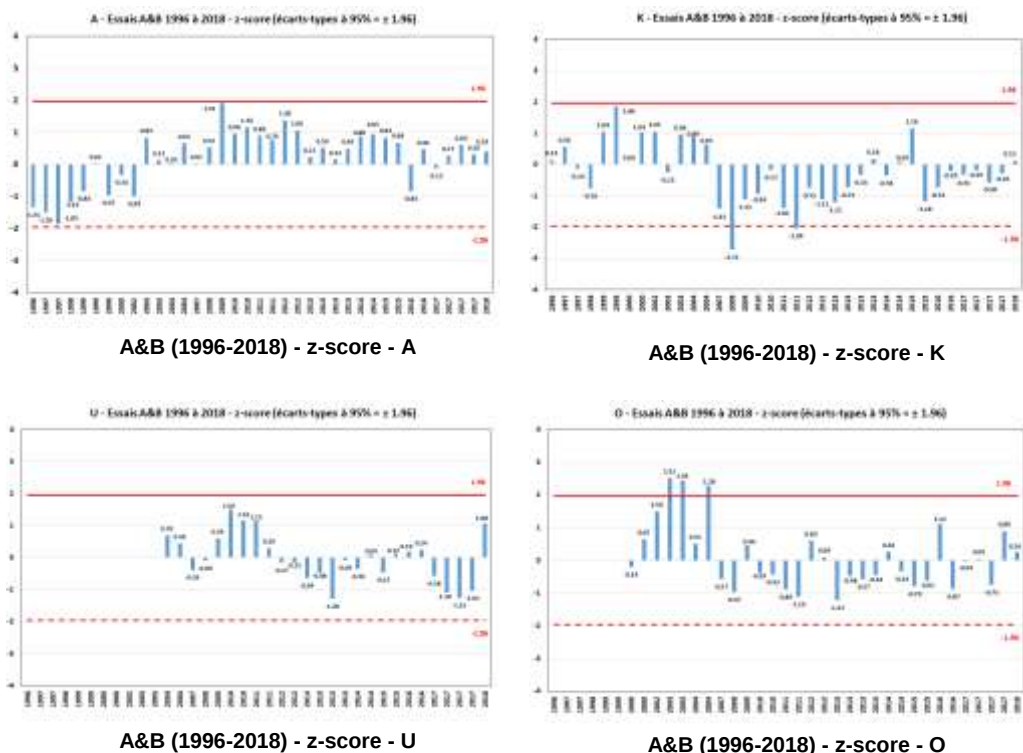
Aucun essai spécial n'a été réalisé mais comme pour la pénétrabilité, les résultats "inférieurs-moyens-supérieurs", qualifiés par les z-score, permettent de suivre l'évolution des résultats dans le temps, indépendamment du type de bitume testé et d'évaluer la valeur statistique de cohérence interlaboratoires.

La présentation de quelques résultats de laboratoires avec des tendances significatives confirment ces observations, en analysant les résultats de la période d'essais de 1996 à 2018 (les lettres identifient les résultats par laboratoire).

E, J, N, S avec tendances "supérieures", L, Q, Y, Z avec tendances "moyennes"

C, K, V, ZA avec tendances "inférieures", A, K, U, O avec changement de tendances

Quelques résultats (1996-2018) avec tendance de z-score supérieurs à la moyenne**Fig. 75** A&B (1996-2018) – z-score avec résultats de tendance "+"**Quelques résultats (1996-2018) avec tendances de z-score proches de la moyenne****Fig. 76** A&B (1996-2018) – z-score avec résultats de tendance " $\pm$ "

Quelques résultats (1996-2018) avec tendance de z-score inférieurs à la moyenne**Fig. 77** A&B (1996-2018) – z-score avec résultats de tendance "- "**Quelques résultats (1996-2018) avec changement de tendance de z-score****Fig. 78** A&B (1996-2018) – z-score avec changement de tendance

8 Corrélation avec paramètres particuliers

L'analyse de l'incidence de paramètres particuliers pouvant influencer le résultat final concerne principalement l'essai de pénétrabilité sur bitumes de base ainsi les essais effectués après récupération des liants, pénétrabilité, ramollissement anneau et bille et retour élastique pour lesquels un grand nombre de paramètres issus de l'essai de récupération peuvent avoir une influence sur le résultat. L'analyse des résultats des autres essais n'a pas permis d'identifier de paramètres influents particuliers.

8.1 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

8.1.1 Pénétrabilité à l'aiguille - Incidence du temps de repos

En 2013, le test de 4 bitumes de pénétrabilité 70/100 (2 bitumes routiers et 2 bitumes PmB) a montré que le temps de repos à 90 min ou à 360 min à température ambiante, après préparation des échantillons, avait une faible influence sur le résultat final. Quelques résultats testés après 60 min montrent une incidence plus significative. Par prudence, il est donc recommandé d'attendre au moins 90 min avant de passer à la phase d'immersion. La phase de restructuration des bitumes, liée à une composition générique différente et au temps de repos pouvant avoir une certaine incidence.

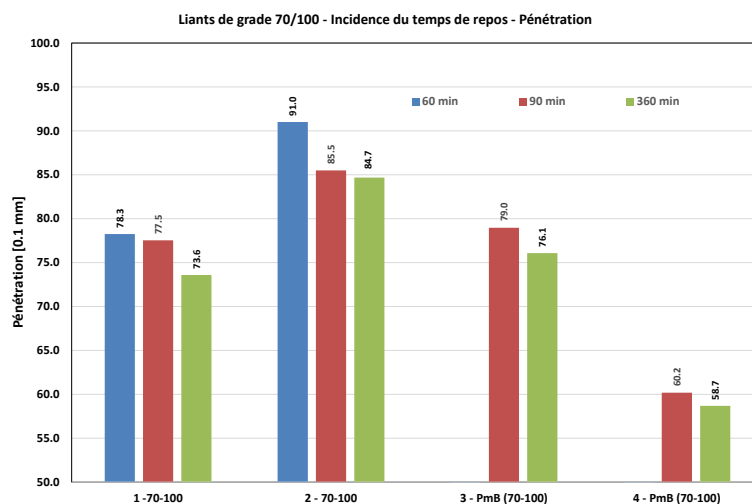


Fig. 79 Incidence du temps de repos sur le résultat de pénétrabilité

8.1.2 Pénétrabilité à l'aiguille – Incidence de la préparation, du réchauffage

Il a été clairement démontré, dans le chapitre 7.9 essais spéciaux que le réchauffage et la préparation des échantillons avec conditions imposées, avaient une faible incidence sur les résultats de pénétrabilité. Les paramètres influents sont probablement plus directement dépendants de la chaîne de mesure, l'étalonnage, l'appareillage, l'opérateur, etc. Cette expérimentation ainsi que l'analyse personnalisée pour chaque laboratoire, de 23 ans d'essais interlaboratoires, renforce cette constatation.

8.2 Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427

8.2.1 A&B – Incidence du type de liquide, eau ou glycérol

Le seul paramètre identifié comme étant influant concerne le type de liquide utilisé, eau ou glycérol. L'intervalle de température entre 80°C et 84°C intervient de manière significative dans le résultat d'essai et il est constaté que la procédure utilisée concernant le type de liquide n'est pas toujours clairement renseignée autant pour les check-lists que pour les procès-verbaux d'essais. Cette incertitude concerne en particulier les

appareillages manuels ou automatiques plus anciens. Les appareillages plus récents prennent en compte cette limite de 80°C avec l'eau et signalent la limite en stoppant l'essai.

8.3 Retour élastique des PmB - SN EN 13398

Corrélation avec paramètres particuliers

Aucun paramètre particulier aux conditions d'essais appliquées n'a pu être détecté.

8.4 Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité - SN EN 13589

Corrélation avec paramètres particuliers

Très peu de résultats sont disponibles. Aucun paramètre particulier aux conditions d'essais appliquées n'a pu être détecté.

