



HAL
open science

Extraction des liants d'un enrobé bitumineux pour caractérisation du liant récupéré: Méthode d'essai n°83

Virginie Mouillet, Philippe Dumas, Jean Christophe Molinengo, Emmanuel Chailleux, Tanoë Porquet

► To cite this version:

Virginie Mouillet, Philippe Dumas, Jean Christophe Molinengo, Emmanuel Chailleux, Tanoë Porquet. Extraction des liants d'un enrobé bitumineux pour caractérisation du liant récupéré: Méthode d'essai n°83. Extraction des liants d'un enrobé bitumineux pour caractérisation du liant récupéré: Méthode d'essai n°83, INSTITUT FRANCAIS DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DES TRANSPORTS, DE L'AMENAGEMENT ET DES RESEAUX - IFSTTAR, 10p, bibliogr., 2011, Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, 10.3829/me-me83-fr . hal-00907318

HAL Id: hal-00907318

<https://hal.science/hal-00907318>

Submitted on 21 Nov 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Extraction des liants d'un enrobé bitumineux pour caractérisation du liant récupéré

Méthode d'essai n° 83

Octobre 2011



Institut français des sciences et technologies des transports, de l'aménagement et des réseaux
58, boulevard Lefebvre - 75732 Paris Cedex 15

Ce document s'est appuyé sur les documents écrits par Michel Druon, du LCPC Paris et par Patrick Van Gevenhynghé, du LRPC d'Aix-en-Provence.

Il a été rédigé par :

Virginie Mouillet, directrice de recherche, service chimie,
Laboratoire régional des ponts et chaussées d'Aix-en-Provence, CETE Méditerranée

Philippe Dumas, ingénieur des travaux publics, service chimie,
Laboratoire régional des ponts et chaussées d'Aix-en-Provence, CETE Méditerranée

Jean-Christophe Molinengo, technicien supérieur, service chimie,
Laboratoire régional des ponts et chaussées d'Aix-en-Provence, CETE Méditerranée

Emmanuel Chailleux, chargé de recherche, département matériaux, groupe MIT,
Ifsttar

Tanoë Porquet, technicien supérieur, département matériaux, groupe MIT,
Ifsttar

Pour commander cet ouvrage :

Librairie Ifsttar

Institut français des sciences et technologies des transports, de l'aménagement et des réseaux
58, boulevard Lefebvre

F-75732 Paris Cedex 15

Téléphone : 01 40 43 50 20

Télécopie : 01 40 43 54 95

diffusion-publications@ifsttar.fr

Au 1er janvier 2011, le LCPC (Laboratoire central des ponts et chaussées) a fusionné avec l'INRETS (Institut national de recherche sur les transports et leur sécurité) pour former un nouvel institut de recherche, l'Ifsttar (décret 2010-1702 du 30 décembre 2010 portant création de l'Institut français des sciences et technologies des transports, de l'aménagement et des réseaux). La production de cet ouvrage dans les collections du LCPC intervenant au moment de la fusion, il est fait référence parfois au LCPC, parfois à l'Ifsttar.

Prix : 10 euros HT

Ce document est propriété de
l'Institut français des sciences et technologies des transports, de l'aménagement et des réseaux,
et ne peut être reproduit, même partiellement, sans l'autorisation de son Directeur général
(ou de ses représentants autorisés)

© 2011 - LCPC

ISBN 978-2-7208-2598-9

Crossref 10.3829/me-me83-fr

1. Objet et domaine d'application	5
2. Principe	6
3. Produits chimiques	6
4. Appareillages	6
5. Mode opératoire	7
5.1 Préparation des échantillons	7
5.2 Exécution de l'essai	7
6. Répétabilité et reproductibilité	9
7. Procès-verbal	9
8. Références bibliographiques	10

1. Objet et domaine d'application

Le présent mode opératoire décrit une méthode d'extraction des liants à partir d'un enrobé bitumineux afin de pouvoir contrôler les caractéristiques physiques et chimiques du liant récupéré.

