

normalisation française

T 66-031

Décembre 1993

T 66-031

Produits bitumineux

Méthode de stabilisation des liants anhydres et des émulsions de bitume

Bituminous products- Stabilization method for anhydrous binders and bitumen emulsions

Bitumenezeugnisse - Stabilisierungsverfahren für wasserfreie Binder und Bitumenemulsionen

STATUT :

Norme expérimentale publiée par l'AFNOR en décembre 1993.

Les observations relatives au présent document doivent être adressées à l'AFNOR, avant le 31 octobre 1996.

CORRESPONDANCE :

À la date de publication du présent document, il n'existe pas de travaux internationaux sur le sujet. Il existe par ailleurs un sujet de travail traité par le CEN/TC 19 et le présent document constitue une contribution à la normalisation dans ce contexte.

ANALYSE :

Le présent document a pour objet de définir le mode opératoire pour obtenir, à partir des liants anhydres et des émulsions de bitume, un liant dit stabilisé dont le comportement simule celui du liant réel après son évolution au cours de la première année.

DESCRIPTEURS :

produit bitumineux, liant, anhydride, émulsion, bitume, essai, stabilisation.

éditée et diffusée par l'association française de normalisation (afnor), tour europe cedex 7 92049 paris la défense- tél. : (1) 42 91 55 55

AFNOR 1993

AFNOR 1993

1er tirage 93-12

Commission

Liants hydrocarbonésBNPé P04

Membres de la commission de normalisation

Président : M FEVRE

Secrétariat : BNPé

- M BONONI FINAL FRANCE
- M CAMBOURNAC SPETRF
- M CHAMBARD SFERB
- M DELORME LRPC EST PARISIEN
- M DEUTSCH ELF FRANCE
- M DURAND IFP
- M DUMAS LRPC
- M FEVRE GPB
- MLE GLITA COCHERY BOURDIN CHAUSSE
- MLE DE GRANDIS BNPé
- M GODET COLAS SA
- M GRIMARD SCR
- M GROZ GERLAND ROUTES
- M JAMOIS TOTAL
- M JOLY RTE
- M JOUNOT AFNOR
- M LARAVOIRE DAEI
- M LEMONNIER LCPC
- M LEROY ATOCHEM
- M LESAGE BP
- M LOMBARDI ESSO
- M MARCHAND COCHERY BOURDIN CHAUSSE
- M MAZE MOBIL
- M PLANOUE BP DUNKERQUE
- M RAMOND LCPC
- M SAMANOS SCREG ROUTES
- M SAUTEREY SETRA
- M SIMONCELLI SHELL
- MME SOURY ESSO CDR
- M STAWIARSKI TOTAL
- M THIAULT BNPé
- M ULLMANN GERLAND ROUTES SA
- M VANISCOTE SOC CHIMIQUE DE LA ROUTE

Le présent document a été mis au point dans le cadre du groupe d'experts P04/LA (Liants anhydres) de la Commission de normalisation P04 (Liants hydrocarbonés) du BNPé.

Ce groupe d'experts est animé par M CHAMBARD et est constitué de :

- M CHAMBARD - MLE GLITA - M GODET - M GRIMARD - M JOLY - M LEMONNIER - M LEROY - M LESAGE - M LOMBARDI - M SIMONCELLI - M ULLMANN.

Sommaire

Page de garde	
Commission	
Avant-propos	
Sommaire	
1 Domaine d'application	
2 Références normatives	
3 Définition	
4 Principe	
5 Appareillage	
5.1	
5.2	
5.3	
6 Préparation des coupelles	
6.1 Prélèvement de l'échantillon	
6.2 Préparation de l'échantillon	
6.3 Vérification et réglage de l'appareillage	
6.4 Préparation et mise en place des coupelles	
7 Mode opératoire	
7.1 Méthode 1 : détermination de la courbe d'évaporation	
7.2 Méthode 2 : récupération du liant	
8 Expression des résultats	
8.1 Méthode 1 : détermination de la courbe d'évaporation	
8.2 Méthode 2: récupération du liant	
9 Fidélité	
10 Rapport d'essai et d'échantillonnage	
10.1 Méthode 1 : rapport d'essai	
10.2 Méthode 2 : rapport d'échantillonnage	

1 Domaine d'application

Le présent document a pour objet de définir le mode opératoire pour obtenir, à partir des liants anhydres et des émulsions de bitume, un liant dit stabilisé dont le comportement simule celui du liant réel après son évolution au cours de la première année. Deux méthodes distinctes sont utilisées selon le but recherché : soit l'étude de la cinétique d'évaporation des fractions volatiles au cours de la période de stabilisation, soit l'obtention d'une quantité suffisante de liant stabilisé en vue de la détermination ultérieure de ses caractéristiques.