8.5 Point de fragilité Fraass – SN EN 12593

Corrélation avec paramètres particuliers

Très peu de résultats sont disponibles. Aucun paramètre particulier aux conditions d'essais appliquées n'a pu être détecté.

8.6 Viscosité dynamique SN EN 13702 et SN EN 13302

Cône et plateau et viscosimètre tournant - Corrélation avec paramètres particuliers

Très peu de résultats sont disponibles. Aucun paramètre particulier aux conditions d'essais appliquées n'a pu être détecté.

8.7 Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif - SN EN 12697-3

Les essais réalisés sur les liants récupérés à l'évaporateur rotatif font l'objet d'analyses particulières plus consistantes. Les informations provenant des check-lists sont très complètes et permettent de donner un avis objectif de l'incidence des différents paramètres sur les résultats d'essais. Cela permet de générer un tableau de synthèse et de regrouper les données selon un ou plusieurs critères. Puis au moyen de l'analyse de variance (Anova) à un facteur, il est possible de comparer des moyennes de groupes par rapport à la variabilité à l'intérieur des groupes. Si la statistique de Fisher est supérieure à une valeur critique cela indique un effet significatif du facteur analysé.

Les paramètres sélectionnés et analysés sont : le type de solvant utilisé pour la récupération, le type de réchauffage, la durée du réchauffage, la durée de la phase 2, la pression de la phase 2, la masse de liant récupéré, le type d'évaporateur.

8.8 Pénétrabilité à l'aiguille - SN EN 1426

Corrélation avec paramètres particuliers

Les graphiques de la figure 80 illustrent les résultats d'essai groupés selon les paramètres sélectionnés et analysés.

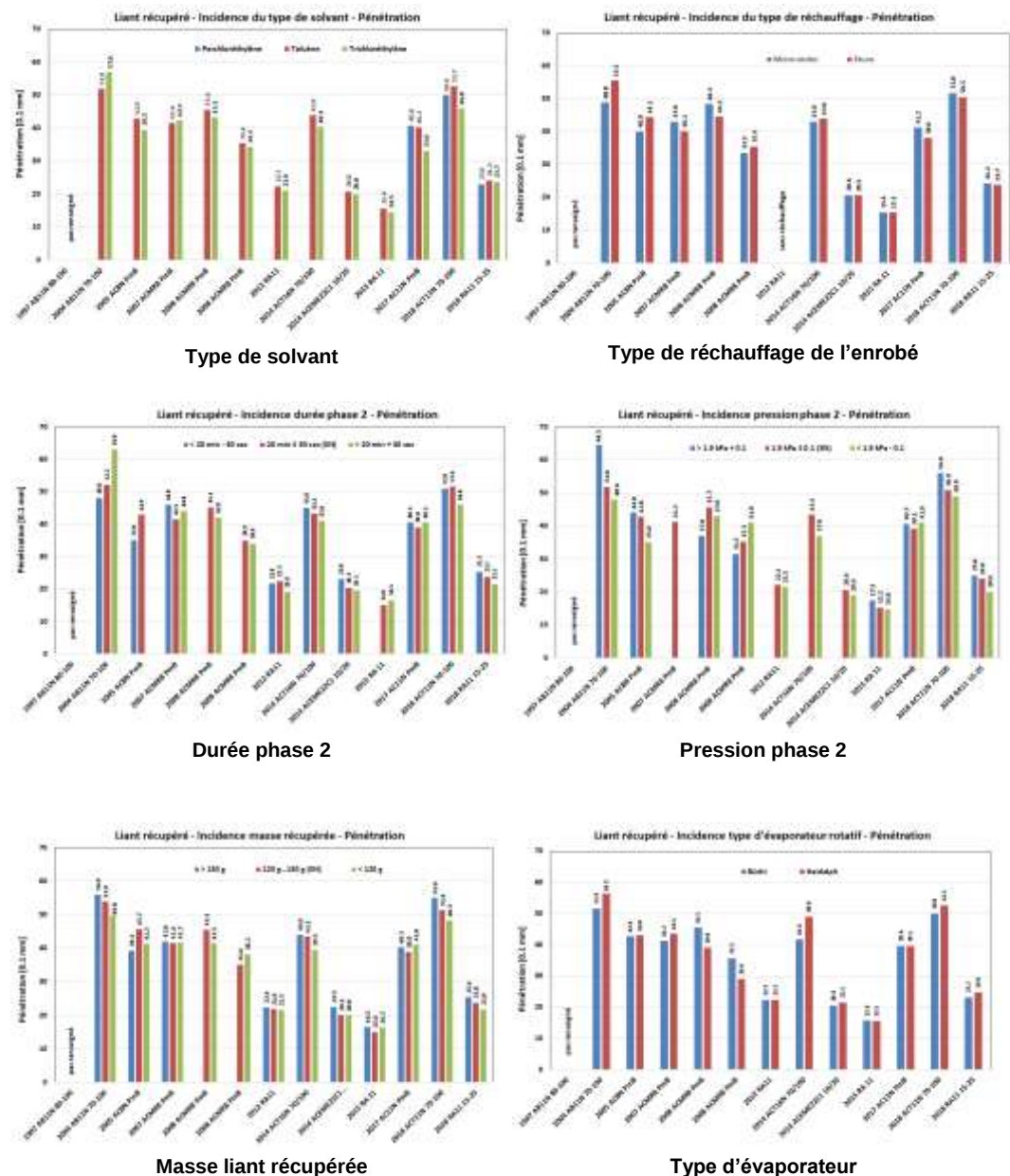


Fig. 80 Incidence des différents paramètres sur la pénétrabilité

Pour tous les résultats d'analyses présentés, le facteur F critique correspond à un seuil de signification à 0.05 (95%).

Pour le type de solvant (12 résultats), les facteurs F analysés sont pour tous les cas inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 2 résultats (AC 11 N PmB 2017 et AC T 11 N 70/100 2018) on constate que les facteurs F analysés sont relativement proches du facteur F critique respectivement $F = 3.04$ pour $F_{critique} = 3.56$ avec probabilité de 0.06 et $F = 3.35$ pour $F_{critique} = 3.49$ avec probabilité de 0.07.

Pour le type de réchauffage (11 résultats), les facteurs F analysés sont pour tous les cas inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 1 résultat (AB 11 N 70/100 2004) on constate que le facteur F analysé est relativement proche du F critique soit $F = 4.30$ pour $F_{critique} = 4.75$ avec probabilité de 0.06.

Pour la durée de distillation de la phase 2 (12 résultats), les facteurs F analysés sont pour tous les cas inférieurs aux facteurs F critiques.

Pour la pression de la phase 2 (12 résultats), 11 facteurs F analysés sont inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 1 résultat (AB 11 N 2004), on constate que le facteur F analysé

est beaucoup plus élevé que le facteur F critique soit $F = 9.77$ pour $F_{critique} = 4.10$ avec probabilité de 0.004. On constate clairement l'effet d'une pression insuffisante avec comme incidence une pénétration significativement plus élevée.

Pour la masse de liant récupéré (12 résultats), les facteurs F analysés sont pour tous les cas inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 1 résultat (RA 11 15/25 2018) on constate que le facteur F analysé est relativement proche du F critique soit $F = 2.89$ pour $F_{critique} = 3.56$ avec probabilité de 0.08.

L'analyse du type d'évaporateur n'a pas été effectuée (pas d'écart constaté entre les 2 groupes).

8.9 Point de ramollissement anneau et bille - SN EN 1427

Corrélation avec paramètres particuliers

Les graphiques de la figure 81 illustrent les résultats d'essai groupés selon les paramètres sélectionnés et analysés.