Il précise et complète la norme européenne NF EN 12697-3 en définissant un type d'extraction au tétrachloroéthylène d'un mélange hydrocarboné au bitume pur ou au bitume modifié par un polymère : seule la température du tétrachloroéthylène sera différente suivant la nature du bitume (pur ou modifié par un polymère) et selon l'âge de l'enrobé.

Il est à noter que la norme NF EN 12697-3 préconise l'utilisation du dichlorométhane ou un autre solvant approprié pour lesquels les conditions opératoires d'utilisation et de distillation doivent être adaptées par rapport à celles présentées dans cette méthode d'essai. Pour exemple, du fait du point d'ébullition très bas du dichlorométhane (40 °C), la dissolution du liant bitumineux dans ce solvant se fera à température ambiante.

2. Principe

Le liant est extrait d'un enrobé bitumineux par dissolution dans un solvant chloré, le tétrachloroéthylène (à chaud pour les bitumes modifiés par des polymères, les agrégats d'enrobés, les bitumes oxydés et à température ambiante pour les bitumes purs). Cette solution est ensuite filtrée et centrifugée afin d'éliminer les particules minérales présentes, puis distillée sous vide pour éliminer le solvant. Le liant est récupéré directement dans des godets de pénétrabilité.

Note : la manipulation du solvant doit toujours se réaliser dans des conditions de sécurité maximale et sous hotte aspirante.

3. Produits chimiques

- Tétrachloroéthylène (CCl_2CCl_2) pur à 99 % ou mieux.

Note : l'utilisation du tétrachloroéthylène récupéré est interdite, les chlores labiles étant à l'origine de phénomènes d'oxydation et durcissement des liants.

4. Appareillages

- Matériel et verrerie courante de laboratoire
- Enceinte thermostatique
- Hotte aspirante
- Récipient métallique muni d'un couvercle étanche avec un évent et une entrée pour l'introduction du solvant d'extraction
- Table d'agitation mécanique pour le récipient métallique
- Centrifugeuse classique de type rotatif :
accélération minimale de 3000 g et de capacité minimale de 1 litre
- Évaporateur rotatif à distiller sous vide équipé d'un bain d'huile
- Tamis de 80 microns
- Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)
- Lamelle transparente aux infrarouges (lame de NaCl ou KBr)
- Four à mouffes.



*Figure 1
Exemple de récipient pouvant être utilisé*

5. Mode opératoire

5.1. Préparation des échantillons

L'enrobé bitumineux à extraire doit être exempt de toute souillure et doit se présenter sous une forme émiettée. Pour cela, le matériau doit être chauffé dans une enceinte thermostatée à une température n'excédant pas 140 °C et pour un temps le plus court possible.

5.2. Exécution de l'essai

Étape de désenrobage

Introduire dans le récipient métallique muni d'un couvercle hermétique environ 2 kilogrammes de matériau émietté à la température de 140 °C.

Après fermeture du récipient métallique, introduire, à l'aide d'un entonnoir par l'entrée prévue sur le couvercle, le tétrachloroéthylène à raison de 1 litre pour 1,3 kilogramme d'enrobés :

- à température ambiante pour un enrobé à base de bitume pur ;
- préalablement chauffé à 70-80 °C pour un enrobé à base de bitume modifié par des polymères, pour un enrobé âgé ou pour un enrobé formulé avec du bitume oxydé.

Agiter pendant 40 minutes le récipient métallique fermé sur l'agitateur mécanique.

Laisser refroidir et après dégazage (si c'est nécessaire), récupérer la solution d'extraction en filtrant le mélange sur un tamis (tamis de 80 microns par exemple) afin d'éliminer l'essentiel des particules minérales.

Centrifuger la solution 60 minutes dans une centrifugeuse rotative classique d'accélération minimale de 3000 g, en équilibrant parfaitement les godets. Augmenter la durée de centrifugation en fonction du liant et de l'âge de l'enrobé : 90 minutes s'il agit d'un enrobé âgé ou formulé à base de bitume oxydé.