Elle s'applique à tous les liants pour enduits superficiels définis selon la norme T 65-000, anhydres (bitumes, bitumes fluidifiés, bitumes fluxés avec ou sans polymère, bitumes composés) et émulsions, quelles que soient la nature et la concentration de leur phase dispersée hydrocarbonée.

2 Références normatives

Cette norme expérimentale comporte par référence datée ou non datée des dispositions d'autres publications. Ces références normatives sont citées aux endroits appropriés dans le texte et les publications sont énumérées ci-après. Pour les références datées, les amendements ou révisions ultérieurs de l'une quelconque de ces publications ne s'appliquent à cette norme expérimentale que s'ils y ont été incorporés par amendement ou révision. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique.

- T 65-004 Liants hydrocarbonés - Bitumes composés - Spécifications.
- NF T 66-010 Échantillonnage des liants bitumineux.
- T 66-034 Produits pétroliers - Bitumes et liants bitumineux - Préparation des échantillons d'essai ¹⁾.

1) En cours de préparation.

3 Définition

Pour les besoins de la présente norme, la définition suivante s'applique :

3.1 liant stabilisé

Liant débarrassé de l'essentiel de la fraction volatile, de ses fluxants et de sa phase aqueuse s'il s'agit d'une émulsion.

4 Principe

La stabilisation s'effectue par étuvage à 50 °C pendant 14 j, sous ventilation d'un film mince de :

- 1 mm pour les liants anhydres ;
- «n» mm d'épaisseur pour les émulsions, la valeur «n» étant calculée à partir de la teneur en eau, pour correspondre à 1 mm d'épaisseur de liant résiduel.

Dans ce dernier cas, la rupture de l'émulsion est obtenue par évaporation de l'eau au cours de l'étuvage.

5 Appareillage

Matériel et verrerie habituels de laboratoire, ainsi que :

5.1

Étuve thermostatée ventilée, de volume intérieur de 80 l minimum, permettant une régulation de température à 50 °C ± 2 °C au niveau des échantillons.

5.2

Coupelles à fond plat, munies d'un rebord de hauteur maximale de 25 mm dont la plus petite dimension est de 100 mm au minimum, ne présentant pas de défaut de planéité supérieure à 0,1 mm.

5.3

Plaques munies d'un rebord d'une hauteur maximale de 25 mm permettant d'y placer une quantité de liant suffisante pour avoir un film de 1 mm d'épaisseur, et dont la plus petite dimension est de 100 mm au minimum, ne présentant pas de défaut de planéité supérieur à 1 mm.

6 Préparation des coupelles

6.1 Prélèvement de l'échantillon

Effectuer le prélèvement conformément à la norme NF T 66-010. S'il y a lieu, conserver l'échantillon dans un récipient hermétiquement clos.

6.2 Préparation de l'échantillon

Préparer l'échantillon conformément à la norme T 66-034. En particulier, l'homogénéiser soigneusement avant l'essai à une température telle que sa viscosité n'excède pas 1,5 Pa. s.

6.3 Vérification et réglage de l'appareillage

Vérifier la planéité et l'horizontalité du plateau de l'étuve avec un niveau à bulle. Vérifier le fonctionnement de la ventilation. Régler l'étuve pour obtenir au niveau de l'échantillon la température de $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.4 Préparation et mise en place des coupelles

Préparer deux séries de coupelles afin de répéter systématiquement les mesures d'évaporation. Dans le cas de la seule récupération, l'essai n'est pas obligatoirement doublé.

Ne pas dépasser 10 min lors de la préparation d'une coupelle ou plaque.

Introduire simultanément toutes les coupelles ou plaques dans l'étuve. Il est recommandé de ne pas grouper des liants dont les produits volatils sont susceptibles d'être de nature différente.

Placer les coupelles et plaques de façon à ne pas gêner la circulation de l'air, en observant un coefficient de remplissage surfacique inférieur à 80 % avec répartition homogène par niveau des coupelles.

Selon l'objectif à atteindre, il peut être nécessaire ou non de disposer d'une quantité importante de liant stabilisé. Il existe deux méthodes :

- la méthode 1, pour déterminer seulement la courbe d'évaporation (voir 7.1) ;
- la méthode 2, pour récupérer une quantité suffisante de liant en vue d'en déterminer les caractéristiques (voir 7.2).

7 Mode opératoire

7.1 Méthode 1 : détermination de la courbe d'évaporation

Effectuer l'essai sur quatre coupelles, de la manière suivante :

- deux fois une coupelle pour la mesure à 6 h (non réutilisées, mais remises dans l'étuve pour conserver le même taux d'occupation) ;

- deux fois une coupelle pour l'ensemble des autres mesures (à remettre dans l'étuve après chaque pesée).