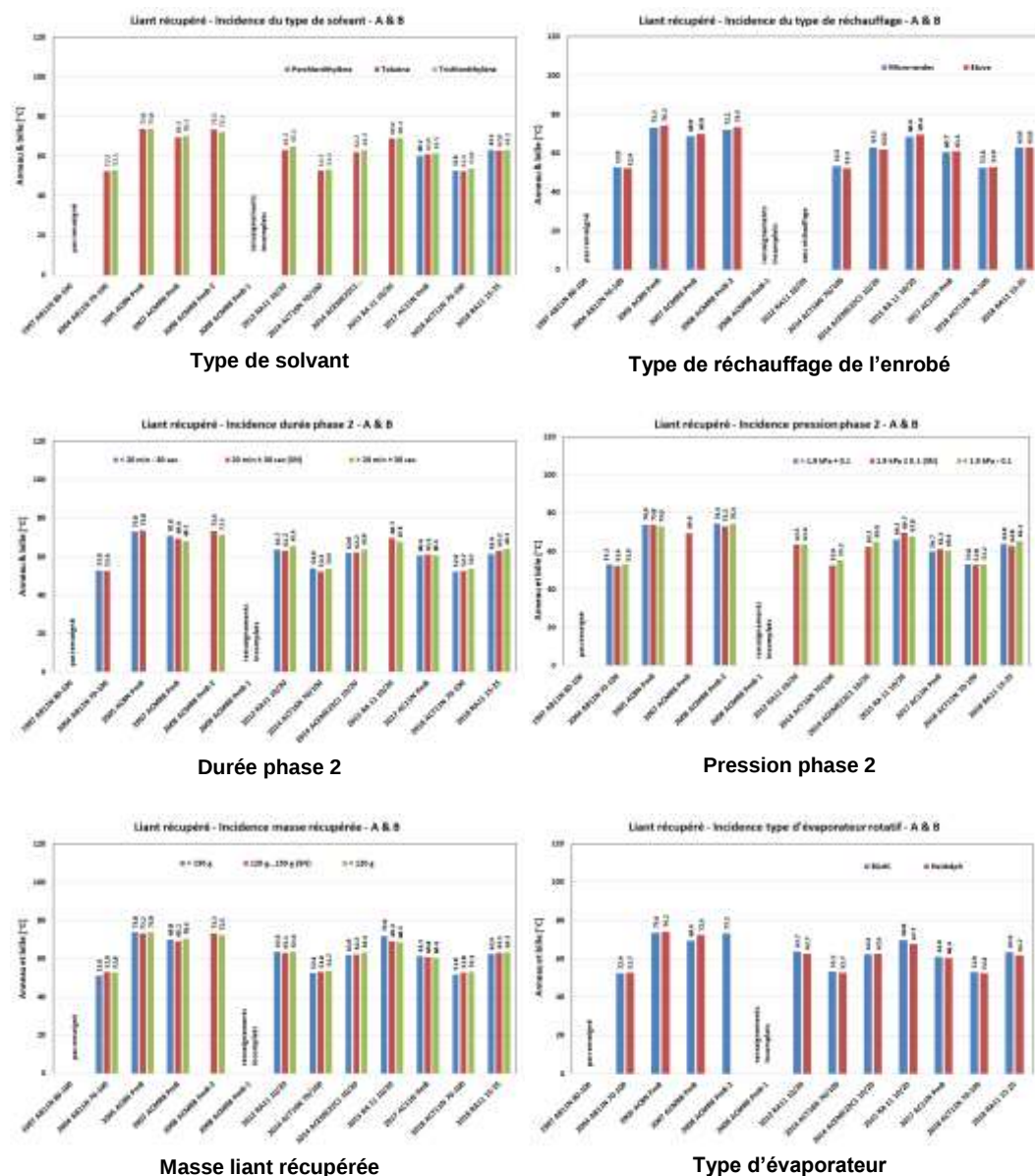


Fig. 81 Incidence des différents paramètres sur A & B

Pour toutes les résultats d'analyses présentés, le facteur F critique correspond à un seuil de signification à 0.05 (95%).

Pour le type de solvant (11 résultats), 9 facteurs F analysés sont inférieurs au facteurs F critiques. Pour 2 résultats (RA 11 2012 et AC T 11 N 70/100 2018) on constate que les facteurs F analysés sont beaucoup plus élevés que le facteur F critique respectivement $F = 12.37$ pour $F_{critique} = 4.38$ avec probabilité de 0.002 et $F = 8.46$ pour $F_{critique} = 3.56$ avec probabilité de 0.003 avec comme incidence une température A&B plus élevée pour le trichloréthylène.

Pour le type de réchauffage (10 résultats), les facteurs F analysés sont pour tous les cas inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 2 résultats (AC 8 N PmB 2005 et AC EME 22 C1 10/20 2014) on constate que les facteurs F analysés sont relativement proches du facteur F critique respectivement $F = 3.87$ pour $F_{critique} = 4.67$ avec probabilité de 0.07 et $F = 3.79$ pour $F_{critique} = 4.54$ avec probabilité de 0.07, dans les 2 cas la différence de 1°C n'est pas significative.

Pour la durée de distillation de la phase 2 (11 résultats), pour 2 résultats (RA 11 2012 et RA 11 2015), on constate que les facteurs F analysés sont beaucoup plus élevés que le facteur F critique respectivement $F = 9.38$ pour $F_{critique} = 3.59$ avec probabilité de 0.002 et $F = 8.08$ pour $F_{critique} = 4.45$ avec probabilité de 0.011, d'autre part, pour 1 résultat (RA 11 15/25 2018) on constate que le facteur F analysé est relativement proche du F critique soit $F = 3.00$ pour $F_{critique} = 3.52$ avec probabilité de 0.07. On constate clairement l'effet de la durée de distillation.

Pour la pression de la phase 2 (10 résultats), 9 facteurs F analysés sont inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 1 résultat (RA 11 2015), on constate que le facteur F analysé est beaucoup plus élevé que le facteur F critique, $F = 9.33$ pour $F_{critique} = 3.63$ avec une probabilité de 0.002. On constate l'effet d'une pression insuffisante sur le résultat avec comme incidence une température A&B plus basse.

Pour la masse de liant récupéré (10 résultats), 9 facteurs F analysés sont inférieurs aux facteurs F critiques. Pour 1 résultat (AC T 11 N 70/100 2018), on constate que le facteur F analysé est beaucoup plus élevé que le facteur F critique, $F = 4.40$ pour $F_{critique} = 3.56$ avec une probabilité de 0.028. On constate l'effet de la masse de liant récupéré sur la température A&B.

L'analyse du type d'évaporateur n'a pas été effectuée (pas d'écart constaté entre les 2 groupes).

8.10 Retour élastique des PmB - SN EN 13398

Corrélation avec paramètres particuliers

Le peu de résultats disponibles n'a pas permis d'identifier de paramètre influant.

8.11 Conclusions partielles de la corrélation avec les paramètres particuliers.

Essais sur bitumes de base

Essai de pénétrabilité : un temps de repos inférieur à 90 min semble avoir une incidence, qui sans être statistiquement significative a comme conséquence une valeur de pénétration légèrement plus élevée. Les essais spéciaux, pour lesquels les paramètres réchauffage et préparation du liant sont étudiés, montrent un effet mineur lorsque les conditions appliquées sont similaires. Les facteurs dépendants de la chaîne de mesure, l'étalonnage, l'appareillage, l'opérateur, etc., semblent être prédominants, l'analyse des tendances de z-score, par laboratoire, sur une période de 23 ans le confirme (voir Fig. 71, 72, 73,74).

Essai d'A&B : Le seul paramètre identifié comme étant influant concerne le type de liquide utilisé, eau ou glycérol. La zone de transition avec des résultats entre 80°C et 84°C qui fait intervenir 2 types de liquide, avec des conditions d'essais différentes n'est pas toujours bien appliquée par les laboratoires qui ont un appareillage ne gérant pas cette limite de température, par un arrêt automatique de l'essai. La norme précise clairement que : "il est vivement conseillé de définir des protocoles arbitraires pour les essais donnant des résultats proches de 80°C". A préciser que sur le marché actuel, peu de bitumes présentent ces caractéristiques.