À titre d'exemple, des conditions optimales de réglages internes de la centrifugeuse peuvent être fixées à 5300 g et à 6 °C (si l'appareillage de la centrifugeuse le permet) pendant les temps indiqués ci-dessus.

Filtrer le surnageant avec un tamis (tamis de 80 microns par exemple).

Étape de distillation sous vide à l'évaporateur rotatif

Introduire dans le ballon à distiller environ 400 millilitres de la solution bitumineuse.

Régler la rotation du ballon de distillation à 75 tours/minute \pm 5.

Porter le bain d'huile du ballon évaporateur à une température de 100 °C \pm 5 °C.

Réduire la pression absolue à 15 kPa \pm 0,5 kPa (150 millibars \pm 5 millibars).

Quand la solution bitumineuse est réduite de moitié, réalimenter le ballon par aspiration de la solution de bitume. Effectuer cette opération jusqu'à épuisement de la solution bitumineuse à distiller.

Lorsque la distillation de solvant cesse, porter progressivement la température du bain d'huile à 185 °C \pm 5 °C. Puis, quand cette température est atteinte, réduire la pression à 5 kPa \pm 0,2 kPa (50 millibars \pm 2 millibars).

Maintenir ces conditions durant 30 minutes (45 minutes s'il s'agit d'un liant modifié par un polymère).

Prélever quelques gouttes de bitume dans le ballon, les étaler sur une lamelle transparente aux infrarouges et vérifier, par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier, l'absence de tétrachloroéthylène. Pour cela, étendre le bitume en film sur la lamelle et enregistrer un spectre infrarouge entre 4000 et 700 cm^{-1} , 8 cycles d'accumulation et une résolution de 2 cm^{-1} . Le tétrachloroéthylène est détecté, au sein du bitume, par la présence de deux bandes IRTF caractéristiques à 909 cm^{-1} et 777 cm^{-1} .

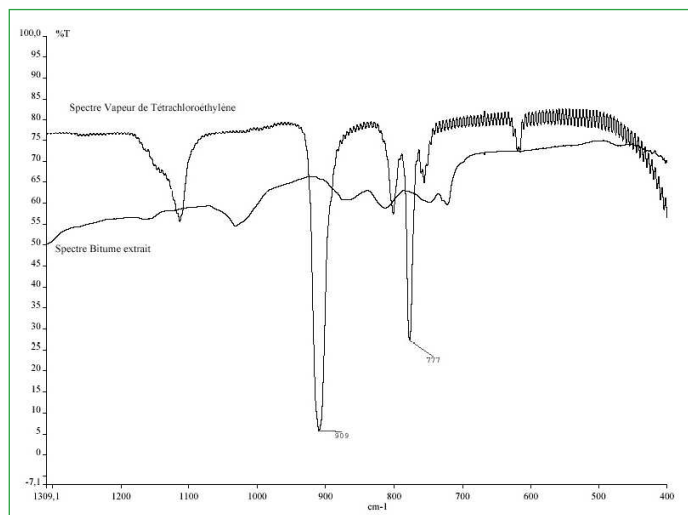
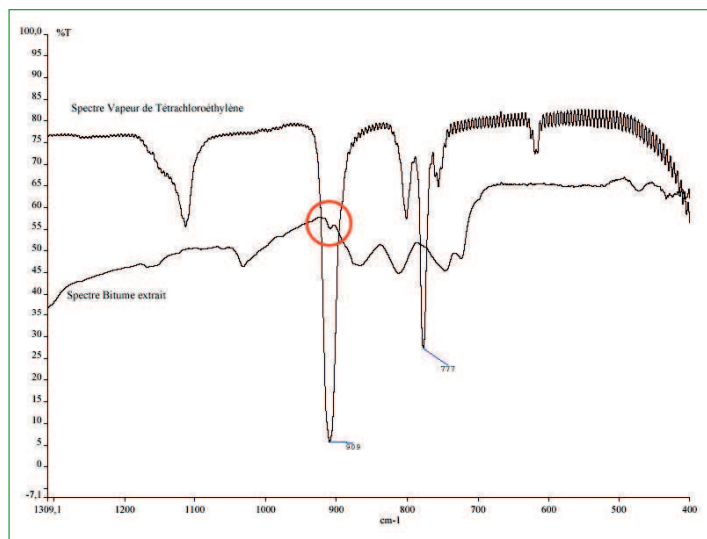