Son exécution consiste à :

- peser chaque coupelle vide à 0,01 g près, soit M_1 ;
- calculer la masse M_2 de liant à stabiliser en tenant compte de sa masse volumique à 25 °C, pour obtenir un film de liant de 1 mm d'épaisseur moyenne ;
- déposer et étaler rapidement et régulièrement sur la coupelle chauffée comme indiqué en 6.2, une masse de liant différant de moins de 1 % de M_2 ;
- peser chaque coupelle contenant du liant, à 0,01 g près, soit M_3 ;
- placer la coupelle contenant le liant sur un des plateaux de l'étuve, en respectant le coefficient de remplissage indiqué en 6.4 ;
- sortir chaque coupelle, après chaque temps t d'étuvage désiré, soit 6 h, 1 j, 2 j, 3 j (ou 4 j ou 5 j), 7 j et 14 j. Les 6 h sont mesurées à ± 15 min. Les autres durées doivent être respectées à 2 h près, les temps réels étant soigneusement notés au moment de la mesure.
- laisser refroidir la coupelle, à la température ambiante, pendant 5 min ; -peser chaque coupelle, après refroidissement, à 0,01 g près, pour obtenir les masses $M(t)$ correspondant aux temps t d'étuvage ;
- les remettre à l'étuve pour la suite de l'essai. Les coupelles correspondant au temps 6 h sont remises à l'étuve, mais ne sont pas réutilisées pour les pesées suivantes.

7.2 Méthode 2 : récupération du liant

Calculer la masse M de liant à stabiliser en tenant compte de sa masse volumique à 25 °C, pour obtenir un film de liant de 1 mm d'épaisseur moyenne.

À la température définie en 6.2, déposer et étaler de façon régulière une masse de liant différant de moins de 1 % de M .

Placer les plaques contenant le liant dans l'étuve. Les sortir après 14 j. Récupérer le liant de chaque plaque en s'aidant éventuellement d'une spatule plate. La récupération peut être effectuée, le cas échéant, à une température supérieure à 50 °C (maximum 100 °C), qu'il est nécessaire de préciser dans le rapport d'essai.

Dans le cas des liants modifiés par addition de polymères, tenir compte des exigences propres à ces produits.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode 1 : détermination de la courbe d'évaporation

Calculer, pour chaque temps t , les différences de masse, pour les deux coupelles, après et avant étuvage soit :

$$M(t) - M_3$$

Noter ces différences représentant les pertes en produits volatils.

Calculer la moyenne des deux indications pour un temps t donné.

Les résultats s'expriment, sous forme de tableau, en portant pour chaque temps t :

- le temps t exprimé en heures ou jours suivant le cas ;
- le pourcentage de produits évaporés par rapport à la masse totale de liant à l'origine (résultat donné à 0,1 % près) ;
- le pourcentage de produits évaporés par rapport à la perte totale obtenue après 14 j d'étuvage.

Tracer les courbes donnant, en fonction du temps :

- le pourcentage de la perte de masse par rapport à la masse totale de liant à l'origine ;
- le pourcentage de la perte de masse par rapport à la perte totale obtenue après 14 j d'étuvage.

8.2 Méthode 2: récupération du liant

L'objet de la méthode 2 étant la seule récupération du liant stabilisé en vue d'en déterminer les caractéristiques par des

essais adéquats, il n'y a pas d'expression chiffrée de résultats dans ce cas.

9 Fidélité

La fidélité sera déterminée ultérieurement.

10 Rapport d'essai et d'échantillonnage

10.1 Méthode 1 : rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes :

- a) une référence à la présente norme ;
- b) les indications permettant l'identification des échantillons et en particulier les dates et lieux de fabrication et/ou de prélèvement ;
- c) les résultats obtenus ;
- d) la température de récupération du liant si elle est supérieure à la température ambiante ;
- e) la température de préparation (voir 7.2) ;
- f) tous les incidents ou détails non mentionnés dans la présente norme et susceptibles d'influencer les résultats.

10.2 Méthode 2 : rapport d'échantillonnage

Le rapport d'échantillonnage doit comporter au moins les informations suivantes :

- a) une référence à la présente norme ;
- b) les indications permettant l'identification des échantillons et en particulier les dates et lieux de fabrication et/ou de prélèvement ;
- c) la température de récupération du liant si elle est supérieure à la température ambiante ;
- d) la température de préparation (voir 6.2) ;
- e) tous les incidents ou détails non mentionnés dans la présente norme et susceptibles d'influencer les résultats des essais de caractérisation à effectuer ultérieurement.

Liste des documents référencés

NF T65-000 - 01/06/1997 - Liants hydrocarbonés. Définitions et classification.

NF T65-004 - 01/12/1997 - Liants hydrocarbonés. Bitumes composés. Spécifications.

NF T66-010 - 01/02/1984 - Échantillonnage des liants bitumineux.

NF EN 12594 - 01/03/2000 - Bitumes et liants bitumineux. Préparation des échantillons d'essai.