Comme dans le cas de la pénétrabilité, lorsque les conditions appliquées sont similaires. Les facteurs dépendants de la chaîne de mesure, l'étalonnage, l'appareillage, l'opérateur, etc., semblent être prédominants, l'analyse des tendances de z-score, par laboratoire, sur une période de 23 ans le confirme (voir Fig. 75, 76, 77,78).

Essai de retour élastique : Aucun paramètre prédominant n'a été identifié cet essai ne présente pas de complication particulière à sa réalisation.

Autres essais : Pour la méthode force ductilité, le point de fragilité Fraass, la viscosité dynamique cône et plateau, la viscosité dynamique au viscosimètre tournant, le peu de résultats disponibles ne permettent pas de proposer une conclusion suffisamment pertinente. D'autre part pour la majorité de ces essais, ils ne font pas l'objet d'une procédure d'accréditation, étant très peu pratiqué pour les contrôles courant des produits.

Essais sur bitumes récupérés d'enrobés

Il est important de rappeler qu'en Suisse, la procédure de récupération des liants est soumise aux conditions spécifiées dans l'annexe nationale intégrée à la norme SN EN 12697-3. Les paramètres importants sont imposés, type de solvant, température, durée de distillation et pression de la phase 2, masse de liant récupérée. En fonction de ces conditions relativement strictes par rapport aux conditions proposées par la norme EN, il est probable que les valeurs de fidélité mesurées soient plus resserrées. A signaler que l'analyse effectuée concerne en particulier les essais de pénétrabilité et d'A&B. L'essai de retour élastique ne comporte pas suffisamment de résultats pour être traité.

Type de solvant : En Suisse le toluène est le solvant de référence mais le perchloréthylène et le trichloréthylène sont tolérés. A signaler que la grande majorité des laboratoires utilisent le toluène. L'analyse montre pour la majorité des résultats que le type de solvant n'est pas significatif. Néanmoins quelques résultats avec le trichloréthylène indiquent des pénétrations un peu plus faibles et des températures A&B un peu plus élevées.

Type de réchauffage (étuve ou micro-ondes) : Pour des conditions de température imposées, l'analyse effectuée montre pour la majorité des résultats que le type de réchauffage étuve ou micro-ondes n'est pas significatif. A remarquer que pour quelques cas il y a une combinaison des 2 types de réchauffage.

Durée de distillation de la phase 2 : En Suisse la durée de distillation de la phase 2 est imposée à 20 min $\pm$ 30 sec. L'analyse montre pour la majorité des résultats que la durée de distillation est respectée. Néanmoins pour quelques cas on remarque une incidence significative lorsque la durée de distillation est inférieure ou supérieure à la durée imposée. A signaler que dans le cas de la phase 2 on a une combinaison des paramètres durée/pression et que dans ce cas on peut obtenir un effet additionnel ou compensatoire. Pour quelques résultats on constate un lien direct entre la durée et les résultats de pénétration ou d'A&B.

Pression de distillation de la phase 2 : En Suisse la pression de distillation de la phase 2 est imposée à 1.9 $\pm$ 0.1 kPa. L'analyse montre pour la majorité des résultats que la pression de distillation est respectée. Néanmoins pour quelques cas on remarque une incidence significative lorsque la pression de distillation est inférieure ou supérieure à la pression imposée. A signaler que dans le cas de la phase 2 on a une combinaison des

paramètres pression/durée, comme indiqué précédemment et que dans ce cas on peut obtenir un effet additionnel ou compensatoire. Pour quelques résultats on constate un lien direct entre la durée et les résultats de pénétration ou d'A&B.

Masse du liant récupéré : En Suisse la masse du liant récupéré doit se situer entre 120 g et 150 g. L'analyse montre pour la majorité des résultats que la masse de liant récupéré est respectée. Néanmoins pour quelques cas on remarque une incidence significative lorsque la durée de distillation est inférieure ou supérieure à la durée imposée. Pour quelques résultats on constate un lien direct entre la masse de liant récupérée et les résultats de pénétration avec une légère diminution de pénétration lorsque la masse est plus faible et une légère augmentation de la pénétration lorsque la masse est plus élevée. Dans le cas de l'A&B l'incidence n'est pas significative.

Il faut relever que les multiples paramètres intervenants dans la réalisation de l'essai de récupération rendent l'analyse complexe.

En conclusion, l'application stricte des conditions imposées par l'annexe nationale est essentiels pour obtenir des valeurs de reproductibilité ou de répétabilité acceptables.

9 Conclusion

Le projet a globalement permis une exploitation et une valorisation des bases de données des essais interlaboratoires récoltées depuis 1996 dans le cadre des activités de l'association Robin.

9.1 Préparation et traitement statistique des résultats

Les résultats des essais croisés mis à disposition du projet par les membres de l'association ont été répertoriés, triés puis préparés sous une forme synthétique en vue d'une exploitation statistique efficace et exhaustive selon la méthodologie préconisée par les normes ISO 5725, et en particulier sa partie n°2. Pour cela, une base de données consolidée a d'abord été élaborée en tenant compte de la complexité et de la diversité des informations à traiter.

La méthodologie de traitement des données et les outils statistiques nécessaires à l'élimination des résultats aberrants (tests de Mandel, Grubbs et Cochran) ont été implémentés dans un code de calcul qui a permis d'une part une automatisation du traitement sur une quantité importante de données, et d'autre part une souplesse et une polyvalence dans la présentation des résultats sous forme tabulaire ou graphique.

La présente recherche a permis le traitement statistique de 127 essais interlaboratoires, soit un total de 2940 résultats d'essais individuels couvrant les principaux types d'essais sur les liants bitumineux : pénétrabilité à l'aiguille, point de ramollissement anneau et bille, retour élastique, point de fragilité Fraass, traction directe et viscosité dynamique.

9.2 Résultats de fidélité

Le cœur de la présente recherche vise à vérifier la pertinence d'une actualisation des limites de fidélité (r et R) dans les normes des principaux essais sur les liants bitumineux.

La démarche d'analyse adoptée par le groupe technique TG 9 du CEN est également utilisée dans cette recherche pour juger de la pertinence des limites de fidélité actuelles. Il s'agit en particulier de considérer les valeurs de fidélité relatives à une classe de bitumes avec une analyse par fréquence cumulée, et déterminer des limites de fidélité de telle manière qu'une part acceptable des essais croisés réalisés, respecte ces limites.

La part acceptable retenue par le groupe de travail du CEN est aux alentours de 50%. Dans le cadre de ce projet, une réflexion exposée dans le chapitre 7 a permis de retenir le seuil de 75%.

9.2.1 Pénétrabilité à l'aiguille – SN EN 1426

Les valeurs de fidélité obtenues après analyse des résultats ROBIN montrent globalement que les valeurs de reproductibilité R nécessitent une adaptation des limites données dans la norme jugées trop sévères. En revanche, les valeurs de répétabilité sont dans l'ensemble dans les limites actuelles et ne devraient pas être amendées.

Les propositions d'amendement sont données sous forme synthétique dans les conclusions partielles du chapitre 7.2.

Autant dans le cas de la répétabilité que de la reproductibilité, l'analyse effectuée n'a pas permis d'identifier de paramètres déterminants reliant les valeurs aberrantes détectées selon Cochran ou Grubbs avec d'éventuels paramètres particuliers aux conditions d'essais appliquées par tous les laboratoires accrédités.

Pour la reproductibilité R , on constate une relative bonne concordance avec les résultats CEN. Pour la répétabilité r , les résultats Robin indiquent des valeurs mesurées sensiblement plus basses que celles du CEN.

9.2.2 Point de ramollissement anneau et bille – SN EN 1427

Les valeurs de fidélité obtenus après analyse des résultats ROBIN montrent que les valeurs de reproductibilité R sont proches voire légèrement supérieures aux limites données dans la norme. Un amendement des valeurs actuelles est à discuter mais ne semble pas aussi justifié que dans le cas de la pénétrabilité à l'aiguille.