Figure 2
Exemple de spectre montrant l'absence de solvant dans le liant extrait

Figure 3
Exemple de spectre montrant la présence de solvant dans le liant extrait



Si des quantités notables de tétrachloroéthylène sont détectées dans le bitume, poursuivre l'opération de distillation à $185 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ et $5 \text{ kPa} \pm 0,2 \text{ kPa}$ ($50 \text{ millibars} \pm 2 \text{ millibars}$) pendant 15 minutes.

Étape de vérification de la teneur en éléments fins du liant récupéré

Peser au milligramme environ 4 grammes de bitume dans une coupelle de calcination.

Brûler la prise d'essai avec un bec Bunsen puis calciner le résidu 8 heures à 450 °C dans un four.

Peser le résidu de calcination.

Validation de l'extraction du liant

L'extraction du liant d'un mélange hydrocarboné sera considérée comme valide pour une caractérisation ultérieure du bitume récupéré si, quantitativement, le résidu de calcination à 450 °C pendant 8 heures est inférieur à 1 % de la prise d'essai de bitume récupéré.

6. Répétabilité et reproductibilité

Sans objet.

7. Procès-verbal

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

- la référence à ce mode opératoire ;
- le nom ou le code des échantillons avec toutes les informations se rapportant à son marquage ;
- les coordonnées de la personne ou de l'organisme qui a demandé les essais ;
- la date de la réception de chaque échantillon ;
- le spectre infrarouge de vérification de l'absence de solvant ;
- le pourcentage de résidu de calcination ;
- les conditions d'extractions si elles sont différentes de celles décrites dans cette méthode d'essai.

8. Références bibliographiques

AFNOR Norme NF EN 12697-3, *Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 3 : récupération des bitumes ; évaporateur rotatif*, juin 2005.

Druon M., Baille N., *Extraction d'un béton bitumineux*, projet de méthode d'essai, LCPC, service chimie, section des liants routiers, juin 1995.

Molenaar J.-M.-M., Hagos E.-T., Van den Ven M.-F.-C., Hofman R., *An investigation into the analysis of polymer modified bitumen (PmB)*, 3rd eurasphalt & eurobitume congress, book I, Vienna, 2004, pp. 666-682.

Mouillet V., Dumas Ph., *Durability of polymer modified bitumens : comparison of evolution due to conventional standardised ageing tests with the in situ ageing of binders in pavements*, proceedings of eurasphalt & eurobitume congress, Copenhagen (Danemark), 21-23 mai 2008, papier 406-009 (Session 6 « Tomorrow's Technical Opportunities and Challenges »), 10 p.

Nosler I., Soenen H., *Evaluation of binder recovery methods and the influence on the properties of polymer modified bitumen*, proceedings of eurasphalt & eurobitume congress, Copenhagen (Danemark), 21-23 mai 2008, papier 402-038 (Session 6 « Tomorrow's Technical Opportunities and Challenges »), 10 p.

Piérard N., Vanelstraete A., *Extraction et récupération des bitumes modifiés aux polymères (SBS, EVA) contenus dans les enrobés bitumineux sur base des normes d'essai EN 12697-1 et -3*, XXI^e congrès belge de la route, ABR/AWV, Gand, 22-25 septembre 2009, papier I.1.10.

Piérard N., Vansteenkiste S., Vanelstraete A., *Effect of extraction and recovery procedure on the determination of PmB content and on the properties of the recovered binder*, road materials and pavement design, EATA 2010, pp. 251-279.

Document publié par l'Ifsttar sous le numéro C1502598
Conception et réalisation : Ifsttar, Ph. Caquelard
Impression : Seven
Dépôt légal : 4e trimestre 2011