Les valeurs de répétabilité sont dans l'ensemble dans les limites actuelles et ne devraient pas être amendées.

Autant dans le cas de la répétabilité que de la reproductibilité, l'analyse effectuée n'a pas permis d'identifier de paramètres déterminants reliant les valeurs aberrantes détectées selon Cochran ou Grubbs avec d'éventuels paramètres particuliers aux conditions d'essais appliquées par tous les laboratoires accrédités.

Pour la reproductibilité R, on constate dans l'ensemble, pour les bitumes non modifiés une relative bonne concordance avec les résultats CEN. Pour les PmB les résultats Robin montre clairement des R mesurés plus faibles. Pour la répétabilité r, les résultats Robin indiquent des valeurs mesurées sensiblement plus faibles que celles du CEN.

9.2.3 Retour élastique des PmB – SN EN 13398

Les résultats d'essais Robin mesurés montrent qu'il n'y a pas nécessité de modifier la limite prescrite dans la norme.

9.2.4 Caractéristiques de traction des PmB - Méthode force ductilité – SN EN 13589

Malgré le peu d'informations disponibles il semble que la limite prescrite dans la norme soit cohérente.

9.2.5 Point de fragilité Fraass – SN EN 12593

Le peu d'informations disponibles ne permettent pas de se prononcer sur la limite de fidélité actuelle.

9.2.6 Viscosité dynamique – SN EN 13702 et SN EN 13302

Le peu d'essais accrédités et de résultats disponibles ainsi la diversité des appareillages utilisés ne permet pas de proposer une conclusion pertinente.

9.2.7 Récupération des liants

Pour la pénétrabilité à l'aiguille, les résultats montrent qu'il est nécessaire de distinguer les valeurs de fidélité des bitumes routiers et durs qui respectent plus ou moins les limites actuelles, de celles des PmB et probablement aussi des liants récupérés d'agrégats d'enrobés.

Comme pour la pénétrabilité à l'aiguille, les résultats pour le point de ramollissement anneau et bille montrent qu'il est nécessaire de distinguer les valeurs de fidélité des bitumes routiers et durs qui respectent plus ou moins les limites actuelles, de celles des PmB et probablement aussi des liants récupérés d'agrégats d'enrobés.

Il est important de préciser qu'aucune valeur de fidélité n'est prescrite pour le retour élastique réalisé sur les liants récupérés. Le peu de résultats disponibles permettent simplement de constater que la valeur prescrite de reproductibilité pour les essais effectués sur les bitumes de base ne convient probablement pas à l'essai réalisé sur le liant récupéré car la micromorphologie du PmB peut dans certains cas être modifiée.

9.2.8 Essais spéciaux

Les essais spéciaux concernent un essai interlaboratoires qui avait pour objectif l'analyse de l'effet du paramètre réchauffage/préparation en comparant les résultats obtenus sur des échantillons préparés par l'organisateur avec les résultats obtenus sur des échantillons préparés par les laboratoires. Il apparaît des tendances observées que les résultats obtenus dépendent plus spécifiquement de la chaîne de mesure (étalonnage, appareillage, opérateur, etc.) que des conditions de réchauffage et de préparation.

9.3 Corrélation avec les paramètres particuliers

Les indicateurs statistiques ont été exploités selon la méthodologie ANOVA pour identifier des paramètres d'essais qui ont un effet significatif sur la variabilité des résultats et qui méritent donc une attention particulière de la part des laboratoires.

9.3.1 Essais sur les bitumes de base

Pour les bitumes de base, le paramètre qui semble le plus déterminant concerne le type du liquide (eau ou glycérol) utilisé dans l'essai de détermination de la température de ramollissement anneau et bille.

Dans le cas de la pénétrabilité à l'aiguille et de la température de ramollissement anneau et bille, lorsque les conditions appliquées sont similaires, les paramètres dépendants de la chaîne de mesure, l'étalonnage, l'appareillage, l'opérateur, etc., semblent être les facteurs prédominants.

9.3.2 Essais sur les bitumes récupérés

En Suisse, la procédure de récupération des liants est soumise aux conditions spécifiées dans l'annexe nationale intégrée à la norme SN EN 12697-3 où les paramètres importants et imposés sont :

- Le toluène est le solvant de référence, le perchloréthylène et le trichloréthylène sont tolérés ;
- Une première phase: distillation grossière du solvant sous vide léger à une température de 145 ± 3 °C avec une vitesse de rotation de 65 ± 5 tr/min ;
- Une deuxième phase: distillation à une température de 145 ± 3 °C, une vitesse de rotation de 65 ± 5 tr/min ;
- Une pression de 1.9 ± 0.1 kPa pendant 20 minutes $\pm$ 30 secondes ;
- En présence de liants très visqueux, possibilité d'augmenter la température du liant récupéré, soit par augmentation de la température du bain d'huile en fin d'essai ou à l'aide d'une étuve tout en appliquant une durée de réchauffage minimale. Le réchauffage au moyen d'un bec bunsen est proscrit ;
- Les appareils à régulation automatique sont autorisés. Ceux-ci doivent cependant remplir les mêmes conditions que celles du procédé manuel.

L'analyse ANOVA, détaillée au chapitre 8, a permis de mettre en évidence l'importance de certains paramètres du mode opératoire de l'essai de récupération sur les résultats des essais de caractérisation des bitumes. Il s'agit en particulier des paramètres suivants : le type de solvant, la durée de distillation de la phase 2, la pression de distillation de la phase 2 et la masse du liant récupéré.

L'application stricte des conditions imposées par l'annexe nationale est essentielle pour obtenir des valeurs de reproductibilité ou de répétabilité acceptables.

9.4 Implication pour la pratique

Il est important de souligner que tous les essais interlaboratoires cités dans ce travail de recherche ont été organisés avec des conditions de traitement thermique imposées.

En particulier pour l'essai de pénétration, lorsque les conditions de réchauffage et de préparation sont similaires, il a été mis en évidence la prédominance de la chaîne de mesure (étalonnage, appareillage, opérateur, etc.) sur les résultats.

L'importance du respect des méthodologies d'essais et en particulier pour ce qui concerne la récupération des liants est avérée. L'annexe nationale suisse de la procédure de récupération des liants selon SN EN 12697-3, impose des paramètres d'essais beaucoup plus stricts que la norme EN et justifie toute son utilité. Il a été démontré que le non-respect de certaines conditions génère un effet direct sur les résultats d'essai. Il est constaté que la norme EN 12697-3 comporte trop de paramètres pouvant être interprétés différemment en fonction de l'expérience de l'opérateur.

L'analyse de l'historique, de la traçabilité et de l'évolution des normes d'essais, traitée dans le chapitre 4, a mis en évidence la problématique de gestion de l'histoire thermique, avec le besoin de définir plus précisément les conditions de réchauffage des échantillons d'enrobés froids. Les normes EN sont relativement lacunaires à ce sujet. Une norme synthétisant l'ensemble des procédures applicables serait fortement recommandée.

Cette synthèse regroupant 23 ans d'essais interlaboratoires sera mise à disposition des laboratoires ayant participé, avec une identification personnalisée et anonyme. Ce suivi chronologique durant une période importante sera assurément une aide significative dans le cadre de la gestion de la qualité.

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

Les résultats obtenus montrent la nécessité d'adaptation d'une majorité des valeurs de fidélité des essais analysés dans ce travail de recherche. Le besoin de créer des classes distinctes de bitumes est clairement démontré.

Une vue générale des valeurs de fidélité des normes actuelles, celles proposées par le CEN et les différents percentiles obtenus des résultats Robin sont illustrés dans le *Tab. 22*.

Tab. 22 Récapitulation des valeurs de fidélité

Percentiles résultats Robin								
Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	50%	75%	90%	95%
Pénétrabilité à l'aiguille selon SN EN 1426								
R	Bitumes et PmB < 50 1/10 mm	3	-	138	4.7	5.1	6.1	6.8
R	Bitumes durs < 50 1/10 mm	3	6	85	3.9	4.5	4.9	5.1
R	PmB durs < 50 1/10 mm	3	5	53	5.0	6.3	7.0	7.3
r	Bitumes 10/20 < 50 1/10 mm	2	-	87	pas de percentiles calculés résultats conformes			
R	Bitumes et PmB ≥ 50 1/10 mm	6%	-	690	11.7%	15.3%	17.2%	18.5%
R	Bitumes ≥ 50 1/10 mm	6%	12%	389	12.9%	15.3%	17.5%	18.6%

Percentiles résultats Robin								
Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	50%	75%	90%	95%
R	PmB ≥ 50 1/10 mm	6%	14%	301	11.6%	14.6%	16.6%	17.5%
R	Bitumes 160/220 ≥ 100 1/10 mm	6%	-	71	16.3%	17.5%	18.1%	18.4%
r	Bitumes et PmB ≥ 50 1/10 mm	4%	-	322	1.6%	2.1%	2.9%	3.8%
r	Bitumes ≥ 50 1/10 mm	4%	-	231	2.5%	2.9%	3.4%	3.6%
r	PmB ≥ 50 1/10 mm	4%	6%	91	1.9%	3.0%	5.0%	5.6%
Ramollissement anneau et bille selon SN EN 1427								
R	Bitumes non modifiés (eau)	2	-	471	1.9	2.4	2.6	2.7
R	PmB (eau)	3.5	4	291	2.0	2.6	2.8	2.8
R	Bitume 10/20 (eau)	2	-	90	2.1	2.6	2.7	2.8
R	Bitume160/220 (eau)	2	3	69	2.2	2.3	2.3	2.3
r	Bitumes non modifiés (eau)	1	-	223	pas de percentiles calculés résultats conformes			
r	PmB (eau)	1.5	2.5	108	pas de percentiles calculés résultats conformes			
r	Bitume récupéré (eau)	1.9	-	40	pas de percentiles calculés résultats conformes			
Retour élastique selon SN EN 13398								
R	PmB	7%	-	193	4.1%	5.4%	6.9%	7.2%
r	PmB	4%	-	-	aucun résultat disponible			
Force ductilité selon SN EN 13589 (13703								
R	PmB E*0,2–0,4 < 1,0 J/cm²	0.39 J/cm²	-	-	aucun résultat disponible			
r	PmB E*0,2–0,4 < 1,0 J/cm²	0.11 J/cm²	-	-	aucun résultat disponible			
R	PmB E*0,2–0,4 > 1,0 J/cm²	33%	-	22	Pas de conclusion pertinente Voir chap. 7.5 et 7.5.1			
r	PmB E*0,2–0,4 > 1,0 J/cm²	8%	-	-	aucun résultat disponible			
Fraass selon SN EN 12593								
R	Bitumes routier	6	7	33	(10.2*	10.7*	12*	12.4*)
r	Bitumes routier	3	-	-	aucun résultat disponible			

*) Pas de conclusion pertinente Voir chap. 7.6 et 7.6.1 (trop peu de conditions d'essais renseignées)

					Percentiles résultats Robin			
Type	Groupe	Norme	Proposition CEN	Nombre de résultats	50%	75%	90%	95%
Viscosité dynamique cône et plateau selon SN EN 13702								
R	Bitumes	15%	-	2	Pas de conclusion pertinente Voir chap. 7.7			
r	Bitumes	5%	-	-	aucun résultat disponible			
Viscosité dynamique au viscosimètre tournant selon SN EN 13302								
R	Bitumes	12%	-	5	Pas de conclusion pertinente Voir chap. 7.7			
r	Bitumes	3.5%	-	-	aucun résultat disponible			
Pénétrabilité de bitumes récupérés selon SN EN 12697-3								
R	Bitumes et PmB	0.27.x	-	255	0.29	0.36	0.39	0.40
R	Bitumes routiers et durs	0.27.x	-	89	0.26	0.27	0.32	0.33
R	PmB	0.27.x	-	99	0.36	0.37	0.40	0.41
R	Bitumes RA 0/11	0.27.x	-	67	0.29	0.34	0.37	0.38
r	Bitumes RA 0/11	0.10.x	-	46	0.09 (1 essai interlaboratoires)			
Ramollissement anneau et bille de bitumes récupérés selon SN EN 12697-3								
R	Bitumes et PmB	3.4	-	219	3.5	4.5	4.7	5.0
R	Bitumes routiers et durs	3.4	-	82	3.3	3.4	3.7	3.8
R	PmB	3.4	-	74	4.6	4.9	5.1	5.2
R	Bitumes RA 0/11	3.4	-	66	4.1	4.4	4.48	4.53
r	Bitumes RA 0/11	1.9	-	40	1.8 (1 essai interlaboratoires)			
Retour élastique de bitumes récupérés selon SN EN 12697-3 et 13398								
R	PmB	7%	-	-	13.6%	15.9%	17.3%	17.7%
r	PmB	4%	-	-	aucun résultat disponible			

Le centre de recherche préconise une adaptation des valeurs de fidélité avec un percentile fixé à 75% de résultats conformes. Une vue synthétique des valeurs de fidélité proposées par le centre de recherche est illustrée dans le *Tab. 23* avec un rappel des seuils actuels et ceux proposés par l'étude du CEN.

Les résultats de ce travail de recherche seront communiqués au CEN.

Tab. 23 Valeurs de fidélité amendées proposées par le centre de recherche

Type	Groupe	Norme EN	Proposition CEN	Nombre de résultats	Proposition du projet
Pénétrabilité à l'aiguille selon SN EN 1426					
R	Bitumes < 50 1/10 mm	3	6	85	6
R	PmB < 50 1/10 mm	3	5	53	6
R	Bitumes ≥ 50 1/10 mm	6%	12%	460	15%
R	PmB ≥ 50 1/10 mm	6%	14%	301	15%
Ramollissement anneau et bille selon SN EN 1427					
R	Bitumes non modifiés (eau) °C	2	-	471	3
R	PmB (eau) °C	3.5	4	291	3
R	Bitume 10/20 (eau) °C	2	-	90	3
R	Bitume 160/220 (eau) °C	2	3	69	3
Pénétrabilité à l'aiguille après récupération des liants selon SN EN 12697-3					
R	PmB	0.27.x	-	99	0.37.x
R	Bitumes d'agrégats d'enrobés	0.27.x	-	67	0.37.x
Ramollissement anneau et bille après récupération des liants selon SN EN 12697-3					
R	PmB	3.4	-	74	4.5
R	Bitumes d'agrégats d'enrobés	3.4	-	66	4.5

9.6 Proposition pour des recherches ultérieures

Il est proposé de compléter ce travail de recherche par une exploitation régulière de synthèses simplifiées des résultats collectés dans le cadre des essais interlaboratoires Robin. Une période de 5 ans serait recommandée car cela correspond à la période de révision de chaque norme EN. Un suivi de l'évolution de la situation serait bénéfique pour l'ensemble du domaine.

Un travail de recherche complémentaire pourrait être entrepris en ce qui concerne le domaine des granulats et des enrobés, ce qui permettrait l'acquisition d'informations pertinentes et une actualisation des valeurs de fidélité propre à ces domaines.

9.7 Remerciements

Aux membres de l'association Robin qui ont accepté la mise à disposition de tous les résultats des essais interlaboratoires réalisés depuis 1995 à ce jour.

A l'Office fédéral des routes OFROU, pour le financement du projet de recherche.

A la commission d'accompagnement pour le soutien actif au projet et les échanges constructifs.

Glossaire

Symboles et abréviations utilisés dans l'ISO 5725

Terme	Signification	Terme	Signification
a	Ordonnée à l'origine dans la relation $s = a + bm$	N	Nombre d'itérations
A	Facteur utilisé pour calculer l'incertitude d'une estimation	p	Nombre de laboratoires participant à l'expérience interlaboratoires
b	Pente dans la relation $s = a + bm$	P	Probabilité
B	Composante dans un résultat d'essai représentant l'écart d'un laboratoire par rapport à la moyenne générale (composante laboratoire du biais)	q	Nombre de niveaux de la propriété de l'essai dans l'expérience interlaboratoires
B_0	Composante de B représentant tous les facteurs qui ne changent pas dans des conditions intermédiaires de fidélité	r	Limite de répétabilité
$B_{(1)}, B_{(2)}, \text{etc.}$	Composantes de B représentant les facteurs qui varient dans des conditions intermédiaires de fidélité	R	Limite de reproductibilité
C	Ordonnée à l'origine dans la relation $\lg s = c + d \lg m$	s	Estimation d'un écart-type
C, C', C''	Statistiques de tests	$\hat{s}$	Écart-type prédit
$C_{\text{crit}}, C'_{\text{crit}}, C''_{\text{crit}}$	Valeurs critiques pour les tests statistiques	t	Nombre d'objets ou de groupes d'essai
CD	Différence critique pour la probabilité P	T	Total ou somme d'une expression
CR_P	Étendue critique pour la probabilité P	w	Étendue d'un ensemble de résultats d'essai
d	Pente dans la relation $\lg s = c + d \lg m$	W	Facteur de pondération utilisé pour le calcul
e	Composante dans un résultat d'essai représentant l'erreur aléatoire dans chaque résultat d'essai	x	Donnée utilisée pour le test de Grubbs
f	Facteur d'étendue critique	y	Résultat d'essai
$F_p (v_1, v_2)$	Fractile d'ordre p de la loi F avec v_1, v_2 degrés de liberté	$\bar{y}$	Moyenne arithmétique des résultats d'essai
G	Statistique de test de Grubbs	$\bar{\bar{y}}$	Moyenne générale des résultats d'essai
h	Statistique de test de Mandel de cohérence interlaboratoires	α	Niveau de signification
k	Statistique de test de Mandel de cohérence intralaboratoire	β	Probabilité d'erreur de type II
LCI	Limite de contrôle inférieure (limite d'action ou limite de surveillance)	γ	Rapport de l'écart-type de reproductibilité à l'écart-type de répétabilité (σ_R / σ_r)
LCS	Limite de contrôle supérieure (limite d'action ou limite de surveillance)	Δ	Biais de laboratoire
m	Moyenne générale de la propriété de l'essai; niveau	$\hat{\Delta}$	Estimation de Δ
M	Nombre de facteurs étudiés dans des conditions intermédiaires de fidélité	δ	Biais de la méthode de mesure
MR	Matériau de référence	$\hat{\delta}$	Estimation de δ
n	Nombre de résultats d'essai obtenus dans un laboratoire à un niveau (c'est-à-dire par cellule)	λ	Différence décelable entre les biais de deux laboratoires ou entre les biais de deux méthodes de mesure
N	Nombre d'itérations	μ	Valeur vraie ou valeur de référence acceptée d'une propriété d'essai

p	Nombre de laboratoires participant à l'expérience interlaboratoires	ν	Nombre de degrés de liberté
ρ	Rapport décelable entre les écarts-types de répétabilité de la méthode B et de la méthode A	σ	Valeur vraie d'un écart-type
Symboles utilisés en indice			
E	Équipement-différent	O	Opérateur-différent
i	Identificateur pour un laboratoire particulier	P	Probabilité
I()	Identificateur pour des mesures intermédiaires de fidélité; entre parenthèses identification du type de la situation intermédiaire	r	Répétabilité
j	Identificateur pour un niveau particulier (ISO 5725-2). Identificateur pour un groupe d'essais ou pour un facteur (ISO 5725-3)	R	Reproductibilité
k	Identificateur pour un résultat d'essai particulier dans un laboratoire <i>i</i> au niveau <i>j</i>	T	Temps-différent
L	Interlaboratoires	W	Intralaboratoire
m	Identificateur pour un biais décelable	1, 2, 3...	Pour les résultats d'essai: numérotation dans l'ordre de leur obtention
M	Echantillon entre essais	(1), (2), (3)...	Pour les résultats d'essai: numérotation dans l'ordre d'amplitude croissante

Bibliographie

Normes	
[1]	ISO/IEC Guide 98-1 - Incertitude de mesure - Partie 1: Introduction à l'expression de l'incertitude de mesure.
[2]	ISO/CEI Guide 98-3 - Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM).
[3]	ISO 3534-1 - Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Termes statistiques généraux et termes utilisés en calcul des probabilités.
[4]	ISO 5725-1 - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.
[5]	ISO 5725-2 - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.
[6]	ISO 5725-4 - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée.
[7]	ISO 13528 - Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires
[8]	ISO 16269-4 - Interprétation statistique des données — Partie 4: Détection et traitement des valeurs aberrantes.
[9]	ISO/CEI 17011 - Évaluation de la conformité — Exigences générales pour les organismes d'accréditation procédant à l'accréditation d'organismes d'évaluation de la conformité.
[10]	ISO/CEI 17025 - Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.
[11]	ISO/CEI 17043 - Évaluation de la conformité — Exigences générales concernant les essais d'aptitude.
[12]	329f L'estimation de l'incertitude de mesure pour les laboratoires d'essais; Exigences du SAS.
Documentation	
[13]	Pittet, M., Article R&T "Utilité des essais interlaboratoires. Le rôle de l'association ROBIN", Octobre 2002.
[14]	Pittet, M. "Essais d'exactitude pour essai de module complexe et essai de fatigue pour normes EN 12697-24 et EN 12697-26. Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité", 2000.
[15]	M. Pittet, C. Angst. "Récupération du liant provenant d'extraction – Mise en application et adaptation de la nouvelle norme européenne vis à vis des expériences suisses". <i>Projet VSS 1999/122. Septembre 2002, No 1044</i>
[16]	M. Pittet, M. Hugener, A.-G. Dumont. "Récupération de liants modifiés aux polymères issus d'échantillons d'enrobés". <i>Projet VSS 2002/403. Mars 2014, No 1464</i>
[17]	A.-G. Dumont, M. Pittet. "Vieillesse thermique des enrobés bitumineux en laboratoire". <i>Projet VSS 2000/434. Décembre 2012, No 1408</i>
[18]	P. Rychen, M. Pittet, A.-G. Dumont. "Détermination de la présence de dope dans les bétons bitumineux". <i>Projet VSS 2005/402. Février 2010, No 1293</i>
[19]	S. Bressi, M. Pittet, A.G. Dumont, M.N. Parl. "A framework for characterizing RAP clustering in asphalt concrete mixtures". <i>Construction and Building Materials. Volume 106, 1 March 2016, Pages 564–574.</i>
[20]	S. Bressi, A.-G. Dumont, M. Pittet. "Cluster phenomenon and partial differential aging in RAP mixtures". <i>Construction and Building Materials. vol. 99 (2015).</i>
[21]	Bevington P.R. and Robinson D. K. (1969). "Data reduction and error analysis for the physical sciences". Third edition, Mc Graw Hill.
[22]	Bilal M. Ayyub and Mc Cuen R. (2011) "Probability, Statistics and Reliability for engineers and scientists (Third edition)". A Chapman & Hall book. Taylor and Francis Group.
[23]	Mickey R., Dunn O. J., Clark V. A. (2009). "Applied statistics. Analysis of Variance and Regression (Third edition)". Wiley series.

-
- [24] Ott, R. L., and M. Longnecker (2000). An Introduction to Statistical Methods and Data Analysis, 5th ed. Duxbury Press, Pacific Grove, Calif.
-
- [25] Snedecor G.W. and Cochran W.G. (1983). Statistical methods 6th edn. The Iowa State University Press, Ames, Iowa. USA.
-
- [26] Welch BL. (1938). The significance of the difference between two means when the population variances are unequal. *Biometrika* 29:350–62.
-
- [27] M. Hugener and all, CEN TC336 WG1, TG9 – Precision of test methods - Report on precision data related to EN 1426, EN 1427 and EN12593, March 2015
-
- [28] E. Hauser. Repeatability and comparability of stiffness and fatigue testing procedures according to EN 12697-24 and EN 12697-26. Vienna University of Technology. 4PBT Workshop. March 2007.
-
- [29] RILEM TC 182-PEB « Performance testing and evaluation of bituminous materials ». Fatigue of bituminous mixture. *Materials and Structures*. Vol 37. April 2004.
-
- [30] FEHRL. BitVal – Analysis of Available Data for Validation of bitumen tests. Project report. 2006.
-
- [31] Mollenhauer, K. & Wistuba, M. Comparison of fatigue test procedures for asphalt mixes. 5th Conference of European Asphalt Technology Association EATA, Braunschweig 2013, paper 23.
-
- [32] Büchler, S., Mollenhauer, K. und Renken, P. Relation between rheological bitumen characteristics and the resistance of asphalt against fatigue and cold temperatures. Proc., 4th Euraspalt & Eurobitume Congress. Copenhagen 2008.
-
- [33] Piérard, N., Vansteenkiste, S. and Vanelstraete, A. Effect of extraction and recovery procedure on the determination of PmB content and on the properties of the recovered binder, 4th European Asphalt Technology Association (EATA) Conference, 15th-16th June 2010, Parma, Italy.
-
- [34] De Visscher, J., Vansteenkiste, S., Leuridan, A., Piérard, N., Schelkens, E. and du Bus de Warnaffe, P. New tests for polymer-modified binders: results of a Belgian round robin test, Proceedings of 7th Int. RILEM Symposium on Advanced Testing and Characterization of Bituminous Materials (ATCBM09) pp. 1201-1210.
-
- [35] D. Sybilski, H. Soenen, E. Chailleux, G. Gauthier, , “Analysis of the First Rilem Round Robin Test on Binder Fatigue”, 7th International Rilem Symposium 2009.
-
- [36] I. Nösler, T. Tanghe, H. Soenen, “Evaluation of binder recovery methods and the influence on the properties of polymer modified bitumen”, E&E conference May 2008, Copenhagen.
-
- [37] H. Soenen, J. De Visscher, A. Vanelstraete, P. Redelius, “The Influence of thermal history on rheological properties of various bitumen”, *Rheological Acta*, 2006, 45, P.729-739.
-
- [38] Superpave - Performance Graded Asphalt Binder Specification and Testing. Superpave Series No.1 (SP-1) 2003, Asphalt Institute, Lexington (US) p 61.
-

Clôture du projet

 Schweizerische Eidgenossenschaft Confédération suisse Confederazione Svizzera Confederaziun svizra	Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la communication DETEC Office fédéral des routes OFROU
---	--

RECHERCHE DANS LE DOMAINE ROUTIER DU DETEC

Formulaire N° 3 : Clôture du projet

Version du 09.10.2013

établi / modifié le : 14.09.2021

Données de base

Projet N° : VSS 2016/323

Titre du projet : Impacts de la méthodologie de laboratoire sur la qualité des mesures sur bitumes

Echéance effective : 30.09.2021

Textes :

Résumé des résultats du projet :

L'analyse des résultats des essais interlaboratoires Robin effectués de 1996 à 2018 ainsi que le traitement statistique de 127 essais permettent de proposer les conclusions suivantes :

- L'analyse chronologique de l'historique et de l'évolution des normes d'essais, en décrivant les modifications "significatives", montre que les adaptations apportées dans les différentes versions publiées, ont pour la grande majorité une importance mineure sur les valeurs mesurées.
- Les résultats obtenus ont permis de confirmer quelques valeurs seuils de fidélité proposées par les normes EN mais ont clairement mis en exergue des seuils de reproductibilité R et de répétabilité r, pas toujours en adéquation avec les types de bitumes actuels et en particulier en ce qui concerne les liants récupérés, provenant d'enrobés. Une réactualisation des valeurs de fidélité doit être examinée, si possible en tenant compte des différents types de bitumes. A signaler que l'utilisation accrue d'agrégats d'enrobés ajoute une incertitude significative qui n'a pas pu être évaluée dans le cadre de cette recherche.
- L'analyse des résultats et des renseignements collectés au moyen des check-lists montre que l'harmonisation des méthodologies, réalisée dans le cadre de Robin, mènent à une qualité satisfaisante de reproductibilité. En effet, les résultats de fidélité obtenus lors des essais croisés suisses se caractérisent généralement par une variabilité plus réduite que celle constatée au niveau européen.

Aucun changement significatif de la variabilité de la qualité des liants bitumineux disponibles sur le marché suisse n'a pu être démontrée dans le cadre de cette recherche.

Recherche dans le domaine routier du DETEC : Formulaire 3

Page 1 / 3

Atteinte des objectifs :

Les principaux objectifs visés soit :

- fourniture d'une contribution substantielle pour la normalisation (SN et EN) par une éventuelle redefinition de certaines valeurs prescrites ainsi que la mise à jour des données relatives à la reproductibilité et dans une moindre mesure de la répétabilité,
- amélioration de la reproductibilité par une harmonisation des méthodologies en laboratoire,
- évaluation de l'effet des modifications dans les modes opératoires sur les valeurs mesurées,

ont été complètement atteints.

Déductions et recommandations :

Les résultats obtenus montrent la nécessité d'adaptation d'une majorité des valeurs de fidélité des essais analysés dans ce travail de recherche. Le besoin de créer des classes distinctes de bitumes est clairement démontré.

L'importance du respect des méthodologies d'essais et en particulier pour ce qui concerne la récupération des liants est avérée.

Publications :

Chef/cheffe de projet :

Nom : Pittet

Prénom : Michel

Service, entreprise, institut : MPillet-Consulting

Signature du chef/de la cheffe de projet :

M. Pitt



RECHERCHE DANS LE DOMAINE ROUTIER DU DETEC

Formulaire N° 3 : Clôture du projet

Appréciation de la commission de suivi :

Evaluation :

Une importante partie du projet porte sur l'analyse statistique des résultats des essais croisés sur les bitumes réalisés depuis de nombreuses années au sein de l'association Robin (laboratoires accrédités suisses). Cette banque de données de résultats est particulièrement importante et nous fournit de précieuses informations sur les valeurs de reproductibilité et répétabilité des essais courants normalisés sur les bitumes. L'analyse de ces résultats a permis de définir des seuils de reproductibilité R et de répétabilité r mieux adaptés à la réalité que ceux qui figurent actuellement dans les normes européennes. L'objectif principal de ce mandat de recherche est donc atteint.

Mise en oeuvre :

Les résultats de ce travail de recherche seront communiqués au CEN ainsi qu'à l'ensemble des membres de l'association des laboratoires accrédités Robin.
Un article informatif sera publié dans la revue Route et Trafic de la VSS.

Besoin supplémentaire en matière de recherche :

Un suivi et une exploitation régulière des résultats d'essais interlaboratoires, par période de 5 ans, serait bénéfique pour l'ensemble du domaine. Un travail de recherche semblable concernant le domaine des granulats et des enrobés, permettrait l'acquisition d'informations pertinentes et une actualisation des valeurs de fidélité propre à ces domaines.

Influence sur les normes :

Le besoin d'adapter les valeurs de fidélité d'une majorité de normes EN ainsi que le besoin de créer des classes distinctes de bitumes sont clairement démontrés.

Président/Présidente de la commission de suivi :

Nom : Bühler

Prénom : Tony

Service, entreprise, institut : Etat de Vaud - DGMR - Division infrastructures

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

signature de suivi :